



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL.

Facultad de Ciencias Naturales y Matemáticas

Departamento de Ciencias Químicas y Ambientales

**"DISEÑO, CONSTRUCCIÓN E INSTALACIÓN DE UNA UNIDAD
DE CRISTALIZACION BATCH, PARA EL LABORATORIO DE
OPERACIONES UNITARIAS DE LA ESPOL"**

PROYECTO INTEGRADOR

Previa a la obtención del Título de:
INGENIERO QUÍMICO

PRESENTADO POR:

RONALD GEOVANNI MOROCHO LATA
ERICK ALEXANDER ZAMBRANO GARCÍA

GUAYAQUIL - ECUADOR
(2016)

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES Y MATEMÁTICAS

INGENIERÍA QUÍMICA

INFORME DEL PROFESOR DE LA MATERIA INTEGRADORA

Habiendo sido nombrado PROFESOR DE LA MATERIA INTEGRADORA de los
señores

RONALD GEOVANNI

MOROCHO LATA

ERICK ALEXANDER

ZAMBRANO GARCÍA

Con el tema del proyecto integrador DISEÑO, CONSTRUCCIÓN E INSTALACIÓN DE UNA UNIDAD DE CRISTALIZACIÓN BATCH, PARA EL LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS DE LA ESPOL, previa a la obtención del título de **INGENIERO QUÍMICO**, me permito informar que he leído el contenido y he revisado el formato del proyecto integrador, luego de lo cual indico que estoy de acuerdo en que el mismo se lo ha desarrollado conforme a los lineamientos de la Unidad de Titulación Especial de la ESPOL.

Guayaquil, 24 de octubre del 2016

ING. PABLO TEJADA HINOJOSA
PROFESOR DE LA MATERIA INTEGRADORA

AGRADECIMIENTO

A nuestros padres y familiares por el apoyo sustancial en cada etapa de la vida estudiantil. Al Ingeniero Cristian Macías por su predisposición a la ayuda y colaboración en cada una de las pruebas realizadas en el Laboratorio de Operaciones Unitarias. A nuestro tutor, el Ingeniero Pablo Tejada por darnos las guías y correctivos necesarios para la realización de este proyecto. Al Ingeniero Carlos Balladares por su apertura y sugerencias para el montaje del equipo descrito en este proyecto.

DEDICATORIA

A nuestros padres, familiares y a cada una de las personas que estuvo involucrada en este proyecto de forma directa o indirecta.

DECLARACIÓN EXPRESA.

“La responsabilidad del contenido de este proyecto nos corresponde exclusivamente; y el patrimonio intelectual de la misma a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL”

(Reglamento de graduación de la ESPOL)

Ronald Giovanni Morocho Lata

Erick Alexander Zambrano García

MIEMBROS DEL TRIBUNAL

Ing. Pablo Vicente Tejada Hinojosa

Director de la Carrera Ingeniería Química

Tutor del Proyecto

Ing. Carlos Balladares Grazzo

Vocal del Tribunal

SIMBOLOGÍA

H	Altura
D	Diámetro
R, r	Radio
V	Volumen
N	Velocidad angular
ρ	Densidad
μ	Viscosidad
N_{Re} , Re	Numero de Reynolds
NP	Numero de potencia
P	Potencia
h	Coefficiente de película de transferencia de calor
c	Calor específico
k	Conductividad térmica
A	Área
t	Temperatura
U	Coefficiente de transferencia de calor
Q	Flujo de calor

INDICE GENERAL

	Página
Capítulo I: Generalidades del proyecto	1
1.1 Introducción	2
1.2 Objetivos	2
1.2.1 Objetivo general	2
1.2.2 Objetivos específicos	3
1.3 Hipótesis	3
1.4 Metodología	3
Capítulo II: Marco Teórico	4
2.1 Fundamento de la Cristalización	5
2.1.1 Introducción	5
2.2 El estado cristalino	5
2.2.1 Sistemas cristalinos	6
2.3 Solución y solubilidad	7
2.4 Nucleación	12
2.4.1 Nucleación primaria	13
2.4.1.1 Fase homogénea	13
2.4.1.2 Fase heterogénea	14
2.4.2 Nucleación secundaria	17
2.4.2.1 Nucleación por contacto	18
2.4.2.2 Siembra	19
2.5 Crecimiento de cristales	20

2.6 Generalidades sobre la Cristalización	21
2.6.1 Pureza del producto	21
2.6.2 Efecto de las impurezas	22
2.6.3 Efectos del calor en el proceso	24
2.6.4 Rendimiento del proceso	26
2.6.5 Precauciones experimentales	27
2.6.6 Importancia en la industria	28
2.7 Tipos de Cristalizadores en la Industria	29
2.7.1 Cristalizadores por enfriamiento	30
2.7.1.1 Tanques no agitados	30
2.7.1.2 Tanques agitados	30
2.7.1.3 Cristalizadores Swensson- Walker	32
2.7.1.4 Cristalizadores Wulff-Bock	33
2.7.1.5 Cristalizadores Oslo-Kristal	34
2.7.1.6 Cristalizador por enfriamiento en contacto directo	35
2.7.2 Cristalizadores por evaporación	37
2.7.2.1 Cristalizadores por evaporación mediante vapor calentado	37
2.7.2.2 Cristalizadores por evaporación mediante circulación forzada	38
2.7.2.3 Cristalizador Oslo-Kristal por evaporación	40
2.7.3 Cristalizadores de vacío	41
2.7.3.1 Cristalizador DTB	42
2.7.3.2 Cristalizador DT	43
Capítulo III: Diseño Del Equipo	46
3.1 Tipo de cristalizador elegido	47

3.2 Dimensiones del equipo	47
3.3 Material de construcción	49
3.4 Partes del equipo y sus funciones	49
3.4.1 Motor	49
3.4.2 Agitador	49
3.4.3 Tanque interno	50
3.4.4 Chaqueta	50
3.4.5 Válvula de entrada de agua a la chaqueta	51
3.4.6 Válvula de salida de agua a la chaqueta	51
3.4.7 Válvula de la toma de muestras	51
3.4.8 Válvula de salida del tanque interior	51
3.4.9 Termómetro	51
3.4.10 Soportes	51
3.5 Diagrama de la unidad de Cristalización	52
3.6 Costos	53
3.7 Ubicación física y montaje del equipo	54
3.8 Sistemas de Cristalización	55
3.8.1 Sulfato de cobre cristalizado	56
3.8.2 Azúcar (sacarosa) cristalizado	57
Capítulo IV: Cálculos Y Resultados	58
4.1 Cálculo del volumen de la base del equipo V_b	59
4.2 Cálculo del volumen del cilindro del taque V_c	60
4.3 Cálculo de la potencia del motor del agitador	62
4.4 Cálculo del h_j	65

4.5 Cálculo del Q	67
4.6 Cálculo del t_w	68
4.7 Corrección del h_j	69
4.8 Cálculo de U_D	70
4.9 Cálculo de h_o	70
4.10 Pruebas de Cristalización	71
4.10.1 Solución azucarada (prueba 1).	71
4.10.1.1 Balance de materia	72
4.10.2 Solución azucarada (prueba 2).	76
4.10.2.1 Balance de materia	76
4.10.3 Solución de sulfato de cobre pentahidratado (Prueba 3).	80
4.10.3.1 Balance de materia	81
Capítulo V: Análisis de resultados	85
6.1 Análisis de resultados	86
Conclusiones	89
Recomendaciones	92
Anexos	95
Bibliografía	110

CAPITULO I

GENERALIDADES DEL PROYECTO

1.1 Introducción

La Cristalización es una Operación Unitaria solido-liquido en la cual como fuerza impulsora para la transferencia de masa esta la concentración, separando un componente de la fase liquida a la fase sólida en forma cristales que por su peso se precipitan.

De manera industrial muchos productos se comercializan en forma de cristal como azúcar, sal, sales inorgánicas, etc.

Como las demás Operaciones Unitarias, son esenciales para la formación profesional de un ingeniero químico, por eso este proyecto es necesario si se desea entender de manera clara la Operación Unitaria de Cristalización.

En este documento se define toda la teoría necesaria para poder entender de manera eficaz el fenómeno de la Cristalización, los tipos de cristalizadores que existen, el diseño del cristalizador del proyecto, las partes del equipo y el manual de operación.

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo general

- Diseñar y construir un equipo de Cristalización con su respectivo manual de operación, mediante el uso de las diferentes herramientas adquiridas en el transcurso de la carrera y un criterio ingenieril adecuado.

1.2.2 Objetivos específicos

- Desarrollar un equipo con condiciones estables y de fácil operación y que permita usar diferentes materiales para cristalizar.
- Elaborar un manual de operación para el equipo de Cristalización.
- Obtener la eficiencia del equipo de Cristalización y las condiciones de operación.
- Usar los conceptos de las tomadas durante el transcurso de la carrera para la realización de este proyecto.

1.3 Hipótesis

La construcción de una unidad de Cristalización influirá en el aprendizaje de esta Operación Unitaria para los estudiantes de la carrera de Ingeniería Química de la Escuela Superior Politécnica del Litoral.

1.4 Metodología

1. Estudio de la parte teórica de la Operación Unitaria.
2. Selección de los sistemas a cristalizar.
3. Selección de los materiales conforme a las propiedades de las sustancias a cristalizar.
4. Dimensionamiento del cristizador.
5. Construcción e instalación del equipo.
6. Pruebas con los sistemas escogidos.

CAPITULO II
MARCO TEORICO

2.1 FUNDAMENTO DE LA CRISTALIZACIÓN

2.1.1 Introducción

La Cristalización es un proceso de separación y purificación empleado para producir una diversa gama de materiales. En este proceso se da un cambio de fase en el cual se obtiene un producto cristalino a partir una solución. En la Ingeniería Química se la puede definir como el proceso simultáneo de transferencia de calor y masa con una fuerte dependencia en fluidos y partículas mecánicas.

La Cristalización puede llevarse a cabo a partir de una solución, usualmente en la industria se llevan a cabo en soluciones que involucran un solvente (en fase líquida) y un soluto (en fase sólida). Es muy común que esta operación se aplique para obtener productos como sales, azúcar, fertilizantes, etc. La razón por la cual esta operación es de alta importancia en la elaboración de los productos antes mencionados es el alto grado de pureza que se puede obtener en los mismos.

La pureza alta en estado cristalino se da porque tiene un menor nivel de energía que los otros tres estados físicos de la materia. Para llegar a esto el calor latente es eliminado del soluto. Ya en estado cristalino las moléculas del producto están estáticas entre sí y forman estructuras sin necesidad que las dimensiones entre los cristales sean iguales.

2.2 El estado cristalino

Los tres estados generales de la materia (gaseoso, líquido y sólido) representan diferentes grados de movilidad atómica. En el estado gaseoso las moléculas se encuentran en vigoroso y constante movimiento. En estado líquido el movimiento

molecular es aleatorio y restringido. Un líquido es mucho más viscoso que un gas y es menos fácil de comprimir. Por otro lado, en estado sólido el movimiento molecular está destinado a estar en oscilación alrededor de una posición fija, además, la estructura rígida generalmente resiste compresiones muy fuertes.

Los sólidos pueden ser cristalinos o amorfos; el estado cristalino difiere del estado amorfo en el orden regular de sus moléculas, átomos o iones constituyentes, algunos dispuestos en un patrón rígido conocido como enrejado.

Como lo indica (Myerson, 2002)

Puesto que el movimiento molecular en un gas o líquido es libre y aleatorio, las propiedades físicas de estos fluidos son los mismos sin importar en qué dirección se midan; es decir son isotrópicos. Los sólidos amorfos, en razón a su arreglo aleatorio de moléculas, también son isotrópicos. No obstante, la mayoría de formas cristalinas son anisótropas; sus propiedades eléctricas, mecánicas, magnéticas y ópticas pueden variar de acuerdo a la dirección en la cual se miden.

2.2.1 Sistemas cristalinos

Los cristales, al ser sólidos, tienen formas geométricas variadas y son identificadas a partir de su simetría. Los tres elementos simples de simetría que pueden ser considerados son:

1. Simetría alrededor de un punto (un centro de simetría).
2. Simetría alrededor de una línea (un eje de simetría).
3. Simetría alrededor de un plano (un plano de simetría).

A partir de estos elementos de simetría existen 32 combinaciones posibles, incluyendo el estado asimétrico (sin elementos de simetría). Por conveniencia estas

32 combinaciones se pueden agrupar en siete sistemas que se conocen por los siguientes nombres: regular (5 posibles combinaciones), tetragonal (7), ortorrómbico (3), monoclinico (3), triclínico (2), trigonal (5) y hexagonal (7). De estos siete sistemas, los seis primeros están referenciados a 3 ejes (x, y, z), mientras que el sistema hexagonal requiere de un eje adicional (u) que es coplanar y está inclinado 60° a los ejes x, y; ente caso el eje z está en posición vertical y perpendicular a los demás ejes. En la tabla 2.1 (Mullin, 2001) observamos una descripción detallada de cada uno de los sistemas de cristales.

<i>System</i>	<i>Other names</i>	<i>Angles between axes</i>	<i>Length of axes</i>	<i>Examples</i>
Regular	Cubic Octahedral	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	$x = y = z$	Sodium chloride Potassium chloride
	Isometric Tesseral			Alums Diamond
Tetragonal	Pyramidal Quadratic	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	$x = y \neq z$	Rutile Zircon Nickel sulphate. $7H_2O$
Orthorhombic	Rhombic	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	$x \neq y \neq z$	Potassium permanganate
	Prismatic Isoclinic Trimetric			Silver nitrate Iodine α -Sulphur
	Monoclinic			Potassium chlorate Sucrose Oxalic acid β -Sulphur
Triclinic	Monosymmetric Clinorhombic Oblique	$\alpha = \beta = 90^\circ \neq \gamma$	$x \neq y \neq z$	
	Anorthic Asymmetric	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	$x \neq y \neq z$	Potassium dichromate Copper sulphate. $5H_2O$
Trigonal	Rhombohedral	$\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$	$x = y = z$	Sodium nitrate Ruby Sapphire
Hexagonal	None	<i>z</i> axis is perpendicular to the <i>x</i> , <i>y</i> and <i>u</i> axes, which are inclined at 60°	$x = y = u \neq z$	Silver iodide Graphite Water (ice) Potassium nitrate

Tabla 2.1.- Siete sistemas de cristales.
Fuente (Mullin, 2001)

Para los sistemas regular, tetragonal y ortorrómbico, los ejes x , y , z , son perpendiculares, la diferencia radica en la longitud estos ejes, en el sistema regular son iguales; en el ortorrómbico son todos distintos; y en el tetragonal dos son iguales (x , y), siendo distinto el eje z . Los ejes son distintos en los sistemas monoclinico y triclínico, actualmente todos los ángulos entre ejes no equivalen a 90° . En la Figura 2.1 (Fuentes Cobas, Luis; Fuentes Montero, Maria;, 2008) se visualizan las formas de los siete sistemas de cristales.

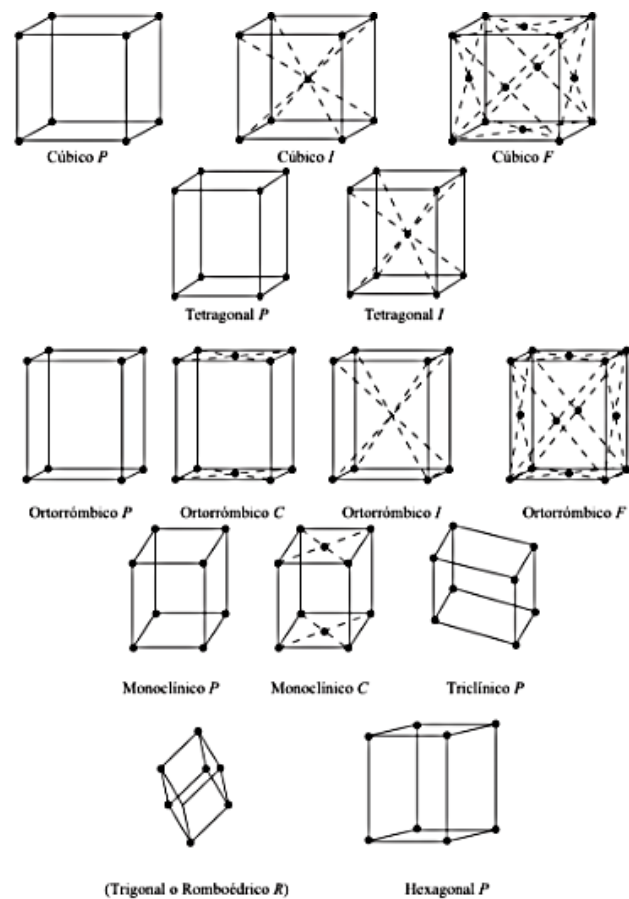


Figura 2.1.- Geometría de las formas cristalinas. *Fuente* (Fuentes Cobas, Luis; Fuentes Montero, Maria;, 2008)

Las letras P, F, R, I, B y C son notaciones para especificar la centralización de los cristales. “P” y “R” puntualizan que el cristal no tiene centralización, “R” solo se refiere a los sistemas trigonal y romboédrico. Con “F” se simbolizan los cristales que están centrados en las caras, con “I” los cristales que están centrados en el cuerpo y las letras “B” y “C” para aquellos cristales centrados en una cara.

Como indica (Mullin, 2001):

Estas notaciones están relacionadas con lo que se conoce como Redes de Bravais, quien en su ley enunció que las caras externas de un cristal son paralelas a planos de enrejado (redes), y las caras que ocurren más comúnmente serán aquellas que correspondan a los planos que contienen una alta densidad de puntos, por lo general referido como una alta densidad reticular.

En la Figura 2.2 (Mullin, 2001) podemos ver algunos ejemplos en la industria de este tipo de cristales.

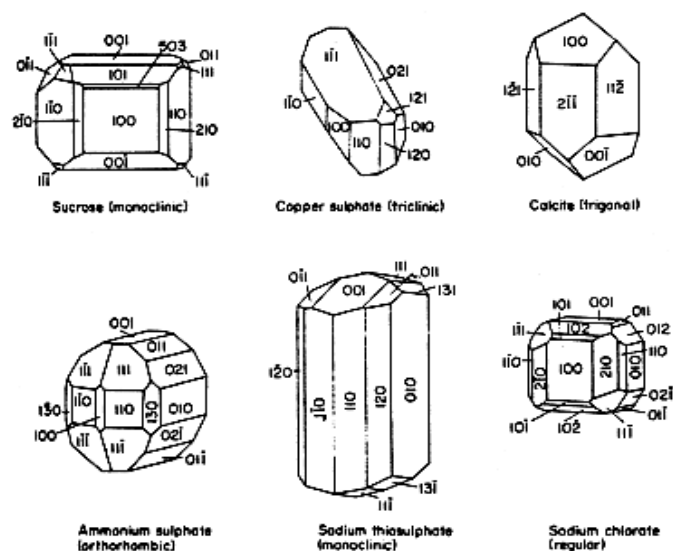


Figura 2.2.- Sistemas cristalinos en la industria Fuente (Mullin, 2001)

2.3 Solución Y Solubilidad

Una solución es la mezcla de dos o más compuestos que forman una fase homogénea; normalmente se puede pensar que las soluciones se encuentran en estado líquido, pero también se las puede encontrar en estado sólido e incluso gaseoso.

El concepto de solución usualmente es asociado a la mezcla de un solvente (en fase líquida) y un soluto (en fase sólida) en condiciones determinadas. Todos los procesos que involucran Cristalización trabajan con soluciones, es por esto que el desarrollo, diseño y control de este proceso está relacionado directamente con todas las propiedades de una solución.

A una cierta temperatura existe una máxima cantidad de soluto que puede disolverse en una cierta cantidad de solvente; cuando se logra este máximo de soluto, la solución se define como saturada. La cantidad de soluto requerido para que una solución sea saturada se llama solubilidad. (Mullin, 2001)

La solubilidad es variada dependiendo del compuesto y varía de acuerdo a la temperatura. En la mayoría de los casos la solubilidad aumenta a medida que la temperatura es mayor. En la Figura 2.3 (Mullin, 2001). El cloruro de sodio tiene poca dependencia de la temperatura en la solubilidad cambiando de 35.7 a 39.8 g/100 g H₂O en un rango de 100 °C, por otro lado el sulfato de cobre pentahidratado varía de 14.3 a 75 g/100 g H₂O en un rango de 100 °C, mostrando que la variabilidad de la solubilidad respecto a la temperatura fluctúa dependiendo del compuesto.

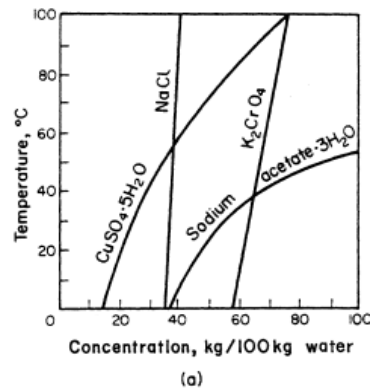


Figura 2.3.- Solubilidad de CuSO_4 , NaCl , K_2CrO_4 y $\text{C}_2\text{H}_3\text{NaO}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ en solución acuosa. Fuente (Mullin, 2001)

No todas las curvas de solubilidad son suaves como se puede ver en la Figura 2.4. Una discontinuidad en la curva de solubilidad denota un cambio de fase. Por ejemplo, la fase sólida depositada a partir de solución acuosa de sulfato de sodio por debajo de $32.4\text{ }^\circ\text{C}$ consistirá en el decahidratado, mientras que el sólido depositado encima de esta temperatura consistirá en la sal anhidra. La solubilidad del sulfato de sodio anhidro disminuye cuando la temperatura aumenta. Este efecto negativo en la solubilidad, también se observa en sustancias como sulfato de calcio, acetatos de calcio, bario y estroncio, hidróxido de calcio, etc. Estas sustancias pueden causar problemas en ciertos tipos de cristalizadores provocando una deposición de incrustaciones en las superficies de transferencia de calor.

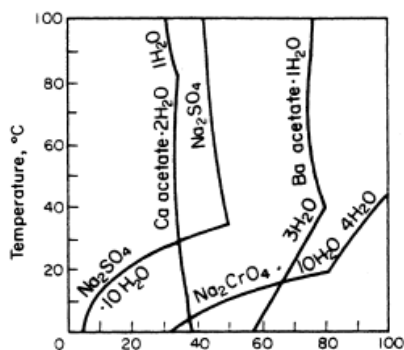


Figura 2.4.- Solubilidad de Acetato de calcio y bario, sulfato de sodio anhidro en solución acuosa. Fuente (Mullin, 2001)

La tendencia general de una curva de solubilidad se basa en el principio de Le Chatelier, que para este caso se puede definir argumentando que cuando un sistema en equilibrio está sujeto a cambios de temperatura y presión, el sistema se adaptará a sí mismo al nuevo equilibrio para disminuir el efecto del cambio.

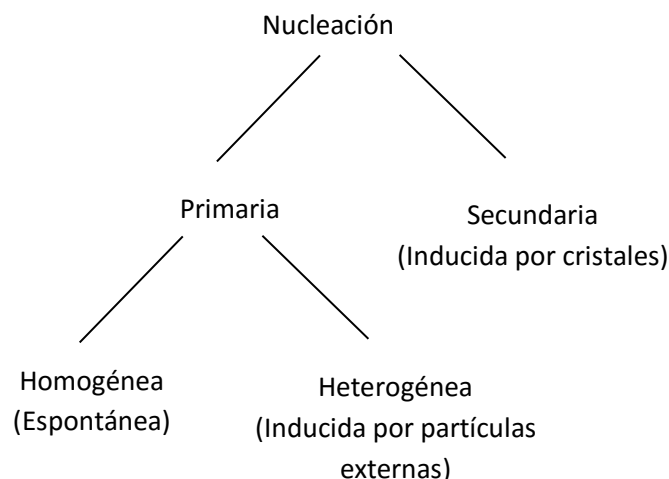
2.4 Nucleación

La condición de sobresaturación o sobre-enfriamiento por sí solas no son suficientes para causar que un sistema se empiece a cristalizar. Antes que los cristales puedan desarrollarse, deben existir en la solución un número determinado de núcleos o semillas, que actúen como centro de Cristalización. La nucleación puede ocurrir espontáneamente o puede ser inducida por medios artificiales. Su fuerza impulsora es la sobresaturación, que se define como la diferencia de potencial químico entre una molécula en solución y una que se encuentra en el amontonamiento de la fase cristalina. A pesar de esto, no siempre es posible decidir si un sistema ha nucleado por sus propios medios o si la nucleación ha ocurrido por la influencia de medios externos.

Usualmente la nucleación puede ser inducida por agitación, choque mecánico, fricción y presiones extremas dentro de soluciones y fusiones. La cavitación en un líquido sub-enfriado puede causar nucleación, Hunt y Jackson (1966) demostraron que la nucleación ocurre cuando una cavidad colapsa en lugar de ocurrir cuando se expande. Presiones altas (aproximadamente 10^5 bar) pueden ser generadas por el colapso de una cavidad; el cambio en la presión disminuye la temperatura de Cristalización del líquido y la nucleación resulta.

En la actualidad no hay un acuerdo general para una nomenclatura de nucleación, de esta manera para evitar confusiones se usará la siguiente terminología: El término 'primario' se designará para los sistemas que no contengan materia cristalina; por otro lado los núcleos se generan en las proximidades de cristales presentes en un sistema sobresaturado; este comportamiento serán referidos como nucleación 'secundaria'. (Mullin, 2001)

De esta manera podemos considerar un esquema simple:



2.4.1 Nucleación primaria

2.4.1.1 Fase homogénea

No se sabe con certeza como un cristal estable se forma dentro de un fluido homogéneo. La formación de núcleos de cristales es aún más difícil de prever. El número de moléculas en un núcleo de cristal estable puede variar de decenas a centenas, por ejemplo, el núcleo de agua (hielo) puede contener alrededor de 100 moléculas.

Si se adicionan más moléculas a una cadena de núcleos podría resultar en una nucleación y un crecimiento subsecuente de núcleos, hasta formarse una red o enrejado (Warren L. McCabe, 2007). Este crecimiento se da en las regiones con una alta sobresaturación y muchos de los sub-núcleos no alcanzan a desarrollarse totalmente, lo que ocurre con ellos es una redisolución porque son extremadamente inestables. Sin embargo, si un núcleo crece más allá de un tamaño crítico (microscópico) se vuelve estable bajo condiciones de sobresaturación obtenidas de la mayor parte del líquido. Gibbs (1948) desarrolló una teoría de nucleación basada en la condensación de un vapor en líquido, esta teoría se puede aplicar a la Cristalización de soluciones. Esta teoría se basa en el tamaño del amontonamiento de cristales (clusters) definido como r_c , y hace referencia a que los clusters más grandes que r_c deben crecer con el fin de reducir la energía libre del sistema total (cluster soluto + solución) mientras que grupos más pequeños que el tamaño crítico se disuelven con el fin de reducir la energía libre del sistema.

2.4.1.2 Fase heterogénea

La velocidad de nucleación de una solución puede ser afectada considerablemente por la presencia de simples trazas de impurezas en el sistema. Sin embargo, una impureza que actúa como inhibidora de la nucleación en un caso puede no ser

necesariamente efectiva en otro; de hecho, puede incluso actuar como un acelerador. Ninguna regla general se aplica y cada caso debe considerarse por separado. Se ha sabido durante muchos años que las diferentes heterogeneidades o inclusiones pueden estimular las transformaciones de fase (mediante la reducción de las energías de formación), principalmente la condensación y Cristalización. La nucleación en los sistemas heterogéneos se produce normalmente en sobresaturaciones más bajas en comparación con la nucleación homogénea.

Muchos casos reportados de nucleación espontánea (homogéneo) se encuentran en un examen cuidadoso debido a que inducida de alguna manera. De hecho, en general se acepta que la nucleación homogénea no es un evento común. Por ejemplo, un sistema de sobre-enfriado puede ser 'sembrado' por la presencia de polvo atmosférico que puede contener partículas de 'activos' (heteronúcleos) sin saberlo. Las soluciones acuosas como normalmente se preparan en el laboratorio puede contener $> 10^6$ partículas sólidas por cm^3 de tamaños $< 1 \mu\text{m}$; algún tipo de filtración adecuada puede reducir el número de esta partículas.

Las superficies promueven la nucleación, debido a la humedad, ángulos de contacto superiores a cero entre fases facilitan partículas para nuclear. La energía libre necesaria para la nucleación heterogénea es igual al producto de la nucleación homogénea y una función del ángulo de contacto entre el depósito cristalino y la superficie sólida externa (θ) como se muestra en la ecuación 2.1

$$\Delta G_{\text{heterogénea}} = \Delta G_{\text{homogénea}} \times f(\theta)$$

En donde $f(\theta)$ se representa por la ecuación 2.2.

$$f(\theta) = \frac{2 - 3\cos\theta + 3\cos^3\theta}{4}$$

Dadas la ecuaciones 2.1 y 2.2, existen tres casos que se pueden tomar como objeto de estudio. Para el caso de no afinidad completa entre el sólido cristalino y la superficie sólida exterior (correspondiente a los sistemas sólido-líquido sin humedad), $\theta=180^\circ$, es decir la energía libre total de la nucleación heterogénea es la misma que la requerida para la nucleación homogénea. Para el caso de afinidad parcial (humedad parcial de un sólido con un líquido) $0 < \theta < 180^\circ$, y la ecuación 2.2 se aplica, lo que indica que la nucleación es más fácil de lograr debido a que el exceso global de la energía libre necesaria es menor que para la nucleación homogénea. Para el caso de completa afinidad (humedad completa) $\theta=0$, y por lo tanto, la energía libre de la nucleación es equivalente a cero; este caso corresponde a la siembra de una solución sobresaturada con cristales del producto cristalino requerido, es decir, no habrán núcleos formado en la solución.

Despejando $f(\theta)$ de la ecuación 2.1 tenemos:

$$f(\theta) = \frac{\Delta G_{heterogénea}}{\Delta G_{homogénea}}$$

La relación entre $f(\theta)$ (expresado en la ecuación 2.3) y el ángulo de contacto θ se observa en la figura 2.5 (Mullin, 2001), vale consignar que el autor de la imagen simbolizó la función $f(\theta)$ con la letra griega ϕ .

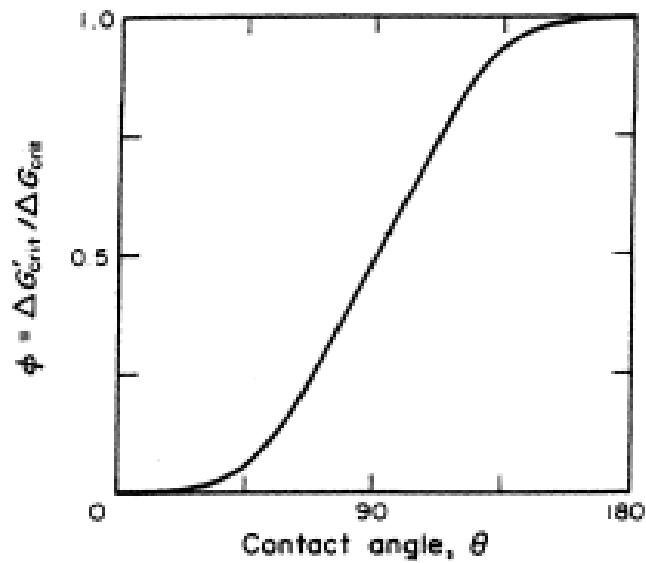


Figura 2.5.- Relación entre el ángulo de contacto y función *Fuente* (Mullin, 2001)

2.4.2 Nucleación secundaria

Una solución sobresaturada nuclea mucho más fácilmente, es decir, a una sobresaturación inferior, cuando los cristales de soluto están ya presentes o son añadidos deliberadamente. El término nucleación secundaria se utiliza para este patrón particular de comportamiento para distinguirlo de nucleación primaria (donde no hay cristales inicialmente presente).

En 1934 Ting y McCabe demostraron que las soluciones de sulfato de magnesio se nucleaban de una manera más reproducible en sobresaturaciones moderadas en presencia de cristales de siembra. Se hicieron observaciones similares en estudios con sulfato de cobre (McCabe y Stevens, 1951).

Un tipo particular de nucleación secundaria en soluciones de KBr fue interpretada por Gyulai (1948) como evidencia de una "capa de límite transicional" de unidades

parcialmente integradas que podría ser despojado de las superficies de cristal por movimiento del fluido. Este comportamiento fue demostrado por Powers (1963), quien demostró que el movimiento de la solución de un cristal de sacarosa en una solución sobresaturada, o el movimiento de la solución más allá de un cristal fijo, produjo núcleos. Sung, Estrin y Youngquist (1973) también han invocado el concepto de “cortar” un fluido en un recipiente agitado como un mecanismo para la generación de embriones (sub-núcleos) que se desarrollan en los núcleos estables cuando son barridos en regiones de alta sobresaturación.

Strick-Constable (1968) describe varios mecanismos posibles de nucleación secundaria, tales como la clase 'inicial' (polvo cristalino barrido de un cristal semilla de reciente introducción), la clase 'aguja' (desprendimiento de crecimientos cristalinos débiles), la clase 'policristalina' (la fragmentación de una masa policristalina débil) y la clase 'de colisión' (un proceso complejo que resulta de la interacción de los cristales entre sí o con partes del tanque de Cristalización).

2.4.2.1 Nucleación por contacto

Clontz y McCabe (1971) demostraron que a niveles moderados de sobresaturación. Cristales de contactos fácilmente causaron nucleación secundaria de $MgSO_4$, pero los contactos de cristal-cristal dieron hasta cinco veces más núcleos como lo hizo contactos varilla de cristal-metal. Además, las caras de crecimiento más rápido producen un menor número de núcleos que hizo las caras de crecimiento más lento, lo que indica una conexión entre nucleación secundaria y el proceso de crecimiento de cristales.

Contactos cristal-agitador son capaces de causar la nucleación secundaria en cristalizadores, aunque en realidad se golpeó sólo aquellos cristales que logran penetrar en la capa límite de fluido alrededor de la paleta de agitación. La probabilidad de un impacto de este tipo es directamente proporcional a la velocidad de rotación del agitador. La dureza relativa de los cuerpos en contacto también es un factor a considerar; un impulsor metálico da una velocidad de nucleación mucho mayor que uno revestido con un material blando como el polietileno.

2.4.2.2 Siembra

Probablemente el mejor método para inducir la Cristalización es inocular o sembrar una solución sobresaturada con pequeñas partículas del material a cristalizar. La siembra deliberada se emplea con frecuencia en la Cristalización industrial para efectuar un control del tamaño del producto y la distribución del tamaño del mismo (Geankoplis, 1998).

Los cristales de siembra no tienen necesariamente que consistir del material con que se cristalizó con el fin de ser eficaces; las sustancias isomorfas van a inducir la Cristalización con más frecuencia. Por ejemplo, los fosfatos a menudo nuclean soluciones de arseniatos; el bórax puede nuclear al sulfato de sodio decahidratado; y así.

En laboratorio y en cristalizaciones a gran escala la primera señal de nucleación a menudo aparece en una región dada del tanque, por lo general, donde hay un alto grado de sobresaturación local, por ejemplo, cerca de una superficie sobre-enfriada o en la superficie del líquido. Por otra parte, no es raro encontrar algún punto

particular en la pared del tanque o en el agitador que actúe como un centro de Cristalización. La explicación más razonable de este fenómeno es que las grietas y hendiduras en la superficie conservan pequeños cristales de un lote anterior, que el sistema siembra cuando se convierte en sobre-enfriado. Es posible, por supuesto, para una parte de una superficie metálica o de vidrio, estar en condiciones para actuar como un catalizador en la nucleación.

Hay varias razones por las que el tamaño de los cristales de siembra pueden ser influyentes en la nucleación secundaria. Por ejemplo, las semillas grandes generan más núcleos secundarios en los sistemas agitados, a diferencia de las pequeñas semillas, debido a sus mayores probabilidades de contacto y a sus energías de colisión. En varias investigaciones se observó nucleación secundaria que se produce en una serie de impulsos, sobre todo durante el período latente, cuando las soluciones se sembraron en un tanque agitado. La tasa de nucleación secundaria disminuyó con un aumento en el tamaño de la semilla o en el número de semillas de un tamaño dado.

2.5 Crecimiento de cristales

Al momento en que los núcleos son estables, es decir, cuando las partículas de un tamaño mayor que el crítico han sido formadas en un sistema sobresaturado o sobre-enfriado, comienzan a crecer en cristales de tamaños visibles.

Las teorías de energía superficial se basan en la postulación que la forma que un cristal asume en crecimiento es la que tiene una energía superficial mínima. Este enfoque, aunque no se ha descartado completamente, se ha reducido en gran medida debido a su desuso. (Mullin, 2001)

Las teorías de difusión suponen que la materia es depositada continuamente sobre una cara del cristal a una velocidad proporcional a la diferencia de concentración entre el punto de deposición y el amontonamiento de la solución. El análisis matemático de la operación es similar al utilizado para otros procesos de transferencia de difusión y masa. La sugerencia de Volmer (1939) que el crecimiento de cristales es un proceso interacción, que tiene lugar por adsorción, capa por capa, en la superficie del cristal, condujo a las teorías de adsorción de la capa.

2.6 Generalidades sobre la Cristalización

2.6.1 Pureza del producto

Si un cristal se produce en la región del diagrama de fase en la que una composición de un solo cristal precipita, el propio cristal será normalmente puro siempre que se crezca a velocidades relativamente bajas y condiciones constantes (Geankoplis, 1998).

Con muchos productos estas purzas se acercan a un valor de alrededor de 99,5 a 99,8 por ciento. La diferencia entre esto y una pureza del 100 por ciento es generalmente el resultado de pequeños focos de licor madre llamada oclusiones atrapadas dentro del cristal. Aunque con frecuencia son lo suficientemente grandes como para ser vistas con un microscopio ordinario, estas oclusiones pueden ser sub-microscópicas y representan dislocaciones dentro de la estructura del cristal. Pueden ser causadas desgaste o rotura durante el proceso de crecimiento o por

planos de deslizamiento dentro de la estructura de cristal causada por la interferencia entre las dislocaciones de tipo tornillo y el resto de las caras del cristal.

Para aumentar la pureza del cristal más allá del punto donde normalmente se espera que tales oclusiones (aproximadamente 0,1 a 0,5 por ciento en volumen), en general, es necesario reducir las impurezas en el mismo licor madre a un nivel aceptablemente bajo de manera que el licor madre contenido dentro de estas oclusiones no contenga suficientes impurezas para el producto final. Normalmente es necesario recrystalizar el material de una solución que es relativamente puro para superar este tipo de problema. (Perry, 1999)

Además de las impurezas dentro de la estructura cristalina en sí, hay normalmente una película adherente de líquido madre que queda en la superficie del cristal después de la separación en una centrífuga o en un filtro. Típicamente una centrífuga puede dejar aproximadamente 2 a 10 por ciento del peso de los cristales como licor madre adherido en la superficie. Esto varía mucho con el tamaño y la forma o el hábito de los cristales. Los cristales grandes y uniformes precipitados a partir de licores madre de baja viscosidad conservarán un mínimo remanente del licor, mientras que los cristales no uniformes o pequeños precipitados de soluciones viscosas conservarán una proporción considerablemente mayor. Conceptos similares se aplican a la filtración de los cristales, aunque por lo general las cantidades de licor madre que se adhieren a los cristales son considerablemente más grandes.

2.6.2 Efecto de las impurezas

La presencia de impurezas en un sistema puede afectar el comportamiento de la nucleación muy considerablemente. Durante mucho tiempo se ha conocido, que la presencia de pequeñas cantidades de sustancias coloidales, como la gelatina,

puede suprimir la nucleación en solución acuosa, y ciertos agentes de superficie también ejercen un fuerte efecto inhibitor. Las trazas de iones extraños, especialmente Cr^{3+} y Fe^{3+} , pueden tener una acción similar sobre las sales inorgánicas. No sería prudente intentar una explicación general del fenómeno de la supresión de la nucleación por las impurezas añadidas con tan poca evidencia cuantitativa disponible todavía, pero ciertos patrones de comportamiento están comenzando a surgir.

Por ejemplo, cuanto mayor es la carga del catión, más potente es el efecto inhibitor, por ejemplo $\text{Cr}^{3+} > \text{Fe}^{3+} > \text{Al}^{3+} > \text{Ni}^{2+} > \text{Na}^+$. Además, a menudo parece existir una concentración inicial de impureza por encima de la cual el efecto inhibitor puede disminuir.

Algunas impurezas pueden reprimir el crecimiento de cristales por completo, mientras que otras pueden influenciar un efecto altamente selectivo, actuando sólo en ciertas caras cristalográficas. Algunas impurezas pueden ejercer influencia en concentraciones muy bajas, menores a 1 parte por millón, en tanto que otras tienen que estar presentes en cantidades bastante grandes antes de tener cualquier efecto.

Sustancias que no sean afines al material que está siendo cristalizado pueden considerarse impurezas, por lo cual incluso el solvente en el que se cultivan los cristales es estrictamente una impureza. Las impurezas pueden influir en las tasas de crecimiento de cristales en una variedad de maneras. Pueden cambiar las propiedades de la solución (estructural o de otra manera) o la concentración de saturación de equilibrio y por lo tanto la sobresaturación. Se pueden alterar las

características de la capa de adsorción en la interfase cristal-solución e influir en la integración de las unidades de crecimiento. Pueden ser formadas en el cristal, sobre todo si hay un cierto grado de similitud de enrejado.

Hay un comportamiento interesante que ocurre a menudo en la presencia de impurezas, que es la tasa de crecimiento de histéresis, donde un cristal que se encuentra en crecimiento en una solución de alta sobresaturación puede continuar creciendo, a tasas apropiadamente reducidas, hasta una sobresaturación baja, siempre y cuando, la sobresaturación se reduzca continuamente desde el nivel más alto. (Perry, 1999)

Sin embargo, de manera inversa, no se produce este efecto, es decir, un cristal que ha dejado de crecer a una sobresaturación baja no es capaz de crecer incluso cuando la sobresaturación se eleva de forma continua a un nivel mucho más alto. El efecto de histéresis es una indicación del comportamiento de crecimiento en estado estacionario y se puede explicar suponiendo una lenta adsorción de impurezas en sobresaturaciones más altas.

2.6.3 Efectos del calor en el proceso

Los efectos de calor en un proceso de Cristalización se pueden calcular por dos métodos: (1) realizar un balance de calor en la que los efectos del calor individuales, tales como calores sensibles, calores latentes, y el calor de Cristalización se pueden combinar en una ecuación para calcular el calor total; o (2) un balance de entalpía en la que la entalpía total de todas las corrientes de salida se resta de la entalpía total de todas las corrientes de entrada y se iguala al calor absorbido a partir de fuentes externas por el proceso. “Para utilizar el método de balance calor, es necesario hacer un balance de masa correspondiente, ya que los efectos de calor

están relacionados con las cantidades de sólidos producidos por el calor de "Cristalización" (Perry, 1999). La ventaja del método de entalpía-concentración-diagrama es que los efectos tanto de calor como de masa se tienen en cuenta simultáneamente. Este método tiene un uso limitado debido a la dificultad en la obtención de datos entalpía-concentración. Esta información ha sido publicada para unos pocos sistemas.

Con compuestos cuya solubilidad aumenta de acuerdo a la temperatura existe una absorción de calor cuando el compuesto se disuelve. En compuestos en donde la solubilidad disminuye cuando la temperatura aumenta, hay una evolución de calor cuando se produce solución. Cuando no hay cambio en la solubilidad con la temperatura, no hay ningún efecto de calor. La curva de solubilidad será continua, siempre y cuando la sustancia sólida de una fase dada está en contacto con la solución, y cualquier cambio repentino en la pendiente de la curva será acompañado por un cambio en el calor de solución y un cambio en la fase sólida. Los calores de solución a menudo se describen como el cambio en entalpía asociada con la disolución de una gran cantidad de soluto en un exceso de disolvente puro.

En el equilibrio el calor de Cristalización es igual y de signo opuesto al calor de solución. Usar el calor de solución en una dilución infinita es igual pero de signo opuesto al calor de Cristalización y es equivalente a dejar de lado el calor de dilución. Con muchos materiales el calor de dilución es pequeño en comparación con el calor de la solución y la aproximación se justifica; sin embargo, hay excepciones.

Efectos térmicos relativamente grandes se encuentran generalmente en la Cristalización de sales hidratadas. En tales casos, el calor total liberado por este efecto puede ser una parte sustancial de los efectos totales de calor en un cristalizador de enfriamiento. En cristalizadores por evaporación el calor de Cristalización es generalmente despreciable en comparación con el calor de la vaporización del disolvente. (Perry, 1999)

2.6.4 Rendimiento del proceso

En la mayoría de los casos, el proceso de Cristalización es lento, y el licor madre final está en contacto con una superficie cristalina suficientemente grande para que la concentración de licor madre sea sustancialmente la de una solución saturada a la temperatura final en el proceso. En tales casos, es normal calcular el rendimiento de la composición de la solución inicial y la solubilidad del material a la temperatura final. Si se realiza Cristalización por evaporación, hay que tener en cuenta la cantidad de solvente removido para determinar el rendimiento final. Si se hidratan los cristales retirados de la solución, debe tenerse en cuenta de la agua de Cristalización en los cristales, ya que esta agua no está disponible para la retención del soluto en solución. El rendimiento también se ve influido en la mayoría de las plantas industriales por la eliminación de un poco de licor madre con los cristales que se separan del proceso. Típicamente, con un producto separado en una centrífuga o filtro, el licor madre adherido estaría en el intervalo de 2 a 10 por ciento del peso de los cristales (Perry, 1999).

El rendimiento real puede ser obtenido a partir de cálculos algebraicos o cálculos de ensayo y error cuando se utilizan los efectos del calor en el proceso y cualquier evaporación resultante para corregir los supuestos iniciales sobre rendimiento

calculado. Cuando los cálculos se hacen manualmente, es preferible utilizar el sistema de prueba y error, ya que permite una fácil adaptación para relativamente pequeñas desviaciones encontradas en la práctica, tales como la adición de agua de lavado y adiciones de purga de agua.

2.6.5 Precauciones experimentales

Una serie de precauciones deben ser tomadas cuando se trata de medir tasas fiables de crecimiento de cristales por métodos de medición gravimétrica y posteriores cálculos. Los cristales semilla deben ser cuidadosamente seleccionados, tanto por el tamaño y la calidad de la superficie. El área de superficie de los cristales es un dato que a menudo se requiere y es el más comúnmente calculado bajo la suposición que los cristales tienen una forma geométrica definida y caras planas. Las semillas deben tener caras que, al menos macroscópicamente, sean lisas. Los factores de volumen y forma de la superficie de las semillas y los cristales cultivados deben ser determinados de manera que cualquier cambio pueda tenerse en cuenta en otros cálculos. Por ejemplo, el factor de forma de volumen en cristales de sulfato de potasio cambia desde alrededor de 1 a 0,6 así como los cristales crecen de alrededor de 300 μm a 2 mm.

“Al final de la etapa de crecimiento, los cristales deben ser separados limpia y cualitativamente para formar el licor madre de manera que su masa seca pueda ser medida al final”. (Mullin, 2001) La filtración es seguida habitualmente por un proceso de lavado para recuperar licor madre residual. Estas operaciones deben llevarse a cabo rápidamente para minimizar cualquier posibilidad de que los cristales se sometan a cambios.

2.6.6 Importancia en la industria

Ciertos hábitos cristalinos no son de agrado en la comercialización de cristales, ya que dan a la masa cristalina mal aspecto; otros hacen al producto propenso a apelmazamiento, inducen malas características de flujo, o dan lugar a dificultades en la manipulación o embalaje del material. Para la mayoría de los propósitos comerciales generalmente se desea un hábito granular o prismático, pero hay ocasiones específicas cuando otras morfologías, tales como placas o agujas, son requeridas. En casi todo el campo de la Cristalización industrial es necesario algún tipo de procedimiento de modificación hábito para controlar el tipo de cristal producido.

Otro aspecto importante para la producción y comercialización de cristales es el tamaño máximo que puedan tener. En teoría no hay límite en cuanto al tamaño del producto cristalino, pero en general hay un límite práctico. Es común observar en la experimentación que algunos cristales normalmente no crecen más allá de un cierto tamaño en cristalizadores industriales agitados, aunque no hay una sola respuesta clara a este problema.

Algunos cristales tienen tasas bajas de crecimiento, tanto, que serían necesarios tiempos de residencia excesivos para producir cristales de gran tamaño. Por ejemplo, a un crecimiento lineal de 10^{-7} m/s, un núcleo crecería a 1 mm en poco más de 1 hora, pero a 10^{-9} m/s se requeriría alrededor de 6 días. Por supuesto, el aumento de tiempo de residencia por sí solo en un cristalizador agitado no puede influir en gran medida el tamaño del producto a causa de la inevitable aparición de nucleación secundaria, lo que aumenta en gran medida el número de cristales

producidos y, por consiguiente inhibe el desarrollo de cristales de mayor tamaño. Las tasas de crecimiento pueden aumentar mediante el aumento del nivel operativo de sobresaturación y juegan un papel dominante para el tamaño que los cristales adquirirán.

La presencia de impurezas en el sistema también puede tener un efecto significativo. Por ejemplo, la Cristalización de los sulfatos de cobre y cadmio a partir de soluciones obtenidos a partir de deposición electrolítica, a la que se ha añadido gelatina, produce cristales de no más de 1 μm , sin embargo, ambas sales fácilmente se pueden cristalizar a partir de solución acuosa normal como cristales grandes (> 1 mm).

2.7 Tipos de Cristalizadores en la Industria

El gran número de diferentes cristalizadores de soluciones industriales existentes se pueden clasificar en varias categorías generales. Términos tales como batch (por lotes) o continua, agitado o no agitado, controlada o no controlada, clasificado o no clasificado, licor circulante o magma circulante, etc., son útiles para este propósito, pero la clasificación de los cristalizadores de acuerdo al método por el cual se logra la sobresaturación de la solución que se va a cristalizar es probablemente el método más ampliamente utilizado; por lo tanto tenemos cristalizadores por enfriamiento, por evaporación, al vacío, por reacción, etc.

Muchas de estas clases son fáciles de interpretar, pero requieren una definición. Por ejemplo, el término *control* se refiere al control de sobresaturación. El término *clasificación* se refiere a la producción de un tamaño de producto seleccionado

mediante la clasificación en un lecho fluidizado de cristales. En un cristalizador de *licor circulante* los cristales permanecen en la zona de Cristalización; sólo el licor madre limpio se hace circular, por ejemplo, a través de un intercambiador de calor. En el cristalizador de *magma circulante*, los cristales y el licor madre se distribuyen juntos. En los siguientes subcapítulos se mostrarán ejemplos de equipos de Cristalización a los que las definiciones dadas en este párrafo pueden pertenecer.

2.7.1 Cristalizadores por enfriamiento

2.7.1.1 Tanques no agitados

El tipo más sencillo de cristalizador por enfriamiento; aquí, una solución caliente se carga en el recipiente abierto en el que se deja enfriar, a menudo, durante varios días y predominantemente por convección natural. Se puede suspender varillas metálicas en la solución, de esta forma cristales grandes pueden crecer en ellas y reducir la cantidad de producto que se hunde hasta el fondo del cristalizador. El producto se retira manualmente. Debido a que el enfriamiento es lento, se obtienen habitualmente grandes cristales entrelazados y la retención de licor madre es inevitable. Como resultado, los cristales secos son generalmente impuros. La naturaleza no controlada del proceso hace que los rangos de los cristales vayan desde un polvo fino a aglomerados grandes. Es un método económico para lotes pequeños.

2.7.1.2 Tanques agitados

“La instalación de un agitador en un cristalizador de tanque abierto generalmente da lugar a cristales más pequeños y uniformes y una reducción del tiempo de proceso

por lotes". (Mullin, 2001) El producto final tiende a tener una mayor pureza ya que menos cantidad de licor madre es retenida por los cristales después de la filtración y un lavado más eficiente es posible. El montaje de deflectores verticales es factible en el interior del tanque para inducir una mejor mezcla, pero deben terminar por debajo del nivel de licor para evitar excesivas incrustaciones. Por la misma razón, las camisas de agua suelen ser las preferidas por encima de serpentines para el enfriamiento ilustrado en la Figura 2.6 (Dr. T. Fischer, 2006), y, en medida de lo posible, la superficie interna del cristalizador debe ser suave y libre de grietas. Un enfriador agitado es más costoso de operar que un simple tanque cristalizador, pero tiene una productividad mucho más alta. Los costos laborales para la manipulación del producto pueden todavía ser bastante altos. El diseño de los tanques de Cristalización varía de recipientes de poca profundidad a grandes tanques cilíndricos.

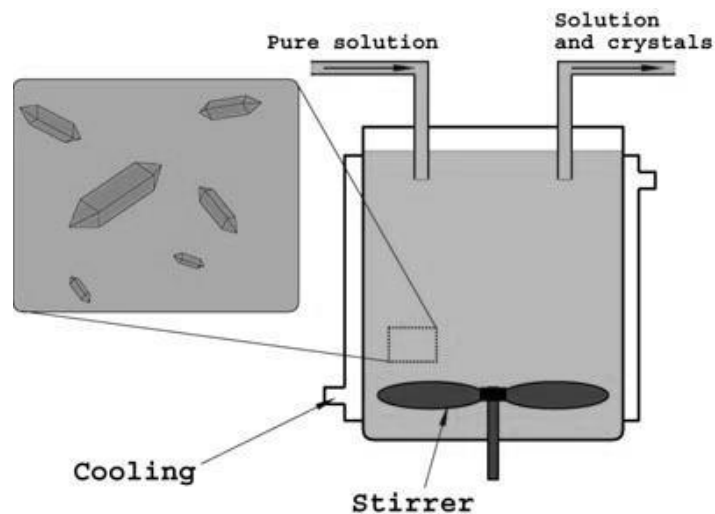


Figura 2.6.- Cristalizador simple con agitador. Fuente (Dr. T. Fischer, 2006)

2.7.1.3 Cristalizadores Swensson- Walker

En este cristalizador, la sobresaturación de la solución se lleva a cabo por enfriamiento. Consiste de un canal que rodea al equipo y en el que una camisa de refrigeración que está presente. En esta solución el agua fría se mueve en direcciones opuestas. Contiene de una cubeta abierta, que es amplia y como se mencionó, una camisa de agua soldada a la parte exterior de la cubeta. También contiene un agitador de espiral de baja velocidad configurar lo más cerca posible a la parte inferior de la cubeta su rotación ayudará a evitar la deposición de cristales en las paredes. Un número de unidades se pueden unir entre sí para dar una mayor capacidad.

La solución concentrada caliente a ser cristalizada se alimenta en un extremo de la cubeta y el agua de refrigeración fluye normalmente a través de la chaqueta en contracorriente a la solución. Con el fin de controlar el tamaño de cristal, a veces es deseable introducir una cantidad extra de agua en ciertas secciones de la chaqueta.

Los cristales crecen mientras están suspendidos libremente en el líquido y por lo tanto son de tamaño uniforme y libre de inclusiones. Al final del cristalizador puede existir una puerta de rebose donde los cristales y el licor madre se rebose a una caja de drenaje desde la que se devuelve el licor madre con el proceso y los cristales húmedos se alimentan a una centrífuga para eliminar este licor.

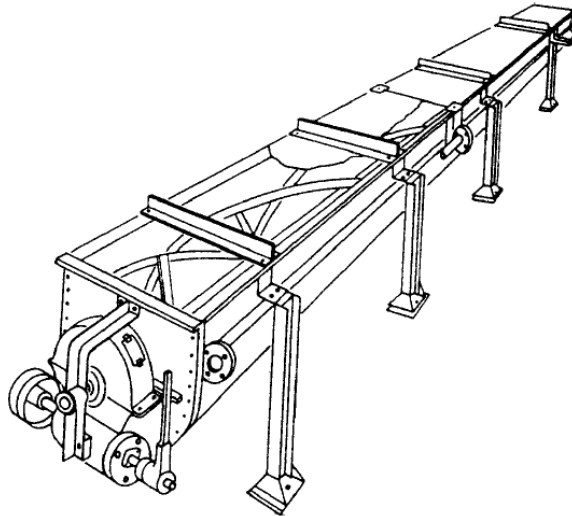


Figura 2.7.- Cristalizador Swenson-Walker. *Fuente* (Mullin, 2001)

2.7.1.4 Cristalizadores Wulff-Bock

Tiene características similares a los cristalizadores Swenson-Walker y da cristales más uniformes. Se compone de un conjunto canal poco profundo inclinado y montado en rodillos de modo que pueda ser sacudido de lado a lado. La lenta velocidad de enfriamiento de este cristalizador resulta en una baja capacidad de Cristalización pero da cristales uniformes.

Una de las ventajas de este tipo de cristalizador es la completa ausencia de partes en movimiento y la zona de Cristalización. Varias unidades pueden unirse entre sí y se han instalado conjuntos de hasta 30 metros de longitud total. No se emplea enfriamiento externo; se pierde calor por convección natural a la atmósfera.

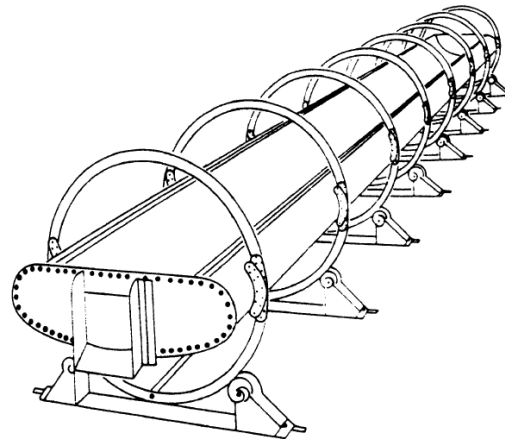


Figura 2.8.- Cristalizador Wulff-Bock.
Fuente (Mullin, 2001)

2.7.1.5 Cristalizadores Oslo-Kristal

No mucho después de la Primera Guerra Mundial se llevó a cabo una serie de investigaciones en Noruega sobre un problema asociado con la continua producción de cristales largos y uniformes, en particular de cloruro de sodio. Estas investigaciones llevaron al descubrimiento de un método para mantener una suspensión estable de cristales dentro de la zona de crecimiento del cristalizador.

Todas las unidades Oslo consisten de una solución concentrada, que circula continuamente en el cristalizador, esta solución se sobresatura en un lado del equipo, y llega a otro lado del equipo con esta sobresaturación para ser liberada en una masa de cristales en crecimiento. Estos equipos pertenecen a la serie de cristales con licor circulante. Al igual que los otros cristalizadores por enfriamiento, esta unidad solo puede ser usada con la ventaja que el soluto muestra una considerable reducción en la solubilidad con el decremento de temperatura.

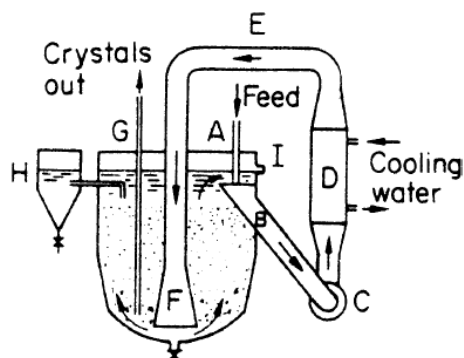


Figura 2.9.- Cristalizador Oslo Kristal.
Fuente (Mullin, 2001)

2.7.1.6 Cristalizador por enfriamiento en contacto directo

Según indica (Perry, 1999) “para algunas aplicaciones, tales como la congelación de hielo de agua de mar, es necesario ir a temperaturas tan bajas que el enfriamiento por el uso de los refrigerantes es la única solución económica”. En tales sistemas a veces es poco práctico emplear un equipo enfriado por su superficie debido a que la diferencia de temperatura permisible es muy pequeña (menos de 3 °C) que la superficie de intercambio de calor se hace excesiva, o porque la viscosidad es tan alta que la energía mecánica por parte del sistema de circulación requiere una tasa de eliminación de calor superior a la que puede obtenerse con diferencias de temperatura razonables. En dichos sistemas, es conveniente mezclar el refrigerante con la suspensión que se enfrió en el cristalizador, como se muestra en la Figura 2.10, de modo que el calor de vaporización del refrigerante enfría la suspensión por contacto directo.

La aplicación con éxito de este tipo de sistemas requiere que el refrigerante sea relativamente inmisible con el licor madre y sea capaz de la separación, compresión, condensación y posterior reciclaje en el

sistema de Cristalización. Las presiones y temperaturas de funcionamiento elegidas tienen una gran incidencia en el consumo de energía. (Perry, 1999)

Esta técnica ha tenido mucho éxito en la reducción de los problemas asociados con la acumulación de sólidos sobre una superficie de enfriamiento. El uso del enfriamiento por contacto directo también reduce los requisitos generales de proceso con la energía, ya que en un proceso de refrigeración que implica dos fluidos se requiere una mayor diferencia de temperatura sobre una base global cuando el refrigerante debe enfriarse primero alguna solución intermedia, tal como salmuera de cloruro de calcio, y que la solución a su vez enfríe el licor madre en el cristalizador. Un equipo de este tipo se ha operado con éxito a temperaturas tan bajas como -59°C (-75°F).

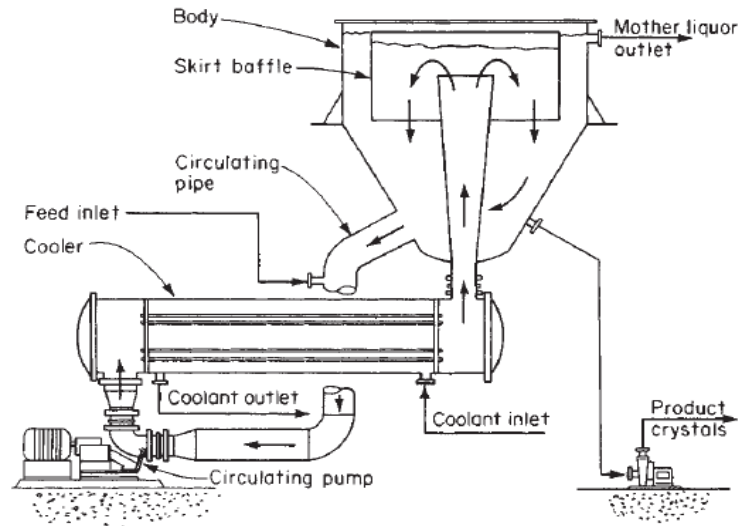


Figura 2.10.- Cristalizador por enfriamiento de contacto directo. Fuente (Perry, 1999)

2.7.2 Cristalizadores por evaporación

Cuando la solubilidad de un soluto en un solvente no decrece por efecto de la reducción de la temperatura, la sobresaturación de la solución puede ser alcanzada mediante la remoción de cierta cantidad de solvente. Existen algunas técnicas de evaporación para lograr este propósito.

2.7.2.1 Cristalizadores por evaporación mediante vapor calentado

La mayoría de unidades de evaporación son alimentadas con vapor de agua caliente y contienen un cuerpo evaporador que en para este tipo de cristalizadores en un tubo corto dispuesto de forma vertical en el cual el vapor se condensa hacia afuera de los tubos. Una caja de vapor o una calandria con un tubo bajante ubicado en su parte central permite que el magma circule a través de los tubos; durante la operación la parte superior de los tubos está cubierta de licor madre. Para incrementar la velocidad de transferencia de calor, en especial para soluciones viscosas, una circulación forzada de licor madre puede ser efectuada instalando un impulsor en el tubo bajante.

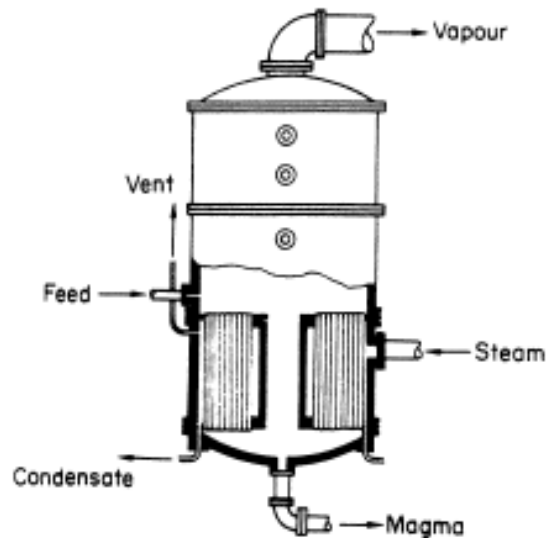


Figura 2.11.- Cristalizador por evaporación mediante vapor calentado.
Fuente (Mullin, 2001)

2.7.2.2 Cristalizadores por evaporación mediante circulación forzada

Este cristalizador se muestra en la Figura 2.12. La solución que sale del tanque se bombea a través de una tubería de circulación y a través de un intercambiador de calor de tubo y carcasa, donde su temperatura aumenta en alrededor de 2-6 ° C (3-10 ° F). Dado que este calentamiento se realiza sin la vaporización, los materiales de solubilidad normal no deben producir depósito alguno sobre los tubos. La solución se calienta, devuelta al tanque por una línea de recirculación, se mezcla con la suspensión de partículas de la solución y eleva su temperatura localmente cerca del punto de entrada, lo que provoca la ebullición en la superficie del líquido.

Durante el consiguiente enfriamiento y evaporación para alcanzar el equilibrio entre el líquido y el vapor, la sobresaturación que se crea hace que existan depósitos de cristales suspendidos en el cuerpo giratorio hasta que salgan de nuevo a través de

la tubería de circulación. La cantidad y la velocidad de la recirculación, el tamaño del cuerpo, y el tipo y la velocidad de la bomba de circulación son elementos críticos de diseño si los resultados previsibles son a alcanzar.

Si el cristizador no es del tipo de evaporación pero se basa sólo en la refrigeración por evaporación adiabática para lograr el rendimiento, se omite el elemento de calentamiento. “La alimentación es admitida en la línea de circulación después de la retirada de la suspensión, en un punto suficientemente por debajo de la superficie libre de líquido para evitar parpadear durante el proceso de mezcla”. (Perry, 1999)

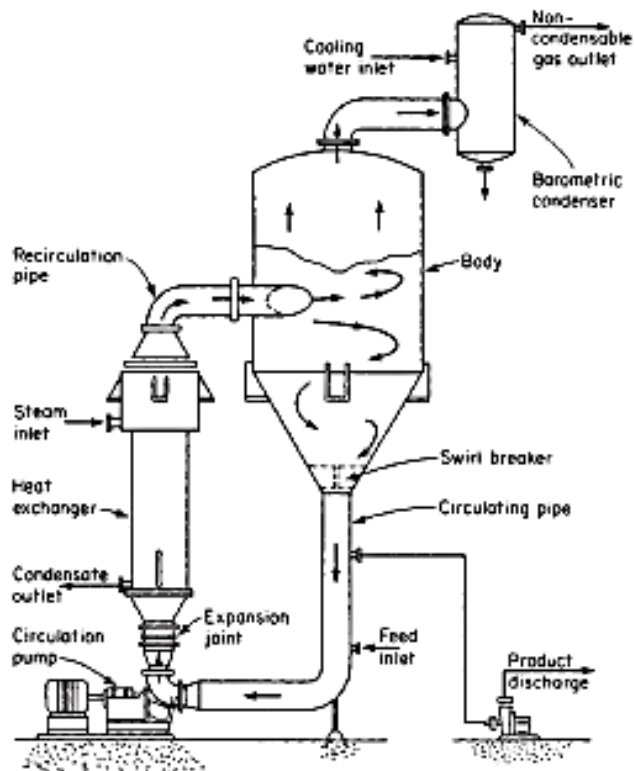


Figura 2.12.- Cristizador por evaporación mediante circulación forzada.

Fuente (Perry, 1999)

2.7.2.3 Cristalizador Oslo-Kristal por evaporación

En este tipo de cristalizador (Figura 2.13), la solución sale de la cámara de vaporización "B" está sobresaturada ligeramente dentro de la zona meta-estable de modo que no se formen nuevos núcleos. El licor en contacto con la cama "E" alivia su sobresaturación sobre los cristales en crecimiento y sale a través de la tubería de circulación "F". En una Cristalización del tipo de enfriamiento la alimentación caliente se introduce a "G", y los licores mixtos chispean cuando llega a la cámara de vaporización "A". Si se requiere más evaporación para producir la fuerza motriz, un intercambiador de calor se instala entre la bomba de circulación y el cambiador de vaporización para suministrar el calor para la tasa requerida de vaporización. La transferencia de licor sobresaturado desde el vaporizador a menudo causa la acumulación de sales en la tubería y la reducción del ciclo de funcionamiento en los equipos de este tipo. La velocidad de acumulación se puede reducir mediante la circulación de una suspensión fina de sólidos a través de la cámara de vaporización; sin embargo, la presencia de cristales pequeños de siembra tiende a robar la sobresaturación desarrollada en el vaporizador, lo que reduce la eficiencia del sistema de recirculación. (Perry, 1999)

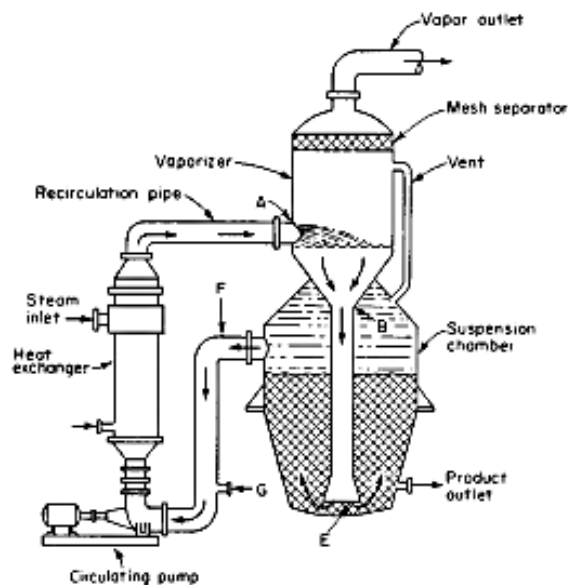


Figura 2.13.- Cristalizador Oslo-Kristal por evaporación Fuente (Perry, 1999)

2.7.3 Cristalizadores de vacío

El término “vacío” para cristalizadores se puede interpretar de muchas formas; todo cristalizador que es operado bajo presiones reducidas podría denominarse “de vacío”.

Estos equipos pueden ser operados por lotes o continuamente. Por lotes, el tanque de alimentación se carga hasta un nivel determinado con solución concentrada y caliente. A medida que la presión en el tanque se reduce, la solución empieza a entrar en ebullición y se enfría hasta que el equipo llega a su límite de condensación. Para incrementar la capacidad del condensador, y de este modo incrementar el rendimiento de los cristales, el vapor que sale del tanque puede ser comprimido antes de la condensación utilizando chorros de vapor.

2.7.3.1 Cristalizador DTB

Debido a que la circulación mecánica influye en gran medida en el nivel de nucleación dentro del cristalizador, una serie de diseños se han desarrollado utilizando bombas de circulación situadas dentro del cuerpo del cristalizador, reduciendo de ese modo el cabezal contra el que debe bombear el circulador. Esta técnica reduce la velocidad de la punta de entrada de potencia y de circulación y, por tanto, la velocidad de nucleación.

Un ejemplo típico es el evaporador-cristalizador de tubo de circulación con deflectores (DTB). La suspensión de cristales de producto es mantenida por una hélice grande, de movimiento lento, rodeada por un tubo de circulación dentro del cuerpo. La hélice dirige la suspensión a la superficie del líquido a fin de evitar que los sólidos cortocircuiten la zona de más intensa sobresaturación. El licor madre en suspensión que ha sido enfriado se devuelve a la parte inferior del recipiente y se recircula a través de la hélice. En la hélice, la solución calentada se mezcla con la suspensión de recirculación.

El diseño de la figura 2.14 contiene una característica de destrucción de partículas finas que comprende la zona de decantación que rodea el cuerpo de cristalizador, la bomba de circulación, y el elemento de calentamiento. El elemento de calentamiento suministra calor suficiente para satisfacer los requisitos de evaporación y para elevar la temperatura de la solución retirada del decantador a fin de destruir cualquiera de las pequeñas partículas cristalinas retiradas.

Los cristales gruesos se separan de los finos en la zona de decantación por sedimentación gravitacional, y por lo tanto esta característica de

destrucción de finos sólo es aplicable a los sistemas en los que existe una diferencia de densidad sustancial entre los cristales y el licor madre.
(Perry, 1999)

Este tipo de equipo se puede utilizar también para aplicaciones en las que el único calor eliminado es el requerido para el enfriamiento adiabático de la solución de alimentación entrante. Cuando se hace esto y la característica de destrucción de finos se va a emplear, una corriente de líquido debe ser retirada de la zona de decantación del cristalizador y los cristales finos se deben separar o ser destruidos por algunos medios distintos de la adición de calor, por ejemplo, ya sea dilución o espesamiento y separación física.

En algunas aplicaciones de Cristalización es deseable aumentar el contenido de sólidos de la suspensión dentro del cuerpo por encima de la consistencia natural, que es el desarrollado por el equilibrio de enfriamiento de la solución de alimentación de entrada a la temperatura final. Esto se puede hacer mediante el retiro de una corriente de licor madre de la zona deflectora, espesando así la suspensión dentro de la zona creciente del cristalizador.

“Este licor madre también está disponible para la eliminación de cristales finos para el control de tamaño del producto”. (Perry, 1999)

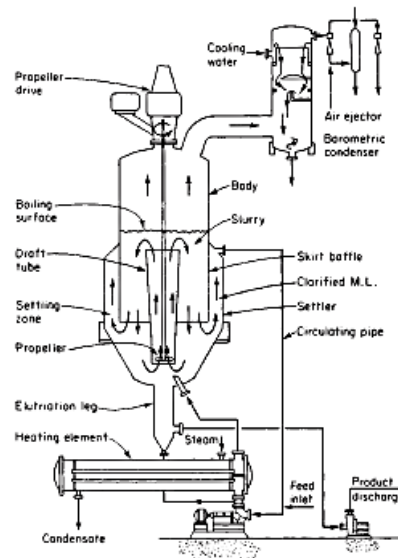


Figura 2.14.- Cristalizador DTB. *Fuente* (Perry, 1999)

2.7.3.2 Cristalizador DT

El cristalizador DT (Tubo de circulación) se puede emplear en sistemas en los que no se necesita o se desea la destrucción de finos. En dichos casos se omite el deflector, y la bomba de circulación interna está dimensionada para tener la influencia de nucleación mínimo en la suspensión.

En cristalizadores DTB y DT la velocidad de circulación lograda es generalmente mucho mayor que la disponible en un cristalizador de circulación forzada. Por consiguiente, el equipo encuentra aplicación cuando es necesario hacer circular grandes cantidades de suspensión para minimizar los niveles de sobresaturación dentro del equipo.

En general, se requiere este enfoque para obtener largos ciclos de funcionamiento con material capaz de crecer sobre las paredes del cristalizador. Los diseños del

tubo de circulación y del tubo de circulación con deflectores se utilizan comúnmente en la producción de materiales granulares tales como sulfato de amonio, cloruro de potasio, y otros cristales inorgánicos y orgánicos.

CAPITULO III

DISEÑO DEL EQUIPO

3.1 Tipo de cristalizador elegido

El tipo de cristalizador que se eligió para este proyecto fue un cristalizador tipo batch con agitación enfriado mediante una camisa de agua.

Como se describe en la Sección 2.7.1.2 un cristalizador de este tipo “da lugar a cristales más pequeños y uniformes y una reducción del tiempo de proceso por lotes” (Mullin, 2001). Este sistema se eligió debido a la facilidad de su funcionamiento y construcción respecto a otros cristalizadores, que utilizan más equipamiento y requieren más suministros (Ver Sección 2.7). Además se eligió un sistema de enfriamiento de camisa de agua por encima de un serpentín debido a que al momento de la nucleación y crecimiento de cristales habrían más pérdidas por incrustaciones de estos cristales en el tubo de serpentín, por otro lado, una camisa de agua externa nos da una mayor área de transferencia de calor y permite que la temperatura de la solución baje más rápidamente.

Una desventaja de este equipo es la limitación que se tiene al momento de cristalizar una sustancia ya que no se pueden cristalizar la mayoría de tipos de sales, esto se define con más detalle en la sección 3.7. También existe una falta de control sobre la temperatura de la solución su flujo de alimentación al tanque agitado, debido a que este equipo se opera manualmente.

3.2 Dimensiones del equipo

Las dimensiones del equipo fueron estimadas tomando en cuenta un volumen del equipo de 100 litros, con esa capacidad se realizaron los cálculos de área y volumen del tanque.

En el equipo a construir es necesario que su base sea de forma cónica, de esta manera aseguramos que todo el contenido del tanque salga. Para la construcción del equipo se utilizó tubos de acero al carbón cuyas dimensiones se disponen en el siguiente cuadro.

	Diámetro interior (in)	Diámetro interior (cm)	Radio interior (cm)	Espesor (mm)
Tanque	16	40.64	20.32	8
Camisa	20	50.8	25.4	8

Tabla 3.1.- Dimensiones de tanques interno y externo del equipo de cristalización

Para la salida del lote del equipo se consideró una salida de 3 pulgadas (7.62 cm), de esta forma la descarga del equipo sería de manera rápida y sin dificultad.

En primer lugar se dimensionó la base del tanque, de tal manera que la inclinación de las paredes del tanque tenga el suficiente ángulo de inclinación para que el equipo no tenga espacios muertos y que los cristales que se depositen las paredes de la base sean mínimos al momento de descargar el equipo.

La base del equipo tendrá la forma de un cono truncado invertido, teniendo en cuenta la forma geométrica de la base, con la ayuda de las formulas pertinentes se procederá a calcular el volumen de la misma en el capítulo 4.

3.3 Material de construcción

El equipo de Cristalización descrito en este proyecto, al igual que todas sus partes, fue construido con acero al carbono AISI 1045. Se eligió este material por sobre el acero inoxidable por cuestión de costos y porque además varios ingenios azucareros trabajan con este tipo de metal.

Está compuesto por carbono en un 0,55%. Tiene buen comportamiento con fluidos viscosos y agua alcanzando una resistencia de 100 kg/mm² y una dureza de 275-300 HB.

3.4 Partes del equipo y sus funciones

A continuación se detallan todas y cada una de las partes que componen la estructura del cristalizador que está ilustrado en la figura 3.1 (Ver Sección 3.4).

3.4.1 Motor

El motor en el cristalizador es el que da la fuerza y el movimiento al agitador para efectuar la agitación mecánica del equipo. El equipo consta de un motor de 0.5 HP, 550 RPM a 110 V.

3.4.2 Agitador

Es la parte encargada de dar movimiento al fluido, impulsada por el motor. Los agitadores tienen diversas formas, tamaño, ángulos de inclinación, etc.

El equipo consta de un agitador de 4 palas planas de 2 pulgadas de diámetro en un en 2 grupos como se plasma en el diagrama del equipo. Las palas planas producen un flujo radial, es decir que generan corrientes en dirección radial tangencial.

Si la velocidad de flujo es muy elevada se forma un remolino, que no beneficia a la mezcla, dando no tan buena mezcla, pero si ayuda a la transferencia de calor, porque nos ayuda a mantener en movimiento el fluido, ayudando a la convección. Pero si se quiere evitar los remolinos se pueden poner deflectores o no poner de forma céntrica el agitador.

3.4.3 Tanque interno

Es aquí donde se llevara a cabo la Cristalización, en donde se deposita la carga, se la enfría y luego se la descarga. Se debe llenar el tanque interno sin sobrepasar la altura de la chaqueta. Sus dimensiones son 16 pulgadas de diámetro interior con un espesor de 8 mm. El tanque interno dispone de una salida de 3 pulgadas.

3.4.4 Chaqueta

Es por donde pasa el fluido de enfriamiento, que para el cristizador agua que proviene de la torre de enfriamiento.

Sus dimensiones son 20 pulgadas de diámetro interior con un espesor de 8 mm. La chaqueta dispone de una entrada y salida de 1 ½ pulgadas. Ayuda a enfriar de forma eficaz el contenido del tanque interior, provocando la variación de la concentración, debido a que es dependiente de la temperatura.

3.4.5 Válvula de entrada de agua a la chaqueta

Es la válvula que regula el flujo de agua que proviene de la torre de enfriamiento. El equipo dispone de una válvula de bola de $\frac{3}{4}$ pulgada.

3.4.6 Válvula de salida de agua a la chaqueta

Es la válvula que regula el flujo de agua que sale de la chaqueta y se dirige a la torre de enfriamiento. El equipo dispone de una válvula de bola de 1 $\frac{1}{2}$ pulgadas.

3.4.7 Válvula de la toma de muestras

Es a válvula por donde se toman las muestras para la medición de los °Brix y observar el cómo aparecen los cristales conforme disminuye la temperatura. El equipo dispone de una válvula de bola de $\frac{1}{2}$ pulgada.

3.4.8 Válvula de salida del tanque interior

Es la válvula que regula la descarga del contenido del tanque interior. El equipo dispone de una válvula de compuerta de 3 pulgadas.

3.4.9 Termómetro

Es el instrumento por el cual se lee la temperatura del contenido del tanque interno. El equipo dispone un termómetro con un rango de temperatura desde 0 hasta 110 °C y en escala Fahrenheit también.

3.4.10 Soportes

Son los que soportan el peso del equipo, los que mantienen en pie el equipo.

Están soldadas en la chaqueta, son tubos cuadrados de 1 ½ pulgadas de 2 mm de espesor.

El equipo dispone de 4 soportes dispuestos en la circunferencia del tanque, además tienen soldadas una platinas entre cada soporte para prevenir que los soportes se abran y el equipo se caiga.

3.5 Diagrama de la unidad de Cristalización

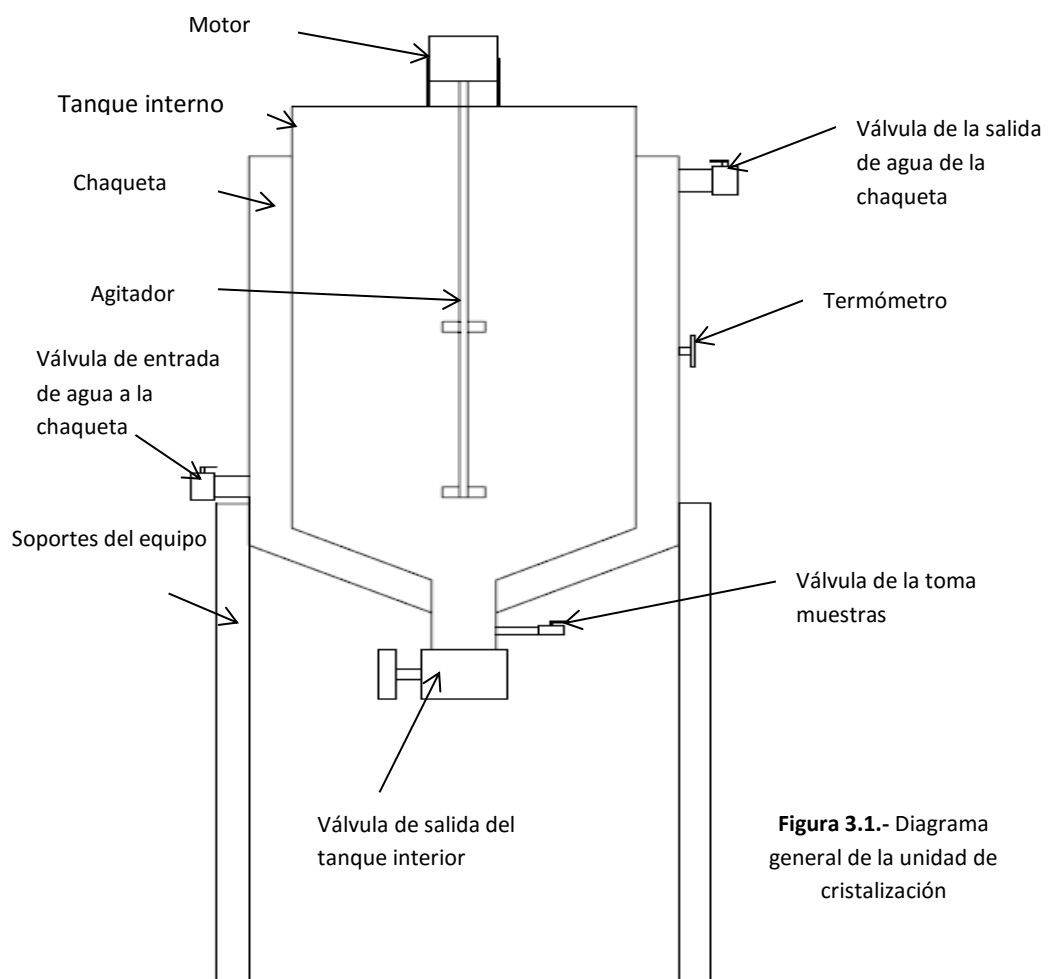


Figura 3.1.- Diagrama general de la unidad de cristalización

3.6 Costos

Detalle	Precio
Tubos acero de carbono 16 y 20 pulgadas	Donados por Área de Mantenimiento de SODERAL
Paleta de agitación	
Motor	
Válvula $\frac{3}{4}$	
Medias de nylon	Donados por Laboratorio de Operaciones Unitarias ESPOL
Termómetro	
Codos metal (2)	
Neplos $\frac{3}{4}$	
Tubos de metal	
Mano de obra (construcción del equipo)	\$ 230.00
Platinas de acero al carbono	\$ 5.00
Soportes de acero al carbono	\$ 10.00
Válvula 3 pulgadas	\$ 91.40
Válvula 1 $\frac{1}{2}$ pulgadas	\$ 13.00
Válvula $\frac{3}{4}$ pulgada	\$ 7.50
Tubo de PVC $\frac{3}{4}$ pulgada 6 metros	\$ 11.46
Codos PVC (2)	\$ 3.40
Uniones (2)	\$ 4.30
Unión "T" PVC	\$ 1.18
Latas de pintura color almendra (4)	\$ 11.80

Latas de pintura color negro brillante (3)	\$ 8.85
Lata de pintura color verde bosque	\$ 2.25
Lata de pintura color verde olivo	\$ 2.25
Azúcar (2 sacos de 50 kg)	\$ 82.00
Sulfato de cobre (10 kg)	\$ 45.00
Goterros (2)	\$ 1.50
Balde 20 litros	\$ 12.50
Recipiente de PEAD (jarra)	\$ 3.50
Fundas tipo Ziploc	\$ 4.30
TOTAL	\$ 551.19

Tabla 3.2.- Costos de materiales en construcción de equipo de cristalización

3.7 Ubicación física y montaje del equipo

El equipo fue ubicado a pocos metros de la torre de enfriamiento y al lado de los tanques de calentamiento como se ilustra en la Figura 3.2. Esta ubicación se planificó estratégicamente para facilitar tanto el flujo de agua alimentado a la chaqueta de enfriamiento y el transporte de la sustancia a cristalizar, mucho más sabiendo que este transporte es manual y se realiza en baldes. El motor es conectado a un enchufe de corriente 110 V que se encuentra detrás del tanque de calentamiento.

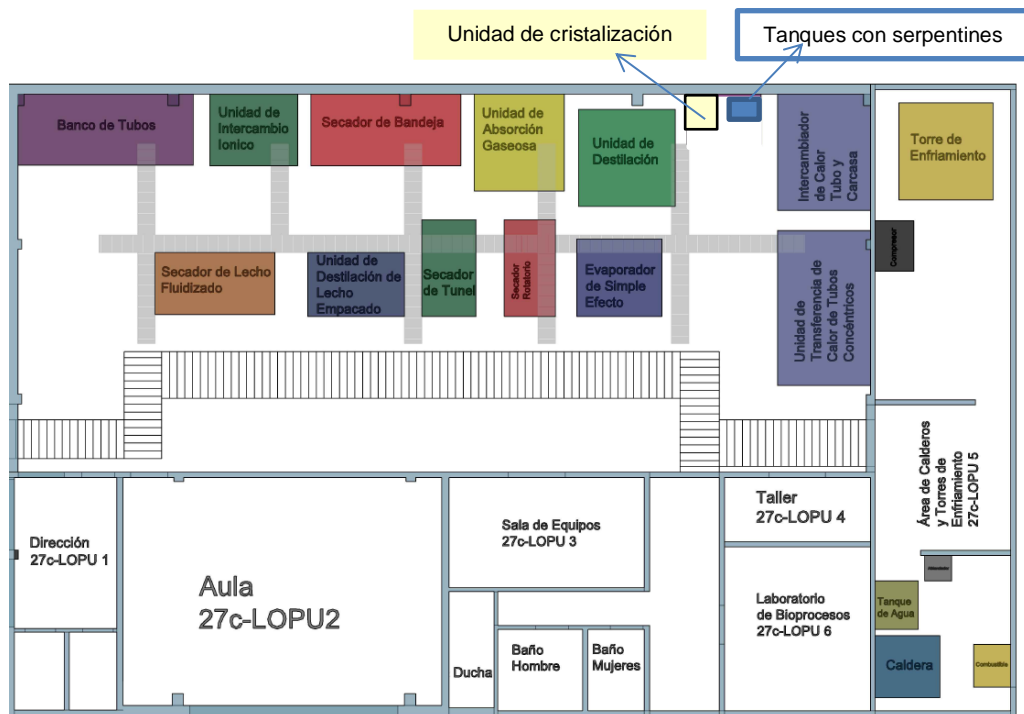


Figura 3.2.- Layout del Laboratorio de Operaciones Unitarias de la ESPOL

3.8 Sistemas de Cristalización

Para la unidad de Cristalización diseñada en este proyecto los tanques que contengan la solución a cristalizar son de acero al carbono, este tipo de metal es propenso a ser corroído por sales, en especial si estas son de tipo halógenas y ácidas (Jones, 1992). Por esta razón se tomó en consideración utilizar una sal doble como el sulfato de cobre y un disacárido como la sacarosa (formado principalmente por hidratos de carbono), debido a que estos compuestos no corroen en gran medida el acero al carbono.

3.8.1 Sulfato de cobre cristalizado

El sulfato de cobre se encuentra químicamente como sulfato de cobre I, sulfato de cobre II y sulfato de cobre pentahidratado. En cuanto a cristalizar se refiere, el sulfato de cobre pentahidratado ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) obtiene a partir de la reacción del sulfato de cobre II anhidro y agua y su posterior tratamiento en un cristizador. En los años 50 McCabe y Stevens observaron que el crecimiento de cristales de sulfato de cobre está directamente relacionado con la velocidad relativa de la solución cuando se agita en cristalizadores batch (Zumstein & Rosseau, 1989); en estudios posteriores se afirmó que la velocidad de cristalización puede aumentar si se le agrega ácido sulfúrico al tanque de cristalización.

La industria de la fibra sintética emplea este compuesto en la producción de su materia prima. La industria del metal utiliza grandes cantidades de sulfato de cobre como un electrolito en la refinación de cobre, alambre de acero para revestimiento de cobre antes del trefilado y en diversos procesos de cobreado. La industria minera ha encontrado su aplicación como un activador de la concentración por flotación por espuma de plomo, zinc, cobalto y oro minerales.

3.8.2 Azúcar (sacarosa) cristalizado

La sacarosa es altamente soluble en agua. Una solución saturada de sacarosa se encuentra en equilibrio termodinámico con la fase sólida de la sacarosa contiene apenas dos partes de sacarosa por cada parte de agua a temperatura ambiente, y aproximadamente cinco partes de sacarosa para cada parte de agua cuando se llegue a las 100 °C. Para cristalizar la sacarosa es necesario elevar su

concentración por encima del nivel de saturación y controlarla de tal forma que el proceso de Cristalización no se vea afectado (Rein, 2007).

Hay cuatro pasos que ocurren en la Cristalización a nivel industrial: generación de una fase sobresaturada, la nucleación, crecimiento de cristales y re-cristalización. Una vez que la solución o masa fundida se ha convertido en sobresaturada, no hay fuerza impulsora termodinámica para la Cristalización. Es decir, las moléculas tienden a encontrarse estado cristalino para bajar el nivel de energía del sistema. Durante la nucleación, las moléculas en el estado líquido se reorganizan y, finalmente, se forman en una agrupación estable que crea una red cristalina. La disposición ordenada de las moléculas en la red implica una liberación de calor latente como ocurre el cambio de fase. La nucleación también depende de la formulación (tipos y concentraciones de nucleación promotores o inhibidores) y en las condiciones de procesamiento (calor y las tasas de transferencia de masa). Los núcleos que forman pueden crecer al tamaño más grande sobre la base de la sobresaturación disponible en la solución. El crecimiento continúa hasta que toda la sobresaturación disponible se ha agotado y el sistema se aproxima a un equilibrio en el volumen de la fase, que depende de la temperatura y la composición del sistema. Una vez en el volumen de la fase de equilibrio se ha alcanzado, los cambios todavía pueden tener lugar en la estructura cristalina durante el almacenamiento a largo plazo. Este enfoque a un equilibrio más global se llama re-cristalización (A. Katrin Laos, 2007).

CAPITULO IV

CALCULOS Y RESULTADOS

4.1 Cálculo del volumen de la base del equipo V_b

$$V_b = \frac{1}{3} \cdot \pi \cdot h \cdot (R^2 + r^2 + R \cdot r)$$

Dónde:

h= Altura de la base del equipo en cm,

R= Radio interior del equipo en cm,

r= Radio interior de la salida del equipo en cm.

Estimando una altura de la base de 8 cm el volumen de la base del tanque se procede a obtener el volumen.

$$V_b = \frac{1}{3} \cdot \pi \cdot (8 \text{ cm}) \cdot \left([20.32 \text{ cm}]^2 + \left[\frac{7.62 \text{ cm}}{2} \right]^2 + \left[20.32 \text{ cm} \cdot \frac{7.62 \text{ cm}}{2} \right] \right) \cdot \frac{1 \text{ lt}}{1000 \text{ cm}^3}$$

$$V_b = 4.23 \text{ lt}$$

Quedando el volumen de la base del tanque con un volumen de 4.23 litros y un ángulo de inclinación de 26°.

El ángulo no tiene que ser tan elevado porque no estamos tratando con sólidos puros, sino que con una solución, por lo que requerimos un ángulo no tan elevado y que nos permita que el nada se quede dentro del fondo para que afecte a la eficiencia del equipo.

Por lo general si se quiere un flujo de salida regular, se requiere un ángulo cercano a 30°, para que la salida sea controlada y que no se pierda nada de producto por derrames.

4.2 Cálculo del volumen del cilindro del taque V_c

Teniendo en cuenta que el volumen del tanque será de unos 100 litros se sacara en primer lugar la altura del tanque.

$$V_T = V_c + V_b$$

Donde V_T es el volumen total del tanque.

Sabiendo que el volumen del tanque que se va a dimensionar es de 100 litros y que la base tiene un volumen de 4.23 litros se despeja dela ecuación el volumen de cilindro.

$$V_c = V_T - V_b$$

$$V_c = 100 \text{ lt} - 4.23 \text{ lt}$$

$$V_c = 95.77 \text{ lt}$$

Utilizando la fórmula del volumen de un cilindro se estima la altura necesaria del tanque.

$$V_c = \pi \cdot H \cdot R^2$$

Dónde:

H= Altura del cilindro del tanque en cm,

R= Radio interior del cilindro del tanque en cm.

Despejando de la ecuación anterior la altura del cilindro y reemplazando los valores que se tienen se obtiene lo siguiente.

$$H = \frac{V_c}{\pi \cdot R^2}$$

$$H = \frac{95.77 \text{ lt} \cdot \frac{1000 \text{ cm}^3}{1 \text{ lt}}}{\pi \cdot (20.32 \text{ cm})^2}$$

$$H = 73.83 \text{ cm}$$

Llevando el valor obtenido a un valor cerrado de 70 cm recalculamos el valor del volumen del cilindro.

$$V_c = \pi \cdot H \cdot R^2$$

$$V_c = \pi \cdot 70 \text{ cm} \cdot (20.32 \text{ cm})^2 \cdot \frac{1 \text{ lt}}{1000 \text{ cm}^3}$$

$$V_c = 90.80 \text{ lt}$$

Por lo tanto el volumen final del tanque será el siguiente.

$$V_T = V_c + V_b$$

$$V_T = 90.80 + 4.23 \text{ lt}$$

$$V_T = 101.52 \text{ lt}$$

Pero no todo este volumen estará cubierto por la camisa, debido a que por seguridad se debe dejar un volumen libre para cualquier rebose.

El factor de seguridad depende del diseñador, pero por lo general está por encima del 15 %.

Siendo el espaciado entre la chaqueta y el cilindro de 4.28 cm y teniendo la chaqueta una altura de 60 cm el volumen con chaqueta del tanque (V_{ch}) es el siguiente.

$$V_{ch} = 78.66 \text{ lt}$$

Siendo el factor de seguridad igual a 20%.

4.3 Cálculo de la potencia del motor del agitador

Para el cálculo de potencia requerida para el motor del agitador a usar es necesario primero sacar el número de Reynolds, pero no como se lo conoce normalmente se usa una modificación del número de Reynolds dada por la siguiente ecuación:

$$N'_{Re} = \frac{D_a^2 \cdot N \cdot \rho}{\mu}$$

Dónde:

D_a = diámetro del agitador (cm);

N = velocidad de rotación (rev/s);

ρ = densidad de la solución (g/cm^3);

μ = viscosidad de la solución (g/[cm·s]).

Para los cristalizadores no se requiere un Reynolds tan elevado, debido a que si la agitación es muy fuerte no favorecerá a la transferencia de masa además rompería los cristales que se irán formando.

Dada la relación del diámetro del agitador con las revoluciones del motor, se puede dejar fijo o las revoluciones del motor o el diámetro del agitador.

Para el agitador se utilizó un motor con una potencia de 0.5 HP con 500 RPM y un agitador de 4 palas planas con un D_a de 2 pulgadas.

En función de las características de este motor y las características del agitador se harán los cálculos para corroborar que el agitador es suficiente para este fluido.

Para calcular la potencia del motor, se usa gráficos donde se relacionan el número de potencia con el número de Reynolds.

El número de potencia viene dado por la siguiente ecuación:

$$N_p = \frac{P}{\rho \cdot N^3 \cdot D_a^5}$$

Dónde:

P= potencia (J/s);

ρ = densidad de la solución (Kg/m³);

N= velocidad de rotación (rev/s);

D_a = diámetro del agitador (m).

En primer lugar se calcula el número de Reynolds con los datos especificados anteriormente.

Los cálculos del agitador se realizaron en función de la solución azucarada, siendo su viscosidad de 0.474 Poise y su densidad de 1.366 g/cm³.

$$N'_{Re} = \frac{(5.08 \text{ cm})^2 \cdot 8.33 \frac{\text{rev}}{\text{s}} \cdot 1.366 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}}{0.474 \frac{\text{g}}{\text{cm} \cdot \text{s}}}$$

$$N'_{Re} = 619.64$$

Se ve que el número de Reynolds obtenido es más que suficiente, debido a que no está en un estado turbulento ni en estado laminar, en otras palabras se encuentra en un estado de transición.

Con este número de Reynolds se va a la gráfica del anexo # 1 y se obtiene el número de potencia con la línea de las palas planas dando un N_p igual a 4.

Con este N_p se despeja la potencia requerida dando la siguiente fórmula.

$$P = N_p \cdot \rho \cdot N^3 \cdot D_a^5$$

Reemplazando los valores obtenidos da como resultado:

$$P = 4 \cdot 1365.75 \frac{\text{Kg}}{\text{m}^3} \cdot \left(8.33 \frac{\text{rev}}{\text{s}}\right)^3 \cdot (0.051 \text{ m})^5 \cdot \frac{1 \text{ HP}}{745.70 \frac{\text{J}}{\text{s}}}$$

$$P = 0.00143 \text{ HP}$$

Con este cálculo se comprobó que la potencia del motor que se obtuvo con las dimensiones del agitador es suficiente para el fluido que se está cristalizando, en este caso la solución azucarada.

Debido a la altura del equipo, para asegurar la agitación del fluido hay dos grupos de 4 palas planas en el eje del agitador.

Aun con este cambio la potencia requerida varía mínimamente, siendo el motor obtenido más que suficiente para este equipo.

4.4 Cálculo del h_j

Para el cálculo del h_j se utilizara la ecuación de Chilton, Drew y Jebbens.

$$\frac{D_i h_j}{k} = 0.36 \cdot \left(\frac{L^2 N \rho}{\mu} \right)^{2/3} \cdot \left(\frac{c\mu}{k} \right)^{1/3} \cdot \left(\frac{\mu}{\mu_w} \right)^{0.14}$$

$$\phi_t = \left(\frac{\mu}{\mu_w} \right)^{0.14}$$

Donde:

h_j = coeficiente de transferencia de calor de la chaqueta (BTU/[h·ft²·°F]);

D_i = diámetro interior del tanque (ft);

k = conductividad térmica de la solución (BTU/[h·ft·°F])

L = diámetro del agitador (ft);

N = velocidad rotacional (rev/h);

ρ = densidad de la solución (lb/ft³);

μ = viscosidad de la solución (lb/[ft·h]);

μ_w = viscosidad de la solución a la temperatura de la pared (lb/[ft·h]);

c = calor específico de la solución (BTU/[lb·°F])

En la siguiente tabla se darán todos los valores de las propiedades evaluadas a la temperatura media necesarios para obtener el coeficiente de transferencia de calor de la chaqueta.

c	0.594	$\frac{BTU}{lb \cdot ^\circ F}$
μ	114.660	$\frac{lb}{ft \cdot h}$
k	0.373	$\frac{BTU}{ft \cdot ^\circ F \cdot h}$
D_i	1.333	ft
N	30000.000	$\frac{rev}{h}$
L	0.167	ft
ρ	85.277	$\frac{lb}{ft^3}$

Tabla 5.1.- Datos de la solución azucarada en función de la temperatura media de la solución.

Con estos valores se puede calcular el h_j dando como resultado:

$$\frac{h_j}{\phi_t} = 0.36 \cdot \left(\frac{L^2 N \rho}{\mu} \right)^{2/3} \cdot \left(\frac{C \mu}{k} \right)^{1/3} \cdot \frac{k}{D_i}$$

$$\frac{h_j}{\phi_t} = 0.36 \cdot \left(\frac{(0.167 \text{ ft})^2 \cdot 30000 \frac{\text{rev}}{\text{h}} \cdot 85.277 \frac{\text{lb}}{\text{ft}^3}}{114.660 \frac{\text{lb}}{\text{ft} \cdot \text{h}}} \right)^{2/3}$$

$$\cdot \left(\frac{0.594 \frac{\text{BTU}}{\text{lb} \cdot ^\circ\text{F}} \cdot 114.660 \frac{\text{lb}}{\text{ft} \cdot \text{h}}}{0.373 \frac{\text{BTU}}{\text{ft} \cdot ^\circ\text{F} \cdot \text{h}}} \right)^{1/3} \cdot \frac{0.373 \frac{\text{BTU}}{\text{ft} \cdot ^\circ\text{F} \cdot \text{h}}}{1.333 \text{ ft}}$$

$$\frac{h_j}{\phi_t} = 41.533 \frac{\text{BTU}}{\text{ft}^2 \cdot ^\circ\text{F} \cdot \text{h}}$$

Pero este valor no es el final para el coeficiente de la chaqueta, por lo que se debe obtener primero ϕ_t .

4.5 Cálculo de Q

Para el cálculo del calor que se debe remover, se lo calcula con la masa considerada en estos cálculos la cual es 50 kg.

$$Q = m \cdot c \cdot \Delta t$$

Donde:

m= masa a enfriar en el cristizador (lb);

c= calor específico de la masa (BTU/(lb·°F));

Δt = variación de la temperatura de la masa a enfriar (°F).

Ahora se procede a reemplazar os valores y calcular el calor.

$$Q = 50 \text{ kg} \cdot \frac{2.2 \text{ lb}}{1 \text{ kg}} \cdot 0.594 \frac{\text{BTU}}{\text{lb} \cdot ^\circ\text{F}} \cdot (70 - 30) \cdot 1.8^\circ\text{F}$$

$$Q = 4704.48 \text{ BTU}$$

Este calor se lo remueve en un tiempo de 50 min por lo que el flujo de calor seria el siguiente.

$$Q = \frac{4704.48 \text{ BTU}}{50 \text{ min} \cdot \frac{1 \text{ h}}{60 \text{ min}}}$$

$$Q = 5645.38 \frac{\text{BTU}}{\text{h}}$$

4.6 Calculo del tw.

Usando la ley de enfriamiento de Newton se logra sacar la temperatura en la pared del recipiente.

$$Q = h_j \cdot A \cdot (tm - tw)$$

Donde:

h_j = coeficiente de película de la chaqueta (BTU/[h·ft²·°F]);

A = Área de transferencia de calor (ft²);

t_m = temperatura media del fluido a cristalizar (°F);

t_w = temperatura de la pared del recipiente (°F).

Despejando el t_w se obtiene lo siguiente.

$$tw = tm - \frac{Q}{h_j \cdot A}$$

Reemplazando los valores da lo siguiente.

$$tw = 122 \text{ } ^\circ\text{F} - \frac{5645.38 \frac{\text{BTU}}{\text{h}}}{41.533 \frac{\text{BTU}}{\text{ft}^2 \cdot \text{ } ^\circ\text{F} \cdot \text{h}} \cdot 9.351 \text{ ft}^2}$$

$$tw = 104.46 \text{ } ^\circ\text{F}$$

4.7 Corrección del h_j .

Con la temperatura de la pared obtenida, se evalúa la viscosidad del licor enfriado a esa temperatura obteniendo un valor de 152.72 lb/(ft·h), con eso se procede a calcular el factor de corrección.

$$\phi_t = \left(\frac{114.660 \frac{\text{lb}}{\text{ft} \cdot \text{h}}}{152.72 \frac{\text{lb}}{\text{ft} \cdot \text{h}}} \right)^{0.14}$$

$$\phi_t = 0.961$$

Corrigiendo el valor del h_j queda:

$$\frac{h_j}{\phi_t} = 41.533 \frac{\text{BTU}}{\text{ft}^2 \cdot \text{ } ^\circ\text{F} \cdot \text{h}}$$

$$h_j = 41.533 \frac{\text{BTU}}{\text{ft}^2 \cdot \text{ } ^\circ\text{F} \cdot \text{h}} \cdot \phi_t$$

$$h_j = 41.533 \frac{\text{BTU}}{\text{ft}^2 \cdot \text{ } ^\circ\text{F} \cdot \text{h}} \cdot 0.961$$

$$h_j = 39.90 \frac{BTU}{ft^2 \cdot ^\circ F \cdot h}$$

4.8 Cálculo del U_D .

Usando la ley fundamental de la transferencia de calor se obtendrá el coeficiente global de diseño de transferencia de calor.

$$Q = U_D \cdot A \cdot MLDT$$

El área de transferencia de calor del equipo es 9.351 ft² y la MLDT es 29.089 °F.

La MLDT fue calculada en función de las temperaturas, para la solución 70 y 30 °C y para el agua de enfriamiento 26 y 28 °C, siendo que está en contracorriente el sistema se obtuvo el valor de la MLDT. El área de transferencia de calor del equipo es 9.351 ft² y la MLDT es 29.089 °F.

Despejando el U_D se obtiene.

$$U_D = \frac{Q}{A \cdot MLDT}$$

$$U_D = \frac{5645.38 \frac{BTU}{h}}{9.351 ft^2 \cdot 29.089 ^\circ F}$$

$$U_D = 20.75 \frac{BTU}{ft^2 \cdot ^\circ F \cdot h}$$

4.9 Cálculo del h_o .

Para el cálculo del h_o se considerara un R_d de 0.005

Por lo tanto el valor del U_c será.

$$\frac{1}{U_D} = \frac{1}{U_C} + R_d$$

$$\frac{1}{U_C} = \frac{1}{20.75 \frac{BTU}{ft^2 \cdot ^\circ F \cdot h}} - 0.005$$

$$U_C = 23.16 \frac{BTU}{ft^2 \cdot ^\circ F \cdot h}$$

De la siguiente ecuación se despejara el h_o para obtener el siguiente valor.

$$\frac{1}{U_C} = \frac{1}{h_j} + \frac{1}{h_o}$$

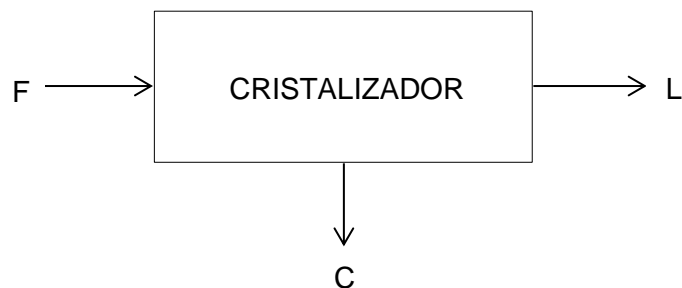
$$\frac{1}{h_o} = \frac{1}{U_C} - \frac{1}{h_j}$$

$$\frac{1}{h_o} = \frac{1}{23.16 \frac{BTU}{ft^2 \cdot ^\circ F \cdot h}} - \frac{1}{39.90 \frac{BTU}{ft^2 \cdot ^\circ F \cdot h}}$$

$$h_o = 55.19 \frac{BTU}{ft^2 \cdot ^\circ F \cdot h}$$

4.10 Pruebas de Cristalización

4.10.1 Solución azucarada (prueba 1).



Alimentación (F)= 24.25 Kg

Masa de semilla= 100 g

Concentración inicial (F)= 75.25 %

Concentración final (L)= 68.25 %

4.10.1.1 Balance de materia

Balance global del cristalizador

$$F = L + C$$

Balance parcial por H₂O

$$F(0.2475) = L(0.3175) + C(0)$$

$$L = \frac{F(0.2475)}{0.3175}$$

$$L = \frac{24.25 \text{ Kg} \cdot 0.2475}{0.3175}$$

$$L = 18.90 \text{ Kg}$$

Cristal Teórico

$$C = F - L$$

$$C = 24.25 \text{ Kg} - 18.90 \text{ Kg}$$

$$C = 5.35 \text{ Kg}$$

Cálculo del cristal real

Para obtener el cristal real se dejó en reposo el contenido del cristizador para que se separen lo más que se pueda las fases quedando como resultado lo siguiente.

- Licor madre desgastado= 7.50 Kg
- Cristales húmedos= 16.75 Kg

Se agito la masa de cristales húmedos para homogeneizar el contenido y se tomó una muestra representativa para secar y así poder obtener los cristales reales de la prueba.

Se separaron las fases de forma manual y se obtuvieron los siguientes resultados.

- Liquido separado= 40 g
- Cristal húmedo= 45 g

De esta masa de cristal húmedo se tomaron 3 muestras de 5 g cada una secar y obtener los siguiente resultados.

Muestra	Peso inicial (g)	Peso final (g)	H ₂ O removida (g)
1	5	4.33	0.67
2	5	4.32	0.68
3	5	4.34	0.66

Tabla 4.3.- Resultados de agua removida en solución azucarada en prueba 1

Hay que tener en cuenta que el agua removida pertenecía a una solución, por lo que tiene ligado una cantidad de cristales a esa masa por lo que hay que calcular el peso en de la solución que estaba mezclada con los cristales, se debe tener en cuenta que la solución que se removi6 de los cristales húmedos tendrá la misma concentración que el licor madre desgastado.

Se hará el cálculo para la primera muestra como ilustración del procedimiento a seguir.

$$\text{Solucion removida} = 0.67 \text{ g H}_2\text{O} \cdot \frac{1 \text{ g sol}}{0.3175 \text{ g H}_2\text{O}}$$

$$\text{Solucion removida} = 2.11 \text{ g sol}$$

Los resultados de las demás muestras de los mostraran en la siguiente tabla.

Muestra	Peso inicial (g)	Solución removida (g)	Cristal Seco (g)
1	5	2.11	2.89
2	5	2.14	2.86
3	5	2.08	2.92

Tabla 4.4.- Resultados finales de Cristalización en solución azucarada en prueba 1

El promedio del peso de los cristales secos es 2.89 g.

Por lo tanto el porcentaje de cristal seco en la muestra de 5 g será:

$$\% = \frac{2.89 \text{ g}}{5 \text{ g}} \cdot 100$$

$$\% = 57.80 \%$$

Con este porcentaje de cristales secos en las muestras se procederá a calcular el porcentaje de cristales seco en la alícuota tomada de la masa total de cristales húmedos.

$$\% = \frac{45 \text{ g} \cdot 0.5780}{85} \cdot 100$$

$$\% = 30.60 \%$$

Siendo este último porcentaje la cantidad de cristales secos en la masa de cristales húmedos de peso igual a 16.75 Kg y se procederá a calcular la cantidad de cristales secos total.

$$\text{Cristal seco} = 16.75 \text{ Kg} \cdot 0.3060$$

$$\text{Cristal seco} = 5.13 \text{ Kg}$$

Pero no hay que olvidar que se debe restar la cantidad de semilla agregada en la Cristalización, por lo tanto se procederá a calcular los cristales reales.

$$\text{Cristal real} = \text{Cristal seco} - \text{semilla}$$

$$\text{Cristal real} = 5.13 \text{ Kg} - 0.1 \text{ Kg}$$

$$\text{Cristal real} = 5.03 \text{ Kg}$$

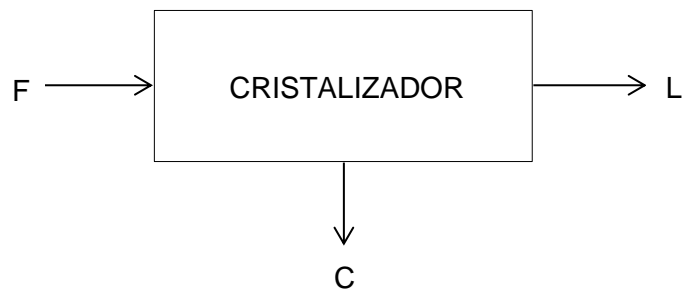
Sabiendo los cristales reales se procederá a calcular la eficiencia del cristalizador.

$$\%Eficiencia = \frac{Cristal\ real}{Cristal\ teórico} \cdot 100$$

$$\%Eficiencia = \frac{5.03\ Kg}{5.35\ Kg} \cdot 100$$

$$\%Eficiencia = 94\ \%$$

4.10.2 Solución azucarada (prueba 2).



Alimentación (F)= 46.5 Kg

Masa de semilla= 200 g

Concentración inicial (F)= 75.12 %

Concentración final (L)= 68.25 %

4.10.2.1 Balance de materia

Balance global del cristalizador

$$F = L + C$$

Balance parcial por H₂O

$$F(0.2488) = L(0.3175) + C(0)$$

$$L = \frac{F(0.2488)}{0.3175}$$

$$L = \frac{46.5 \text{ Kg} \cdot 0.2488}{0.3175}$$

$$L = 36.44 \text{ Kg}$$

Cristal Teórico

$$C = F - L$$

$$C = 46.5 \text{ Kg} - 36.44 \text{ Kg}$$

$$C = 10.06 \text{ Kg}$$

Calculo del cristal real

Para obtener el cristal real se dejó en reposo el contenido del cristalizador para que se separen lo más que se pueda las fases quedando como resultado lo siguiente.

- Licor madre desgastado= 9.75 Kg
- Cristales húmedos= 36.75 Kg

Se agito la masa de cristales húmedos para homogeneizar el contenido y se tomó una muestra representativa para secar y así poder obtener los cristales reales de la prueba.

Se separaron las fases de forma manual y se obtuvieron los siguientes resultados.

- Liquido separado= 68.5 g

- Cristal húmedo= 49.13 g

De esta masa de cristal húmedo se tomaron 3 muestras de 5 g cada una secar y obtener los siguiente resultados.

Muestra	Peso inicial (g)	Peso final (g)	H ₂ O removida (g)
1	5	4.38	0.62
2	5	4.36	0.64
3	5	4.40	0.60

Tabla 5.5.- Resultados de agua removida en solución azucarada en prueba 2

Hay que tener en cuenta que el agua removida pertenecía a una solución, por lo que tiene ligado una cantidad de cristales a esa masa por lo que hay que calcular el peso en de la solución que estaba mezclada con los cristales, se debe tener en cuenta que la solución que se removió de los cristales húmedos tendrá la misma concentración que el licor madre desgastado.

Se hará el cálculo para la primera muestra como ilustración del procedimiento a seguir.

$$\text{Solucion removida} = 0.62 \text{ g H}_2\text{O} \cdot \frac{1 \text{ g sol}}{0.3175 \text{ g H}_2\text{O}}$$

$$\text{Solucion removida} = 1.95 \text{ g sol}$$

Los resultados de las demás muestras de los mostraran en la siguiente tabla.

Muestra	Peso inicial (g)	Solución removida (g)	Cristal Seco (g)
1	5	1.95	3.05
2	5	2.02	2.98
3	5	1.89	3.11

Tabla 4.6.- Resultados finales de Cristalización en solución azucarada en prueba 2

El promedio del peso de los cristales secos es 3.05 g.

Por lo tanto el porcentaje de cristal seco en la muestra de 5 g será:

$$\% = \frac{3.05 \text{ g}}{5 \text{ g}} \cdot 100$$

$$\% = 60.95 \%$$

Con este porcentaje de cristales secos en las muestras se procederá a calcular el porcentaje de cristales seco en la alícuota tomada de la masa total de cristales húmedos.

$$\% = \frac{49.13 \text{ g} \cdot 0.6095}{117.63} \cdot 100$$

$$\% = 25.45 \%$$

Siendo este último porcentaje la cantidad de cristales secos en la masa de cristales húmedos de peso igual a 36.75 Kg y se procederá a calcular la cantidad de cristales secos total.

$$\text{Cristal seco} = 36.75 \text{ Kg} \cdot 0.2545$$

$$\text{Cristal seco} = 9.35 \text{ Kg}$$

Pero no hay que olvidar que se debe restar la cantidad de semilla agregada en la Cristalización, por lo tanto se procederá a calcular los cristales reales.

$$\text{Cristal real} = \text{Cristal seco} - \text{semilla}$$

$$\text{Cristal real} = 9.35 \text{ Kg} - 0.2 \text{ Kg}$$

$$\text{Cristal real} = 9.15 \text{ Kg}$$

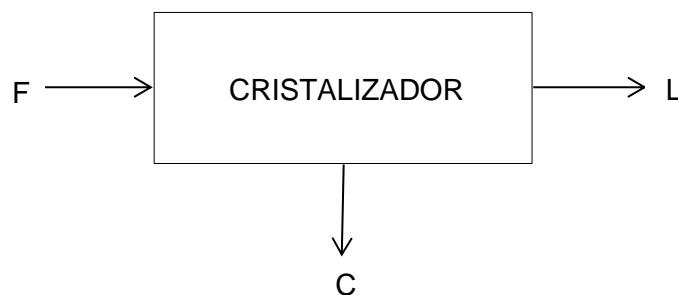
Sabiendo los cristales reales se procederá a calcular la eficiencia del cristalizador.

$$\% \text{Eficiencia} = \frac{\text{Cristal real}}{\text{Cristal teórico}} \cdot 100$$

$$\% \text{Eficiencia} = \frac{9.15 \text{ Kg}}{10.06 \text{ Kg}} \cdot 100$$

$$\% \text{Eficiencia} = 91 \%$$

4.10.3 Solución de sulfato de cobre pentahidratado (Prueba 3).



Alimentación (F)= 15 Kg

Masa de semilla= 50 g

Concentración inicial (F)= 47.5 %

Concentración final (L)= 25 %

4.10.3.1 Balance de materia

Balance global del cristalizador

$$F = L + C$$

Balance parcial por H₂O

$$F(0.525) = L(0.6825) + C(0)$$

$$L = \frac{F(0.525)}{0.6825}$$

$$L = \frac{15 \text{ Kg} \cdot 0.525}{0.6825}$$

$$L = 10.50 \text{ Kg}$$

Cristal Teórico

$$C = F - L$$

$$C = 15 \text{ Kg} - 10.50 \text{ Kg}$$

$$C = 4.50 \text{ Kg}$$

Calculo del cristal real

Para obtener el cristal real se dejó en reposo el contenido del cristalizador para que se separen lo más que se pueda las fases quedando como resultado lo siguiente.

- Licor madre desgastado= 10 Kg
- Cristales húmedos= 5 Kg

En este caso se tomó la muestra directo de la masa de cristales húmedos debido a que esta fase casi no contenía humedad, como si la tenía la masa de cristales húmedos del azúcar.

De la misma manera se tomaron 3 muestras de 5 g cada una para el secado, pero se debe tener en cuenta que es una sustancia hidratada, por lo que hay que secar con cuidado, porque si se descuida se puede dejar anhídrica la sustancia.

Muestra	Peso inicial (g)	Peso final (g)	H ₂ O removida (g)
1	5	4.25	0.75
2	5	4.26	0.74
3	5	4.27	0.73

Tabla 4.7.- Resultados de agua removida en solución de sulfato de cobre en prueba 3

Hay que tener en cuenta que el agua removida pertenecía a una solución, por lo que tiene ligado una cantidad de cristales a esa masa por lo que hay que calcular el peso en de la solución que estaba mezclada con los cristales, se debe tener en cuenta que la solución que se removió de los cristales húmedos tendrá la misma concentración que el licor madre desgastado.

Se hará el cálculo para la primera muestra como ilustración del procedimiento a seguir.

$$\text{Solucion removida} = 0.75 \text{ g } H_2O \cdot \frac{1 \text{ g sol}}{0.75 \text{ g } H_2O}$$

$$\text{Solucion removida} = 1 \text{ g sol}$$

Los resultados de las demás muestras de los mostraran en la siguiente tabla.

Muestra	Peso inicial (g)	Solución removida (g)	Cristal Seco (g)
1	5	1	4.00
2	5	0.99	4.01
3	5	0.97	4.03

Tabla 4.6.- Resultados finales de Cristalización de solución de sulfato de cobre en prueba 3

El promedio del peso de los cristales secos es 4.01 g.

Por lo tanto el porcentaje de cristal seco en la muestra de 5 g será:

$$\% = \frac{4.01 \text{ g}}{5 \text{ g}} \cdot 100$$

$$\% = 85.20 \%$$

Debido a que se tomó de la masa total de cristales húmedos las muestras, este resultado porcentaje total de cristales secos en la masa de cristales húmedos.

Con lo que se procede a calcular la cantidad de cristales secos.

$$\text{Cristal seco} = 5 \text{ Kg} \cdot 0.8520$$

$$\text{Cristal seco} = 4.26 \text{ Kg}$$

Pero no hay que olvidar que se debe restar la cantidad de semilla agregada en la Cristalización, por lo tanto se procederá a calcular los cristales reales.

$$\text{Cristal real} = \text{Cristal seco} - \text{semilla}$$

$$\text{Cristal real} = 4.26 \text{ Kg} - 0.05 \text{ Kg}$$

$$\text{Cristal real} = 4.21 \text{ Kg}$$

Sabiendo los cristales reales se procederá a calcular la eficiencia del cristalizador.

$$\% \text{Eficiencia} = \frac{\text{Cristal real}}{\text{Cristal teórico}} \cdot 100$$

$$\% \text{Eficiencia} = \frac{4.21 \text{ Kg}}{4.5 \text{ Kg}} \cdot 100$$

$$\% \text{Eficiencia} = 93.56 \%$$

CAPITULO V

ANÁLISIS DE RESULTADOS

6.1 Análisis de resultados

Con los resultados de eficiencia obtenidos en el capítulo anterior podemos decir la inducción de Cristalización mediante semillas fue exitosa. En pequeños ensayos realizados en el cristalizador con azúcar antes de realizar las pruebas reales, se omitió añadir semillas a la solución, el resultado fue una solución donde los cristales eran microscópicos y no podían ser observados a simple vista, es decir, se cumplía con el fundamento de Cristalización, pero no podíamos determinar cuantitativamente que cantidad (en kg) de cristales se obtuvieron. Al obtenerse eficiencias por encima del 90% se puede ver cuán efectivo es el equipo al momento de cristalizar.

Hubo pérdidas de más de 2.5 kg al momento de realizar la preparación de la solución de azúcar, esto se debe a que esta solución es extremadamente viscosa y en las paredes de los tanques siempre quedará un remanente de la solución, en todo caso esto no influyo de manera considerable los cálculos de balance de materia para esta solución.

Una de las etapas más difíciles y que influye al momento de realizar el balance es la separación de fases, se obtuvo una remoción de agua mucho mayor en la Cristalización de azúcar que en la de sulfato de cobre debido a que el sulfato de cobre es una sustancia que no tiene mucha viscosidad, por lo tanto no se debió exprimir la media de nylon que se utilizó como cedazo tal como se debe hacer con el azúcar (Ver Anexo #11). En general la remoción de agua fue favorable removiendo por cada 5 g de solución entre 0.6 y 0.7 gramos de agua para el caso

del azúcar, mientras que para el sulfato de cobre esta cantidad fue siempre mayor a 0.7 gramos en la misma cantidad de solución.

Los resultados dados en el Capítulo IV no son globales debido a que no existe un sistema de separación para cargas grandes de solución; aquí se podría utilizar un sistema de centrifugado para obtener resultados aún más confiables, lo mismo ocurre con la etapa de secado, donde solo se pudieron secar alícuota de 5 gramos para los dos sistemas cristalizados y en una plancha de calentamiento.

El calor que remueve aproximadamente el cristizador es de aproximadamente 5645.38 BTU, esto se debe a que el agua la torre de enfriamiento que pasa por el tanque exterior tiene una temperatura entre 26 y 28 °C. El enfriamiento en el cristizador dura en 30 y 45 minutos dependiendo de la carga que se utiliza.

Si se utiliza un motor reductor con variador de frecuencia para variar la velocidad angular del equipo, lo que haría esto es afectar al número de Reynolds de la solución que se está cristalizando, con las características del motor y del agitador instalado el número de Reynolds es de 619.64, pero si se varia tanto la velocidad angular del equipo o el diámetro del agitador, va a variar el número de Reynolds del equipo, es decir va a afectar a la transferencia de calor.

Si el la solución entra en estado turbulento, comenzaría a salpicar por las paredes, dejando muchos cristales en las paredes y eso afectaría al cálculo de la eficiencia del equipo.

Las pruebas se realizaron a diferente capacidad, para verificar el comportamiento del equipo a diferentes cargas, calculando diferentes porcentajes de eficiencia en

cada una de las cargas, cuyos valores son 94%, 91% y 93.56%, los cuales están en un rango entre un 90 y 95 % siendo el promedio de las eficiencias obtenidas igual a 92.82%, determinando que el equipo realiza de forma eficiente la Cristalización independientemente de la carga, es decir utiliza la mayor cantidad de azúcar que queda disponible en la solución al momento de enfriarla para cristalizar.

CONCLUSIONES

1. Los sistemas utilizados en la unidad de Cristalización se comportaron conforme decía la teoría y la Cristalización se llevó a cabo de manera exitosa.
2. La Cristalización se realizó de manera inducida, el uso de cristal semilla, que es la forma más utilizada en las industrias
3. La eficiencia del equipo en promedio es 92.85%, siendo una buena eficiencia que se podría mejorar si se tuviera un equipo de filtro prensa o una centrifuga para separar mejor las fases.
4. El enfriamiento de la solución se da de forma eficiente y cumple con los tiempos estimados en función de los cálculos del diseño.
5. Se podrían cristalizar otros sistemas siempre y cuando el sistema aumente de forma considerable la solubilidad en función de la temperatura.
6. El sistema más sencillo en la separación de fases es el del sulfato de cobre, pero es más difícil controlar al momento de secar los cristales por lo que si se pasa el secado los cristales quedarían anhidros.

7. En cambio el sistema del azúcar es más trabajoso la separación de fases, pero su secado es fácil, siempre y cuando no se pase de 150 °C en el secado, pasado esa temperatura, podrían comenzar a fundirse los cristales.

8. Durante el enfriamiento de la solución no se puede tomar la concentración con medidor de °Brix, debido a que la solución esta con los cristales suspendidos en el medio lo cual da una lectura errónea de la medida.

9. El equipo tiene una gran facilidad en su manejo, pero se debe tener en cuenta que la alimentación este en la concentración adecuada antes de poder entrar al equipo, de otra manera no se realizara de forma exitosa la cristalización.

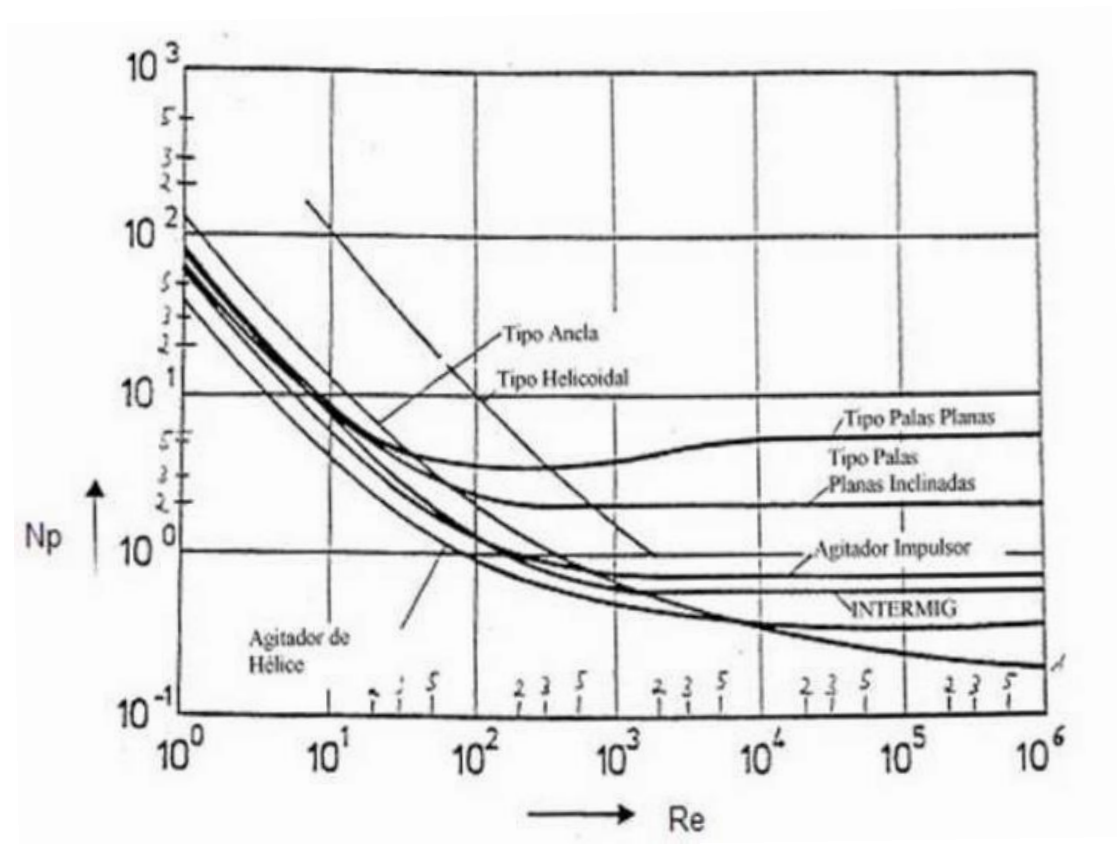
RECOMENDACIONES

- Mientras se espera que la solución se enfríe en el equipo se debe calentar agua para la posterior limpieza del equipo, debido a que con agua caliente el equipo se limpia de forma más fácil y eficiente.
- Si se utiliza el sistema de sulfato de cobre penta hidratado, cuidar en el secado de los cristales no subir mucha temperatura, porque los cristales quedarían anhidros.
- Durante la separación de las fases ser cuidadosos con los pesos, porque al tomar muestras representativas de la solución, pueden afectar al balance de materia.
- Mantenerse al tanto de la temperatura del cristalizador para el momento de agregar la semilla.
- El equipo se le puede implementar un serpentín para calentamiento, con eso se podría mantener la temperatura en un rango determinado para hacer una cristalización en la cual los cristales semillas que alimentemos sean los que crezcan y no se formen nuevos núcleos, esto quiere decir, obtener cristales mucho más grandes, pero este proceso dura mucho más.
- La separación de las fases puede ser de mejor manera si se utilizara otros equipos que de momento no hay en el laboratorio de Operaciones Unitarias como filtros prensa o centrifugas, con esto la separación sería mucho más fácil y eficiente.
- Lavar el tanque de cristalización, así como el tanque de calentamiento con serpentín con agua caliente para que desaparezca y se disipe todo remanente de solución que quede como producto de la prueba.

- Manipular con guantes y con extrema precaución los baldes al momento de la preparación de licor madre para la seguridad de los encargados de las pruebas, los baldes en esta etapa contienen solución a temperaturas mayores a 70 °C y posteriormente deben ser depositados en el tanque de cristalización (Ver Anexo 11).
- Diseñar, construir e instalar un tanque de mezcla para poder preparar de forma más segura el licor madre ya sea haciéndolo desde cero o tomando el producto del evaporador y que esté conectada la salida del mismo a la entrada del cristizador.

ANEXOS

ANEXO #1



Anexo 1.- Grafica del número de potencia vs número de Reynolds.

Fuente: (María Collahuazo, 2012)

ANEXO #2

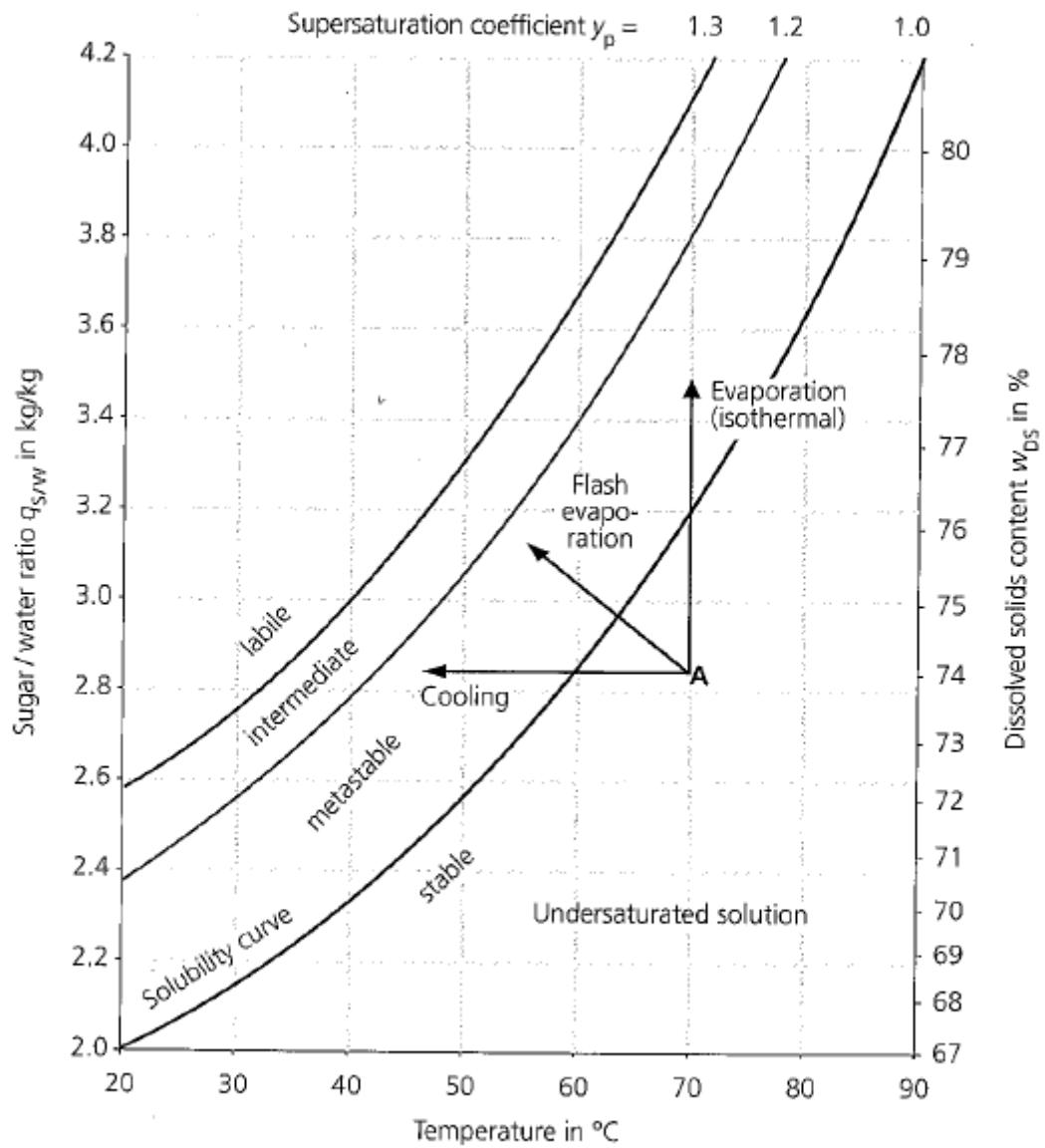


Figure 15.1: Solubility of pure sucrose in water as a function of temperature

Anexo 2.- Solubilidad del azúcar en función de la temperatura.

Fuente: (Rein, 2007)

ANEXO #3



Anexo 3.- Construcción de la chaqueta del
cristalizador.

ANEXO #4



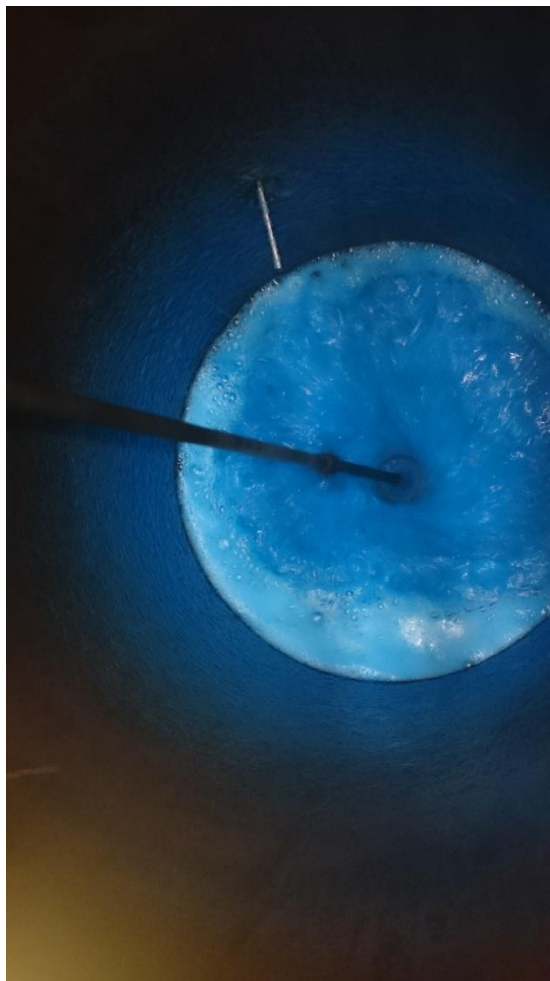
Anexo 4.- Unión del tanque interior con la chaqueta.

ANEXO #5



Anexo 5.- Solución azucarada en el cristizador.

ANEXO #6



Anexo 6.- Solución de sulfato de cobre penta hidratado en el cristizador.

ANEXO #7



Anexo 7.- Cristales de azúcar formados en el cristalizador.

ANEXO #8



Anexo 8.- Cristales de sulfato de cobre penta hidratado formados en el cristizador.

ANEXO #9

Azúcar Blanco



Parámetros	Requisito
Apariencia	Cristales blancos
Sabor	Libre de sabores extraños
Olor	Libre de olores extraños
Polarización	Mínimo 99.4°S
Humedad	Máximo 0.075%
Cenizas por conductividad	Máximo 0.1%
Azúcares reductores	Máximo 0.1%
Color	Máximo 350 U.I.
Materia insoluble en agua	Máximo 150 mg/kg
Flóculos	Máximo 0.14 uma
Mesófilos aerobios	Máximo 2×10^5 UFC/g
Coliformes totales	< 3 NMP/g
Mohos y levaduras	Máximo 1×10^2 UFC/g

Anexo 8.- Propiedades del azúcar blanca.

Fuente: (Sociedad Agrícola e Industrial San Carlos
S. A. I)

ANEXO #10

FICHA DE DATOS DE SEGURIDAD
de acuerdo el Reglamento (CE) No. 1907/2006

Artículo número Denominación	102780 Cobre(II) sulfato pentahidrato en copos
Forma	sólido
Color	azul
Olor	inodoro
Umbral olfativo	No aplicable
pH	3,5 - 4,5 a 50 g/l 20 °C
Punto de fusión	No aplicable
Punto /intervalo de ebullición	No aplicable
Punto de inflamación	No aplicable
Tasa de evaporación	No hay información disponible.
Inflamabilidad (sólido, gas)	El producto no es inflamable.
Límite de explosión, inferior	No aplicable
Límite de explosión, superior	No aplicable
Presión de vapor	No hay información disponible.
Densidad relativa del vapor	No hay información disponible.
Densidad	2,284 g/cm ³ a 20 °C
Densidad relativa	No hay información disponible.
Solubilidad en agua	317 g/l a 20 °C
Coefficiente de reparto n- octanol/agua	No hay información disponible.
Temperatura de auto- inflamación	No hay información disponible.
Temperatura de descomposición	88 - 245 °C Eliminación del agua de la cristalización 340 - 650 °C
Viscosidad, dinámica	No hay información disponible.
Propiedades explosivas	No clasificado/a como explosivo/a.
Propiedades comburentes	ningún

Anexo 8.- Propiedades del sulfato cúprico penta
hidratado.

Fuente: (Merck Chemical and Life Science S.A.)

ANEXO #11

**PROTOCOLO PARA UN PRACTICA DE CRISTALIZACIÓN EN EL
LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS DE ESPOL****I) Preparación de licor madre**

- Determinar la carga en kg de solución que cristalizaremos, para saber qué cantidad (en porcentaje) de soluto y solvente necesitaremos de acuerdo a las curvas de solubilidad.
- Prender la caldera para calentar la solución en el tanque de serpentín.
- Añadir primero una alícuota del solvente al tanque de calentamiento, e ir agregando de a poco varias alícuotas del soluto de manera que éste se disuelva por completo y se llegue a la concentración deseada. (Este proceso debe hacerse poco a poco debido a que si se mezclan la cantidad total de soluto y solvente requeridos en el tanque de calentamiento puede que no se disuelva totalmente el soluto).
- Esperar a que la solución preparada llegue a una temperatura entre 80 y 90 °C y abrir la válvula de salida.
- Depositar la solución en un balde o baldes (de acuerdo a la carga determinada).

II) Cristalización

- Verter el contenido del balde (o baldes) en el tanque del cristalizador.
- Prender las bombas y la torre de enfriamiento que alimentan la camisa del cristalizador.
- Prender el motor que activa la paleta de agitación.
- Tomar y verificar datos de temperatura de la solución cada 5 minutos.
- Agregar los cristales semilla a la solución cuando ésta se encuentre a una temperatura entre 50 a 60 °C.
- Apagar el motor cuando la solución alcance los 30 °C.
- Abrir la válvula de salida y depositar la solución en balde o baldes de acuerdo a la carga resultante.
- Pesar el o los baldes.

III) Separación de fases

- Se deja reposar la solución resultante durante un día para dejar que una parte de cristales se precipite por decantación.
- Depositar la mayor cantidad de líquido de la solución decantada en el balde en otro recipiente y pesar el contenido de ambos.

- Medir grados °Brix del líquido en el refractómetro (en caso de ser azucarado).
- Agitar los cristales decantados en el balde y recoger en una jarra una alícuota de esta solución cristalina para su posterior pesaje, no debe pasar de 50 gramos.
- En un vaso de precipitación previamente pesado estirar una media de nylon, que actuara como cedazo, en el borde del mismo.
- Verter el contenido de la jarra en el cedazo, luego dejar que repose 3 minutos para que una parte de fase líquida caiga por gravedad.
- Envolver la solución en la media de nylon y ejercer fuerza para que caiga la mayor cantidad de líquido en el vaso, para posteriormente pesar el vaso con el líquido.
- Desenvolver la media de nylon y observar la formación de lo que se denominará “masa cristalina”.

IV) Secado

- Depositar la masa cristalina en un crisol y pesar.
- En un pedazo de papel aluminio pesar 5 gramos de masa cristalina.
- Llevar el papel aluminio con la masa a una plancha de calentamiento a 150 °C.

- Calentar durante aproximadamente 40 minutos. Durante este tiempo, con la espátula, tratar de separar y aplastar esta masa con el fin de dar más forma a los cristales.
- Observar la formación de cristales secos en el papel aluminio y pesar.
- Repetir el proceso de secado hasta haber terminado con toda la masa cristalina.
- Guardar los cristales en una funda tipo ziploc.

BIBLIOGRAFÍA

- A. Katrin Laos, B. E. (16-20 de Septiembre de 2007). Crystallization of the supersaturated sucrose solutions in the presence of fructose, glucose and corn syrup. *Proceedings of European Congress of Chemical Engineering*, 6. Obtenido de <http://www.nt.ntnu.no/>:
http://www.nt.ntnu.no/users/skoge/prost/proceedings/ecce6_sep07/upload/4066.pdf
- Dr. T. Fischer, D. M. (2006). <http://atlas.gcsc.uni-frankfurt.de/>. Obtenido de <http://atlas.gcsc.uni-frankfurt.de/~dlogashenko/LDLpopdyn.html>
- Fuentes Cobas, Luis; Fuentes Montero, Maria;. (2008). *La relacion estructura-simetris-propiedades en Cristales y Policristales*. Mexico D.F.: Reverte Ediciones S.A.
- Geankoplis, C. J. (1998). Procesos de transporte y operaciones unitarias. En C. J. Geankoplis, *Procesos de transporte y operaciones unitarias* (págs. 815-825). México: COMPAÑÍA EDITORIAL CONTINENTAL S.A.
- Jones, D. A. (1992). Principles and Prevention of Corrosion. En D. A. Jones, *Principles and Prevention of Corrosion* (págs. 1-35). Nueva York: MacMillan Publishing Company.
- María Collahuazo, N. M. (12 de Septiembre de 2012). <http://www.slideshare.net>. Obtenido de <http://www.slideshare.net>:
<http://www.slideshare.net/MaryCollahuazo/fenomenos-agitacion>
- Merck Chemical and Life Science S.A. (s.f.). <http://www.merck.es/es/index.html>. Obtenido de <http://www.merck.es/es/index.html>:
http://www.merckmillipore.com/INTERSHOP/web/WFS/Merck-INTL-Site/en_US/-/USD/ShowDocument-File?ProductSKU=MDA_CHEM-102780&DocumentType=MSD&Language=ES&Country=ES
- Mullin, J. (2001). *Crystallization*. London: Reed Educational and Professional Publishing Ltd.
- Myerson, A. (2002). *Handbook of industrial crystallization*. Massachusetts : Butterworth-Heinemann.
- Perry, R. (1999). *Chemical Engineers' Handbook*. New York: McGraw-Hill.

Rein, P. (2007). *Cane Sugar Engineering*. Berlin: Bartens.

Sociedad Agrícola e Industrial San Carlos S.A. (s.f.). <http://www.sancarlos.com.ec/>. Obtenido de <http://www.sancarlos.com.ec/>:
http://www.sancarlos.com.ec/portal/html/themes/ingenio/pdf/azucar_blanco_especificaciones.pdf

Warren L. McCabe, J. C. (2007). Operaciones Unitarias en Ingeniería Química. En J. C. Warren L. McCabe, *Operaciones Unitarias en Ingeniería Química* (págs. 971-1002). México: McGraw Hill.

Zumstein, R., & Rosseau, R. (1989). Anomalous growth of large and small copper sulfate pentahydrate crystals. *American Chemical Society*, 3(28), 289-297.