

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

OPCIÓN I.- TESIS

TRABAJO PROFESIONAL

“MEJORAMIENTO DE UN PROCESO DE CRISTALIZACIÓN  
BATCH CON REGULACIÓN A VACÍO POR MEDIO DE  
UNA RED NEURONAL ARTIFICIAL”.

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:  
MAESTRO EN CIENCIAS  
EN INGENIERÍA QUÍMICA

PRESENTA:

*I. Q. Héctor Alfredo Aguilar Donis*

DIRECTOR DE TESIS:

*Dr. Eusebio Bolaños Reynoso*

CODIRECTOR DE TESIS:

*Dr. Raúl González García*





FECHA: 07/03/2018  
DEPENDENCIA: POSGRADO  
ASUNTO: Autorización de Impresión  
OPCIÓN: I

**C. HECTOR ALFREDO AGUILAR DONIS**  
CANDIDATO A GRADO DE MAESTRO EN:  
**CIENCIAS EN INGENIERIA QUIMICA**

De acuerdo con el Reglamento de Titulación vigente de los Centros de Enseñanza Técnica Superior, dependiente de la Dirección General de Institutos Tecnológicos de la Secretaría de Educación Pública y habiendo cumplido con todas las indicaciones que la Comisión Revisora le hizo respecto a su Trabajo Profesional titulado:

**"MEJORAMIENTO DE UN PROCESO DE CRISTALIZACION BATCH CON REGULACION A VACIO POR MEDIO DE UNA RED NEURONAL ARTIFICIAL".**

Comunico a Usted que este Departamento concede su autorización para que proceda a la impresión del mismo.

A T E N T A M E N T E

**RUBEN POSADA GOMEZ**  
**JEFE DE LA DIV. DE ESTUDIOS DE POSGRADO**

**C.A. TITULACIÓN**



**SECRETARIA DE  
EDUCACIÓN PÚBLICA  
INSTITUTO  
TECNOLÓGICO  
DE ORIZABA**

ggc





"Año del Centenario de la Promulgación de la Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos"

FECHA : 29/01/2018

ASUNTO: Revisión de Trabajo Escrito

**C. RUBEN POSADA GOMEZ**  
JEFE DE LA DIVISION DE ESTUDIOS  
DE POSGRADO E INVESTIGACION.  
P R E S E N T E

Los que suscriben, miembros del jurado, han realizado la revisión de la Tesis del (la) C. :

**HECTOR ALFREDO AGUILAR DONIS**

la cual lleva el título de:

**"MEJORAMIENTO DE UN PROCESO DE CRISTALIZACION BATCH CON REGULACION A VACIO POR MEDIO DE UNA RED NEURONAL ARTIFICIAL".**

Y concluyen que se acepta.

A T E N T A M E N T E

PRESIDENTE : DR. **EUSEBIO BOLAÑOS REYNOSO**

\_\_\_\_\_  
FIRMA

SECRETARIO : DR. **RAUL GONZALEZ GARCIA**

\_\_\_\_\_  
FIRMA

VOCAL : DR. **GALO RAFAEL URREA GARCIA**

\_\_\_\_\_  
FIRMA

VOCAL SUP. : DR. **JUAN MANUEL MENDEZ CONTRERAS**

\_\_\_\_\_  
FIRMA

EGRESADO (A) DE LA MAESTRIA EN **CIENCIAS EN INGENIERIA QUIMICA**

OPCION: I **Tesis**



## DEDICATORIAS

A Héctor Hopper, mi papá. Por permitirme ser tu hijo, por tus sabios consejos y confiar en mí. Nunca te olvidare y se que nunca nadie podrá llenar ese hueco que has dejado. Siempre te voy a querer y extrañar.

A Elsa Donis, mi mamá. Por enseñarme a ser fuerte en los momentos más difíciles, por enseñarme a levantarme después de una fuerte caída, por darme la vida, por darme todo y sin esperar nada a cambio, por nunca rendirte. Siempre a tu lado será mi lugar más seguro del mundo. Te quiero mamá y nunca me cansare en apoyarte como tú lo has hecho por mí.

A Beto y Erika, mis hermanos. Por tratarme como el más pequeño de la casa, porque siempre he podido contar con ustedes sin importar el día o la hora, siempre están ahí para mí, para protegerme y cuidarme, los quiero mucho, gracias por ser mis hermanos mayores.

A mis sobrinos, Rosi, José Luis, y Josué. Por recordarme que la vida es hermosa. Los quiero mucho.

A Luz. Por compartir tu vida a mi lado, donde a lo largo del tiempo que llevamos juntos te has convertido en parte fundamental de mi vida, llena de aventuras imposibles de creer como para ser escritas en un libro, que estaría lleno de agradecimientos para ti. Por eso te agradezco por ayudarme a levantarme en los momentos más difíciles de mi vida y por tener fe en mi para seguir a mi lado. Te amo.

A los papas de Luz. Por abrir las puertas de su casa y ser parte de mi formación como persona.

A Heber, Cande y Luz. por estar conmigo en esta fase de nuestras vidas y brindarme su amistad.

A Diego y Cano. Por regalarme hermosos momentos que siempre tendrá presente.

## **AGRADECIMIENTOS**

Al Dr. Eusebio Bolaños Reynoso por brindarme la oportunidad de formar parte de su equipo de trabajo, de igual forma darme la confianza de poder desarrollar un proyecto de investigación con el cual me sintiera satisfecho por llevar a cabo y por apoyarme en los momentos más complicados tanto profesional como personalmente.

Al Dr. Raúl González García por brindarme la oportunidad de trabajar con usted y desarrollar de manera conjunta este proyecto de investigación, de igual forma agradecerle infinitamente por permitirme trabajar esta investigación en la Universidad Autónoma de San Luis Potosí en la Facultad de Ciencias Químicas bajo su asesoría.

Al honorable jurado:

Dr. Eusebio Bolaños Reynoso, Dr. Raúl González García, Dr. Galo Rafael Urrea García y Dr. Juan Manuel Méndez Contreras, por el tiempo que me brindaron para revisar este proyecto de investigación y de esta manera enriquecerlo con sus aportaciones personales.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT), por el apoyo económico mediante la beca otorgada, para el desarrollo y culminación del presente proyecto de investigación.

## RESUMEN

### MEJORAMIENTO DE UN PROCESO DE CRISTALIZACIÓN BATCH CON REGULACIÓN A VACÍO POR MEDIO DE UNA RED NEURONAL ARTIFICIAL.

**Realizado por:** Héctor Alfredo Aguilar Donis

**Dirigido por:** Dr. Eusebio Bolaños Reynoso

**Dr. Raúl González García**

La cristalización por lotes es un proceso que opera a temperaturas altas, donde para su manipulación adecuada es necesario el manejo de condiciones a vacío, con el fin de reducir la temperatura de ebullición, un agitador para obtener mejores cristales, en este caso el mejoramiento al crecimiento de los cristales. Por ello el objetivo de esta investigación es encontrar una manera distinta de poder predecir el comportamiento del equipo de cristalización sin gastar materia prima y tener condiciones de operación fieles al proceso, donde para este fin, se diseña una red neuronal artificial (RNA) con la capacidad de replicar el comportamiento del equipo de cristalización y así poder localizar mejores crecimientos en el proceso, donde en esta investigación su fin es predecir los comportamientos del tamaño de los cristales  $D(4,3)$ . Para poder cumplir este propósito es necesario recopilar toda la información necesaria a partir de una base de datos histórica, donde esta misma contenga toda la información experimental que se haya efectuado dentro de este proceso de cristalización, con el fin de contener todos los distintos comportamientos que se han obtenido durante 15 años de investigación experimental. Se diseñó una RNA para sistemas dinámicos en un esquema de alta no linealidad, logrando alcanzar un ajuste superior al 90% y un rendimiento en rangos dentro del 10%, que corresponde a predicciones muy adecuadas para este proceso, por otra parte se cuantificó mediante el análisis de varianza (ANOVA), las mejores condiciones de operación del proceso de cristalización batch, donde tales condiciones se encuentran a una presión de vacío de 24 InHg y una agitación a 300 RPM, favoreciendo de esta manera la  $D(4,3)$  y la  $S(4,3)$  y con ello mejorando el proceso de cristalización batch con regulación a vacío.

## ABSTRAC

### IMPROVEMENT OF A BATCH CRYSTALLIZATION PROCESS WITH VACUUM REGULATION THROUGH AN ARTIFICIAL NEURAL NETWORK

**by: Héctor Alfredo Aguilar Donis**

**Advisor: Dr. Eusebio Bolaños Reynoso**

**Dr. Raúl González García**

Batch crystallization is a process that operates at high temperatures, for its proper handling, where it is necessary conditions to vacuum handling, in order to reduce the boiling temperature, an agitator for best crystals, in this case the improvement to the growth of crystals. Therefore the aim of this research is to find a different way of being able to predict the behavior of the team of crystallization without spending raw and have conditions of operation true to the process, where a neural network is designed for this purpose, artificial (ANN) with the ability to replicate the behavior of the team of crystallization and thus be able to locate better growths in the process, where in this investigation its purpose is to predict the behavior of the size of the crystals  $D(4,3)$ . In order to fulfill this purpose, it is necessary to collect all the necessary information from a historical database, where it contains all the experimental information that has been made within this crystallization process, in order to contain all the different behaviors that They have been obtained during 15 years of experimental research. An RNA was designed for dynamic systems in a high nonlinearity scheme, achieving an adjustment higher than 90% and a performance in ranges within 10%, which corresponds to very adequate predictions for this process, on the other hand it is quantified by the analysis of variance (ANOVA), the best operating conditions of the batch crystallization process, where such conditions are at a vacuum pressure of 24 InHg and agitation at 300 RPM, thus favoring the  $D(4,3)$  and the  $S(4,3)$  and thereby improving the batch crystallization process with vacuum regulation.

## ÍNDICE

<b>LISTA DE FIGURAS</b>	<b>iv</b>
<b>LISTA DE TABLAS</b>	<b>vi</b>
<b>NOMENCLATURA</b>	<b>vii</b>
<b>INTRODUCCIÓN</b>	<b>1</b>
<b>CAPÍTULO 1 FUNDAMENTOS TEÓRICOS</b>	<b>4</b>
1.1 Antecedentes científicos	4
1.2 Avances científicos	6
1.3 Cristalización	10
1.3.1 Cristalización de azúcar de caña	11
1.3.2 Cristalización batch con regulación a vacío	11
1.4 Cinéticas de nucleación de cristal	12
1.4.1 Saturación y sobresaturación	13
1.4.2 Nucleación	15
1.5 Crecimiento del cristal	17
1.6 Distribución de tamaño de cristal (DTC)	18
1.6.1 Factores que afectan la DTC	20
1.6.2 Presión de vacío	21
1.6.3 Temperatura	22
1.6.4 Velocidad de agitación	22
1.7 Modelado matemático	22
1.7.1 Modelado matemático de un cristalizador batch con regulación a vacío	22
1.7.1.1 Balance de población	23
1.7.1.2 Método de solución de la EBP	24
1.7.2 Relaciones constitutivas	25
1.7.3 Balance de energía interior	26



1.7.4 Balance de masa	27
1.8 Simulación de procesos	27
1.9 Red neuronal artificial (RNA)	27
1.9.1 Estructura de una red neuronal	28
1.9.2 Clasificación general de una RNA	29
1.9.3 Entrenamiento de una RNA	29
1.9.3.1 Algoritmo de entrenamiento hacia atrás ( <i>backpropagation</i> )	30
1.10 Red de alimentación hacia adelante ( <i>Feedforward</i> )	30
<b>CAPÍTULO 2 MATERIALES Y MÉTODOS</b>	<b>31</b>
2.1 Materiales	31
2.1.1 Cristalización por lotes con regulación a vacío	31
2.1.2 Equipo de computo	33
2.2 Métodos	34
2.2.1 Preparación de base de datos histórica	34
2.2.2 Introducción al diseño de una red neuronal artificial	36
2.2.3 Construcción de una red neuronal artificial basada en la solución de sistemas dinámicos	39
2.2.4 Entrenamiento de la red neuronal artificial	42
2.2.5 Fase operativa de la red neuronal artificial	43
2.2.6 Diseño experimental	44
2.2.7 Adecuación del cristalizador batch con regulación a vacío para efectuar corrida experimental	46
2.2.8 Panel del sistema de cristalización batch	48
2.2.9 Ejecución del programa cristalización batch a vacío	50
2.2.10 Sembrado de cristales	50
2.2.11 Preparación e introducción de la segunda carga	50
2.2.12 Cálculo de la masa de cristal formado (MCF)	52
2.2.13 Software de instrumentación virtual para adquisición de imágenes	53

2.2.14 Determinación de la D(4,3) y S(4,3)	53
2.2.15 Comparación de resultados mediante la red neuronal artificial	54
<b>CAPÍTULO 3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>	<b>55</b>
3.1 Red neuronal artificial basada en la solución de sistemas dinámicos	55
3.2 Fase operativa de la red neuronal artificial	58
3.3 Programación de la RNA-EDO	59
3.4 Validación de la RNA-EDO incrustada en un esquema de integración	61
3.4.1 Experimentación a presión a vacío	62
3.4.2 Experimentación a presión atmosférica	64
3.5 Determinación del rendimiento de la RNA-EDO	68
3.6 Evaluación del diseño de experimentos	71
3.6.1 Análisis de tamaño de cristal	71
3.6.2 Estudio del análisis de varianza	73
3.7 RNA-EDO Validada en un esquema experimental (diseño experimental)	80
<b>CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES</b>	<b>84</b>
<b>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	<b>87</b>
<b>ANEXO A. Ejecución programa cristalización batch a vacío</b>	<b>93</b>
<b>ANEXO B. Validación de la RNA-EDO (información experimental)</b>	<b>95</b>

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura</b>		<b>Pagina</b>
1.1	Etapas del proceso de nucleación y las diferentes zonas de sobresaturación	13
1.2	Zonas de concentración	14
1.3	Representación sistemática de la cristalización (Jones, 2002)	16
1.4	Mecanismos de nucleación	17
1.5	Etapas de crecimiento de cristal	18
1.6	Factores que afectan la DTC	20
1.7	Perfiles dinámicos de presión de vacío reportados por Bolaños <i>et al.</i> (2008)	21
1.8	Ejemplo de una red neuronal totalmente conectada	28
1.9	Clasificación de las RNA	29
2.1	Diagrama del cristalizador batch con regulación a vacío	31
2.2	Arquitectura básica de una RNA de alimentación hacia adelante	37
2.3	Secuencia esquematizada de la activación de neuronas para producir su salida	38
2.4	Función sigmoideal tipo $\tanh(\cdot)$	39
2.5	Estructura de la RNA a utilizar con una capa oculta	41
2.6	Panel frontal del proceso de cristalización batch con regulación a vacío	49
3.1	Estructura de la RNA diseñada para la identificación EDOs	55
3.2	Macrored resultante al incrustar una RNA-EDO en el esquema de integración de Runge-Kutta	58
3.3	Código de la RNA-EDO	59
3.4	Código del esquema de integración mediante <code>ode45</code> (Runge-Kutta) y de gráficas de resultados	59
3.5	Código de la función encargada de procesar información para la RNA-EDO	61

3.6	Primera experimentación con presión a vacío (Rosete, 20015)	62
3.7	Segunda experimentación con presión a vacío (Xaca, 2004)	63
3.8	Tercera experimentación con presión a vacío (Rosete, 2015)	64
3.9	Primera experimentación sin presión a vacío (Espíndola, 2004)	65
3.10	Segunda experimentación sin presión a vacío (Rodríguez, 2006)	66
3.11	Tercera experimentación sin presión a vacío (Vera, 2005)	67
3.12	Micrografías de la corrida experimental uno a la cuatro	71
3.13	Micrografías de la corrida experimental cinco a la ocho	72
3.14	a) Superficie de respuesta y b) gráfico de contornos para la determinación de la D(4,3) de los cristales	75
3.15	a) Superficie de respuesta y b) gráfico de contornos para la determinación de la S(4,3) de los cristales	77
3.16	a) Superficie de respuesta y b) gráfico de contornos para la determinación de la MCF de los cristales	79
3.17	Corrida experimental 1 (24 InHg y 300 RPM)	81
3.18	Corrida experimental 4 (12 InHg y 300 RPM)	81
3.19	Corrida experimental 5 (0 InHg y 180 RPM)	82
B.1	Corrida experimental 2 (0 InHg y 300 RPM)	95
B.2	Corrida experimental 3 (24 InHg y 180 RPM)	95
B.3	Corrida experimental 6 (24 InHg y 180 RPM)	96
B.4	Corrida experimental 7 (12 InHg y 210 RPM)	96
B.5	Corrida experimental 8 (24 InHg y 240 RPM)	97



## LISTA DE TABLAS

<b>Tabla</b>		<b>Pagina</b>
2.1	Dispositivos y accesorios de la planta piloto	32
2.2	Características del equipo de cómputo	34
2.3	Base de datos histórica de las corridas experimentales identificadas	35
2.4	Diseño experimental tipo D-Optimal	46
2.5	Botones del panel frontal	48
3.1	Matriz (10X22) de pesos y umbrales para $W^1$	56
3.2	Matriz (23X4) de pesos y umbrales para $W^2$	57
3.3	ANOVA de los resultados experimentales con respecto a la D(4,3)	74
3.4	ANOVA de los resultados experimentales con respecto a la S(4,3)	76
3.5	ANOVA de los resultados experimentales con respecto a la MCF	78

## NOMENCLATURA

### Letras latinas mayúsculas

<b>Símbolo</b>	<b>Definición</b>	<b>Unidades</b>
B	Velocidad de nucleación debido a la aglomeración	No.part./cm <sup>3</sup> li cor.cm.min
	Velocidad de nucleación debido al contacto cristal-cristal	No.part./ cm <sup>3</sup> l icor.cm.min
	Velocidad de nucleación debido al contacto cristal-impulsor	No.part./ cm <sup>3</sup> l icor.cm.min
B(L)	Función distribuida de nacimientos	-----
B°	Velocidad de nucleación	No.part./cm <sup>3</sup> • min
Bx	Brix	Bx
C	Concentración del soluto	g sol/g•sol
CAE	Cantidad de agua evaporada	g
CPMN	Control predictivo de un modelo no lineal	-----
CPMNTE	Control predictivo de un modelo no lineal con tolerancia a errores	-----
CRL	Control retroalimentado linealizado	-----
D(4,3)	Diámetro de tamaño de cristal promedio en volumen	µm
D(L)	Velocidad de muerte	No. Part. / (g.solv.s)
DTC	Distribución de tamaño de cristal	-----
EDO	Ecuación diferencial ordinaria	-----
EDP	Ecuación diferencial parcial	-----
EPAM	Error de porcentaje absoluto medio	%
FTM	Factor de transformación de malla	cm
G	Velocidad de crecimiento	cm/min
H	Factor de conversión (volumen del licor/ masa del solvente)	(cm <sup>3</sup> / g de agua)
IMAQ	Adquisición de imágenes	-----
K	Momento de la distribución	-----
	Factor forma del cristal, Factor de figura	-----
	Coeficiente del mecanismo global de transferencia de masa.	g/(cm <sup>2</sup> .min)
K	Coeficiente del mecanismo difusivo de la cinética de crecimiento del proceso de cristalización	g/cm <sup>2</sup> •min

	Coeficiente del mecanismo de integración de la cinética de crecimiento del proceso de cristalización	g/cm <sup>2</sup> •min
L	Longitud, tamaño del núcleo, diámetro del núcleo	μm
M	Masa	g
MCF	Masa de cristal formado	g
MCP	Modelo de control predictivo	-----
N	Velocidad de agitación	rpm
P	Presión	inHg
	Proporcional	-----
PMC	Perceptron Multicapa	-----
Q	Velocidad de flujo volumétrico	l/min
RNA	Red neuronal artificial	-----
S	Sobresaturación	-----
S(4,3)	Desviación estándar del tamaño de cristal en % volumen	μm
SD	Sistema dinámico	-----
T	Temperatura	°C
TA	Tiempo de asentamiento	s
R	Constante universal de los gases	Kcal/mon.°K
	Coeficiente de correlación	-----
	Velocidad global de transferencia de masa del soluto de la solución hacia los cristales	g soluto/g agua
U	Coeficiente de transferencia de calor	cal/(°C•min•c m <sup>2</sup> )
V	Volumen	cm <sup>3</sup>
	Neurona	-----
W	Pesos	-----
X	Variable de estado	-----

### Letras latinas minúsculas

<b>Símbolo</b>	<b>Definición</b>	<b>Unidades</b>
<i>b</i>	Exponente de la sobresaturación en la velocidad de nucleación	-----
	Restricción para D(4,3) en problema de optimización	μm
<i>c</i>	Restricción para MCF en problema de optimización	g
<i>g</i>	Exponente de la sobresaturación en la velocidad de crecimiento	-----
	Función de activación	-----
<i>f</i>	Conjunto de ecuaciones	-----

$h$	Exponente de la velocidad de agitación de la nucleación	-----
$j$	Exponente de la masa total en la velocidad de nucleación	-----
$kb$	Constante de velocidad de nucleación	1/(s • $\mu\text{m}^3$ )
$kg$	Constante de velocidad de crecimiento	$\mu\text{m/s}$
$p$	Exponente de la velocidad de agitación en la velocidad de nucleación	-----
	Parámetro del sistema	-----
$q$	Exponente de la velocidad de agitación en la velocidad de crecimiento	-----
$n$	Número de unidades elementales, densidad de población (número)	No. Part./ ( $\mu\text{m}\cdot\text{g}\cdot\text{sol}$ )
$t$	Tiempo	s, min
$t_f$	Tiempo final	s, min
$t_i$	Tiempo inicial	s, min

### Letras griegas

<b>Símbolo</b>	<b>Definición</b>	<b>Unidades</b>
$\Delta C$	Sobresaturación	-----
$\Delta H_c$	Entalpía de cristalización del licor	cal/g
$\Delta L$	Intervalo de longitud del cristal	$\mu\text{m}$
$a$	Valor de ponderación	-----
$b$	Valor de ponderación	-----
$\alpha(L)$	Velocidad de producción-reducción	No. Part./ ( $\text{cm}^3$ licor $\text{cm}\cdot\text{min}$ )
$\varepsilon$	Error	-----
$\mu$	Momento de distribución (volumen, superficie, longitud, número)	-----
$\rho$	Densidad	$\text{g/cm}^3$
$\theta$	Vector de parámetros cinéticos de nucleación y crecimiento	-----
	umbral	-----



# **INTRODUCCIÓN**

## INTRODUCCIÓN

La cristalización es un proceso de gran importancia económica, siendo una operación unitaria muy antigua, es ampliamente usada en la industria química para la separación y purificación de productos sólidos a partir de una solución sobresaturada, ofreciendo cristales de gran calidad. Este proceso, ha sido extensamente aplicado en la industria química, farmacéutica, microelectrónica y la industria de los alimentos (Larsen et al., 2006; Nagy *et al.*, 2013)

La cristalización batch es a menudo utilizada en la producción de productos químicamente puros. Además, ofrece la ventaja de lograr productos con una estrecha distribución del tamaño del cristal (DTC) y un gran tamaño medio del cristal. En general, la DTC final de la cristalización batch está estrechamente relacionada con las condiciones de sobresaturación, que están en función de la temperatura de la cristalización. En consecuencia, el control de la operación de la temperatura a condiciones óptimas es crucial para obtener el producto cristalino con las cualidades deseadas (Arponwichanop *et al.*, 2011).

El propósito de la cristalización es mejorar la calidad del producto cristalino en el momento final del proceso batch, que usualmente es representado con la DTC u otras propiedades relacionadas como el tamaño medio del cristal, el tamaño de sembrado del cristal, la masa de sembrado o nucleación de los cristales y la variación de la DTC del producto (Zhang y Rohani, 2003).

Una de las tendencias en ingeniería es el aprovechamiento de herramientas para optimización, las cuales están basadas en la utilización de redes neuronales artificiales (RNA), donde las RNA forma parte de las tecnologías de inteligencia artificial, teniendo un gran potencial para poder manejar problemas tales como la búsqueda, optimización, predicción y la estimación de variables en sistemas no lineales (Song y Zhang, 2001; Song *et al.*, 1995)

Cuando se trabaja con procesos complejos, como lo es la cristalización, el desarrollo de un modelo preciso y una técnica de optimización son altamente demandadas y son de igual forma una tarea difícil. Por ello, una de las técnicas más efectivas que ofrece una alternativa para poder modelar problemas complejos es el uso de RNA's, las cuales permiten llevar a cabo la búsqueda por optimización de las condiciones fenomenológicas para obtener mejores propiedades cristalográficas.

## **OBJETIVO**

Mejorar las condiciones fenomenológicas del proceso de cristalización batch con regulación a vacío mediante el aprendizaje o entrenamiento de una red neuronal artificial la cual sea capaz de predecir las condiciones a las variables de respuesta del proceso.

## **OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Realizar una búsqueda rigurosa sobre la selección de una red neuronal acorde al comportamiento fenomenológico del proceso de cristalización batch con regulación a vacío, a partir de datos históricos del proceso de cristalización.
- Desarrollar la red neuronal con las funciones y la base de datos del proceso de cristalización batch con regulación a vacío.
- Plantear casos de estudio del proceso de cristalización batch con regulación a vacío para predecir las mejores condiciones a las variables de respuesta mediante la red neuronal artificial desarrollada.
- Efectuar pruebas experimentales para evaluar los resultados de la red neuronal artificial.

## JUSTIFICACIÓN

El azúcar de caña es considerado uno de los productos de consumo básico, donde en los últimos años ha tenido una gran diversidad de aplicación por lo que su demanda ha crecido de manera considerable. La producción obtenida en el año 2015 fue de 174 millones de toneladas a nivel mundial, siendo Brasil el principal productor con 35 millones de toneladas, mientras que México es sexto productor con un total de 5.9 millones de toneladas. Teniendo un consumo per cápita de 23.5 kg a nivel mundial, mientras que en México es de 37.9 kg (SAGARPA, 2016).

La cristalización batch es una operación unitaria ampliamente usada en la producción de químicos finos, farmacéuticos, agroquímicos y alimentos, como lo es el azúcar de caña. Los productos obtenidos deben satisfacer estrictos estándares de calidad y obtener una adecuada distribución del tamaño del cristal (DTC). Para lograr esta meta se contemplan las variables predominantes en el proceso, como lo son la temperatura, agitación y presión de vacío.

La cristalización se encuentra en constante evolución en sus métodos para obtener resultados óptimos, por ello, el tener un gran conocimiento en el proceso es indispensable para poder operar las variables predominantes (agitación, temperatura y presión de vacío) y así manipularlas adecuadamente en el proceso.

Con base a lo anterior, se propone acoplar un nuevo método para mejorar la calidad de la DTC, este método conlleva tener una gran base de datos obtenidos durante varias etapas de experimentación en un equipo de cristalización batch. Ésta técnica conlleva la utilización de redes neuronales artificiales (RNA), donde, por medio de entrenamiento se obtendrán, los valores óptimos para el proceso (Castañeda *et al.*, 2016).



**CAPÍTULO 1**  
**FUNDAMENTOS TEÓRICOS**

## CAPÍTULO 1 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

A continuación, se presentan conceptos teóricos importantes que coadyuvaron para el desarrollo del presente, de la misma manera se mencionan aquellas contribuciones que han beneficiado al mismo.

### 1.1 Antecedentes científicos

Sha y Malinov (2005) diseñaron modelos y módulos para poder ser entrenados e integrados en productos para la simulación de una Red Neuronal Artificial (RNA) capaz de monitorear y predecir una variedad de correlaciones y fenómenos entre las condiciones químicas y de procesamiento, así como las propiedades finales en las aleaciones de titanio.

Friedrich *et al.* (2006) desarrollaron una técnica predictiva para las propiedades de desgaste de la composición de la matriz polimérica. Todo ello, mediante una base de datos experimentales de la poliamida 4.6, conformada por datos de materiales de composición, propiedades mecánicas y características de desgaste. Donde como objetivo fue optimizar la base de datos mediante la aplicación de una RNA de retropropagación.

González-García *et al.* (2008) desarrollaron un algoritmo para el monitoreo continuo de las concentraciones de biomasa y etanol, así como la tasa de crecimiento en el proceso de fermentación de mezcal. El algoritmo realiza su cometido mediante la disponibilidad de las mediciones en línea del potencial redox. El procesamiento combina un RNA que relaciona el potencial redox con las concentraciones de etanol y biomasa con un algoritmo no lineal basado en las estimaciones de biomasa de la RNA para intervenir en la tasa de crecimiento en el proceso de fermentación. Resultando que el potencial

redox es un indicador valioso de la actividad metabólica de los microorganismos durante la fermentación de Mezcal.

Hayajneh *et al.* (2008) diseñaron un modelo predictivo de propiedades físicas y la dureza de los compuestos de carburo de aluminio y cobre/silicio sintetizados por medio de una RNA de retropropagación. Teniendo como variables de entrada porcentaje peso del cobre y la fracción de volumen de las partículas reforzadas. Para obtener resultados de la densidad, la porosidad y la dureza. Los resultados del error absoluto relativo corresponden al 5.99%.

Singh *et al.* (2009) mediante la utilización de una RNA basada en modelos predictivos para los daños generados por la perforación inducida en la fibra de vidrio reforzado con laminados de plástico unidireccional, con el objetivo de poder reducir de manera severa, los daños generados por el laminado.

Kashani y Shahhosseini (2010) desarrollaron una metodología basada en la aplicación de redes neuronales artificiales dinámicas para los reactores de procesos por lotes. El entrenamiento lo llevaron a cabo por validación cruzada. Con el fin de reducir el número de parámetros de entrada, mediante la aplicación de datos experimentales de literatura, logrando predicciones demasiado precisas.

Ozsahim *et al.* (2012) utilizaron una RNA para predecir el efecto de fracción volumen, la presión compacta y tiempo de molienda sobre la densidad verde, densidad de sintetización y la dureza del  $Al - Al_2 - O_3$  utilizando como parámetros de entrada en la RNA la fracción volumen, presión compacta y duración del tiempo de molienda. Teniendo la densidad verde, densidad de sinterización y dureza de los materiales compuestos como los valores propuestos obtenidos para la RNA. Resultando un porcentaje de error absoluto medio no mayor del 5.53%, siendo éstos valores satisfactorios.

Ozsahim *et al.* (2013) desarrollaron un modelo que cubriera mejor las necesidades en la molienda mecánica, mediante la implementación del modelado con una RNA, donde propone la optimización del proceso mediante una nueva técnica de control mediante un modelo predictivo del agente de control del proceso de molienda mecánica.

Jahedsaravani *et al.* (2014) desarrollaron un modelo mediante el uso de RNA capaz de poder predecir con precisión las características de la espuma generada en el rendimiento de flotación de la superficie de extracción, mediante el análisis de sus condiciones de funcionamiento como son velocidad del flujo del gas, porcentaje de sólidos en suspensión, vaporizador, dosificador colector y pH.

Acuña *et al.* (2015) desarrollaron una RNA del tipo multicapa, para poder estudiar la composición de los materiales del concreto con el fin de obtener la resistencia de compresión del mismo por medio de sus parámetros de fabricación.

## **1.2 Avances científicos**

González-García *et al.* (2001) construyeron un modelo de tiempo continuo (conjunto de ecuaciones diferenciales ordinarias (EDOs)), mediante la utilización de técnicas de procesamiento de señales no lineales, basadas en redes neuronales artificiales, a partir de observaciones experimentales de oscilaciones en modo mixto durante la oxidación galvanostática del hidrógeno sobre platino en presencia de bismuto y cloruro. Utilizando el modelo para reconstruir la dinámica experimental y explorar las estructuras de bifurcación asociadas en el espacio de fases. Utilizando técnicas numéricas de bifurcación, localizaron soluciones periódicas estables e inestables, calcularon valores propios e identificaron puntos de bifurcación. Ésto constituye un prometedor proceso de procesamiento de datos para investigar el espacio de fase y el espacio de parámetros de sistemas experimentales reales.

Miranda (2003) planteó el modelo matemático del proceso de cristalización batch por enfriamiento con sembrado de cristales, para el desarrollo de un simulador dinámico capaz de predecir el comportamiento fenomenológico de la población de cristales dispersa en una fase continua, a partir de condiciones iniciales establecidas o como resultado de perturbaciones realizadas al sistema en tiempos avanzados de simulación.

Vera (2005) evaluó experimentalmente los módulos de sembrado, de DTC y los perfiles de temperatura, agitación y concentración de un simulador dinámico del proceso de cristalización batch por enfriamiento para lograr determinar la sensibilidad de los parámetros cinéticos del modelo para establecer límites de funcionalidad del simulador CristBatch Version 1.0.

Feyo de Azevedo y Georgieva (2006) desarrollaron un modelado mediante estrategias de control para un cristalizador por lotes para el procesamiento de azúcar, mediante el concepto de una RNA. Por medio de la manipulación de la tasa de flujo de alimentación de licor de azúcar. Considerando dos alternativas de control las cuales fueron un modelo de control predictivo (MCP, por sus siglas en inglés) y el control de retroalimentación linealizado (CRL).

Simchi *et al.* (2007) desarrollaron un modelo de RNA para el modelado de los efectos de los parámetros de aleación mecánica incluyendo el tiempo de molienda, velocidad de la molienda y la relación al peso de polvo, de polvos nanocompuestos. Considerando para el modelado el tamaño de los cristales y la tensión de la celosía de aluminio. Las características de las partículas se determinaron por difracción de rayos X, escaneado y microscopía electrónica de transmisión. Después se planteó la arquitectura de la RNA, perceptron multicapa (PMC), mediante variables de aprendizaje con algoritmos de retropropagación conocida como aprendizaje heurístico.

Ziegler y Heinemann (2007) diseñaron una RNA para obtener las condiciones factibles de la leche en polvo. Mediante la aplicando de una RNA general de regresión, la cual

fue desarrollada para predecir respuestas de cristalinidad de lactosa y grasa libre de la velocidad de tornillo procesador, temperatura de proceso, velocidad de alimentación de leche en polvo y la velocidad de adición de lecitina.

Chabriat *et al.* (2010) desarrollaron un control predictivo de un modelo no lineal (CPMN) para el seguimiento del proceso de cristalización industrial. Un modelo de RNA se utilizó para poder diseñar el modelado, para lograr mejorar la masa de cristales en la solución.

Feyo de Azevedo *et al.* (2010) llevaron a cabo una estrategia para el control avanzado factible para la operación de cristalización batch de etapas múltiples de azúcar a nivel industrial. Mediante la generación de una modificación de control predictivo de un modelo no lineal (CPMN), ejecutando el CPMN, con una toleración de errores (CPMTE), mediante un modelo predictivo de una red neuronal artificial recurrente, generando así un simulador dinámico de cristalización CPMTE+RNA, el cual mejoró el punto final del proceso.

Rosales-Colunga *et al.* (2010) desarrollaron un RNA para estimar la producción de hidrogeno en procesos fermentativos. Se seleccionó una RNA de tipo Backpropagation de una capa oculta con 12 nodos. El entrenamiento de la RNA se realizó utilizando el algoritmo de gradiente conjugado y mediciones en línea de CO disuelto, pH y potencial de óxido-reducción durante las fermentaciones de suero de queso por *Escherichia coli* DhycA DlacI.

Arpornwichanop *et al.* (2011) propusieron una RNA basada en la regulación de la cristalización por lotes de sulfato de potasio. Donde primero se desarrolló la RNA para poder capturar la dinámica no lineal de la cristalización en términos de la concentración de la solución dentro del cristalizador batch, mediante la ubicación de la temperatura de funcionamiento óptima y así mejorar la calidad del producto cristalino.

Matynia *et al.* (2012) diseñaron un modelo numérico usando RNA para la determinación del efecto de los iones de sulfato en la cinética del proceso de cristalización de minerales de fosfato del grupo estruvita. La red se utilizó como una correlación entre parámetros multidimensionales seleccionados del proceso de control, produciendo valores de manera no lineal. Obteniendo datos experimentales correctos y con alta precisión.

Rosete (2015) desarrolló mediante instrumentación virtual las superficies de respuesta que predicen los comportamientos dinámicos de la Masa de Cristal Formado (MCF) y D(4,3) al implementar perfiles de regulación de vacío en el proceso de cristalización por lotes.

Castañeda *et al.* (2016) llevaron a cabo el modelado del proceso de cristalización en la industria farmacéutica, mediante el uso de RNA, para poder identificar los parámetros principales para optimizar la cristalización de un producto específico farmacéutico y así conseguir una mejora sustancial en la calidad del producto. La RNA se diseñó utilizando como insumos de variación la temperatura, contenido de agua, volumen, concentración, tiempo de adición de disolventes, pH y velocidad de agitación para poder predecir la densidad cristalina.

Bhattacharjee y Tollner (2016) desarrollaron una red neuronal recurrente que es capaz de pronosticar eventos futuros utilizando series de tiempo dinámico, mediante el análisis de sensibilidad de manera detallada de la red neuronal recurrente con el fin de identificar los parámetros que son importantes para la predicción de los componentes de calidad del agua. Ellos usaron una base de datos de series de tiempo de nueve años de precipitación, temperatura, volumen del estanque, el volumen de material en la plataforma, sólidos suspendidos totales, la demanda biológica de oxígeno y nitrato.

### 1.3 Cristalización

La cristalización es una operación unitaria que consiste en purificar químicos orgánicos e inorgánicos mediante la separación sólido-líquido, en donde un componente de una solución sobresaturada es transferido a una fase sólida en forma de cristales que precipitan, obteniéndose la presencia de una fase continua y una fase dispersa que a su vez dan lugar a la presencia de fenómenos fisicoquímicos como nucleación, crecimiento, atrición (pérdida porcentual de materia, debido a la fricción entre partículas) y muerte de los cristales (Jones, 2002; Velázquez *et al.*, 2010). Alrededor de un 60% de la producción en la industria química se fabrica como partículas y un 20% adicional utilizando polvos como ingredientes. Incluyendo entre las partículas a la cristalización (Shi *et al.*, 2006).

Las propiedades de un producto cristalino, tales como, distribución de tamaño, tamaño medio de cristal, pureza y forma son fuertemente influenciadas por la geometría y el tipo de cristizador, las condiciones de operación y las propiedades de las fases líquido y sólido. En general, la cristalización tiene por objetivo obtener un producto que tenga una DTC, tamaño de grano y pureza específicas, que dependerán a la industria en que este dirigido el producto cristalino.

Por lo tanto, es necesario conocer la sobresaturación local y media, así como el tiempo de residencia del sólido en la solución sobresaturada. La sobresaturación es el prerrequisito para la nucleación y el crecimiento, las cuales son decisivas para la formación de la fase sólida y su acontecimiento (distribución del tamaño de cristal y su forma). El grado de sobresaturación es determinado por los flujos de materiales y energías, así como también por las cinéticas de cristalización (nucleación y crecimiento). En adición a las leyes de conservación de materia y energía, el balance de población es importante porque describe la distribución de tamaño de cristal en un producto requerido, en función del tiempo de proceso y de la longitud del cristal (Mersmann, A., 2001).



### **1.3.1 Cristalización de azúcar de caña**

La industria azucarera fue sin lugar a dudas la base para el establecimiento de muchas otras, en la que el proceso de cristalización es la parte motora de dichas industrias. A grandes rasgos, la producción del azúcar de caña se inicia con la extracción del jugo o guarapo a través de una etapa de molienda y maceración. Una vez obtenido el jugo se somete a una etapa de sedimentación y clarificación para después hacerlo pasar por una etapa de evaporadores al vacío de múltiple efecto con el objetivo de eliminar cerca del 66% del agua contenida, con lo que se obtiene un jarabe o meladura. Este último pasa a otra etapa de clarificación en la que se añade cal, ácido fosfórico y un polímero floculante. La siguiente etapa es la cristalización, la cual es llevada a cabo en tachos al vacío de simple efecto, donde el jarabe se evapora hasta llegar a la saturación de la solución de azúcar, que es cuando se añaden las semillas que servirán de núcleos para los cristales de azúcar. El crecimiento de los cristales continua hasta que se llena el tacho. La siguiente etapa es la separación del jugo de los cristales de azúcar a través de grandes centrífugas. Los cristales son entonces transportados en bandas vibratorias o giratorias para ser secados por aire caliente. Después se someten a un enfriamiento para finalmente ser empacados (Spencer y Meade, 1963; Chen, 2000).

### **1.3.2 Cristalización batch con regulación a vacío**

La cristalización batch a vacío es un fenómeno muy complejo debido a la interrelación de las propiedades de la suspensión a cristalizar y a mecanismos no conocidos totalmente como cinéticas de crecimiento de cristales, nucleación de cristales y atrición. Puesto que el objetivo de control es obtener cristales uniformes del tamaño deseado, se requiere que todas las fuerzas conductoras se mantengan en rangos estables deseables.

El ciclo de producción de cristales de azúcar se divide en varias fases secuenciales. Durante la primera fase, el cristalizador se llena parcialmente con un jugo que contiene

sacarosa disuelta (denominada licor). El licor se concentra por evaporación por medio de vacío, hasta alcanzar la sobresaturación. En ésta etapa, se introducen cristales de siembra en el cristalizador para inducir la producción de cristales. Este es el comienzo de la segunda fase (cristalización). A medida que se evapora el agua, la concentración de azúcar disuelto aumenta, dando como resultado un crecimiento de cristales. A medida que se produce la evaporación, se añade más licor o agua al cristalizador. Por razones económicas, hacia el final de ésta fase, el licor se sustituye por otros jugos de menor pureza (denominados jarabe). La tercera fase consiste en controlar la velocidad de transmisión de calor a través de la superficie de calentamiento del cristalizador. Al final de un lote, el cristalizador contiene una suspensión de cristales de azúcar en jarabe, que se deja caer en un mezclador de almacenamiento antes de la centrifugación. El objetivo del proceso es obtener azúcar de alta calidad, que se mide en términos de pureza, forma y DTC al final del lote (Simoglou *et al.*, 2005).

#### **1.4 Cinéticas de nucleación de cristal**

La nucleación y crecimiento son los fenómenos cinéticos que influyen en la distribución del tamaño del cristal (Rawlings, 1993). La fuerza impulsora para que la nucleación y crecimiento tengan lugar, es la sobresaturación. Ésta varía dependiendo de las diferentes zonas que pueden ocurrir durante el enfriamiento de una solución y permite que la nucleación y el crecimiento existan simultáneamente y compitan por el soluto disponible. En la Figura 1.1 se observan las etapas del proceso de nucleación y las diferentes zonas de sobresaturación.

La zona inestable corresponde a la zona donde ocurre la nucleación espontánea homogénea o heterogénea de una fase sólida. La zona metaestable corresponde a la zona en la cual la nucleación homogénea y heterogénea no ocurre inmediatamente, pero sí ocurre el crecimiento de cristales, y la zona insaturada corresponde a la región en donde no hay formación ni crecimiento de cristales (Bolaños, 2000).

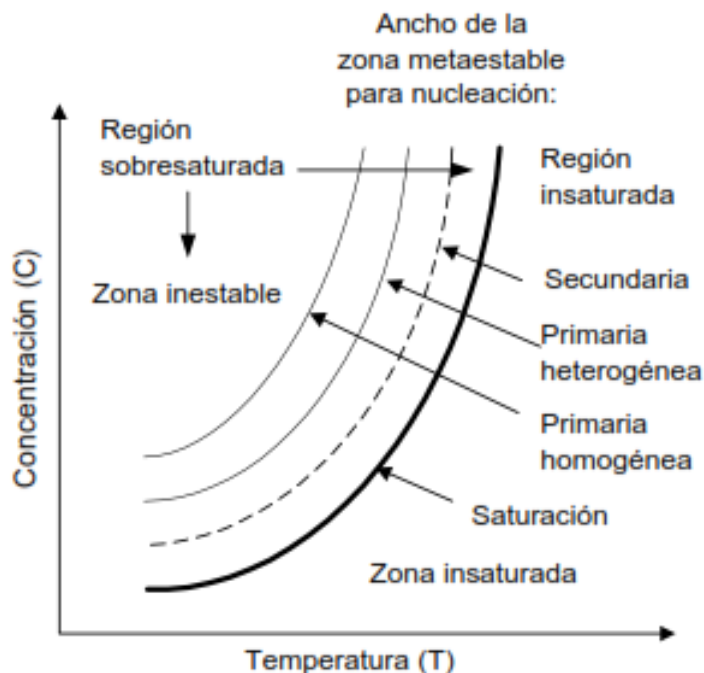


Figura 1.1 Etapas del proceso de nucleación y las diferentes zonas de sobresaturación.

#### 1.4.1 Saturación y sobresaturación

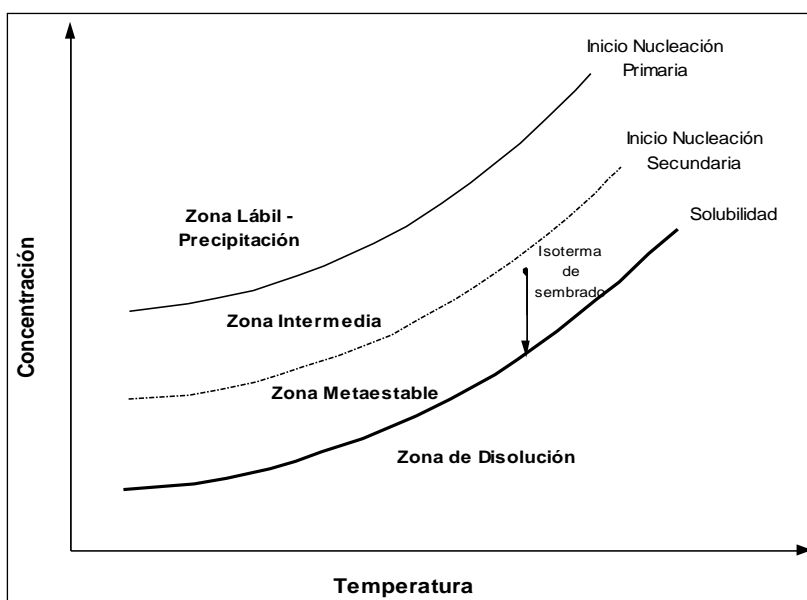
Se denomina solución saturada a aquella que ha alcanzado la solubilidad límite a una determinada condición de temperatura, presión, concentración. De ésta manera, si se mantiene constantes las condiciones externas (temperatura, presión y concentración) de las dos fases involucradas: líquida-sólida, coexistirán indefinidamente alcanzando un estado de equilibrio (Sanchez, 2013).

La sobresaturación está basada en una diferencia termodinámica entre concentración de la solución y la concentración en equilibrio (saturada). La diferencia del potencial químico entre las dos etapas define el grado de sobresaturación. En la práctica los potenciales químicos están relacionados con la concentración de la solución; y la sobresaturación ésta típicamente expresada como una relación entre la concentración de la solución y la concentración de saturación (Rosete, 2015).

La saturación es un estado de equilibrio estable. Si una solución se concentra por evaporación, o si se enfría más allá del punto de saturación, los cristales se forman de manera espontánea, debido a la sobresaturación que alcanza los límites en la llamada segunda zona metaestable o lábil. Para conservarla es necesario entonces mantener la evaporación del agua y el aprisionamiento del material por concentrar. Para que exista la sobresaturación, la solución debe tener una concentración que exceda la concentración de saturación. Ésta varía dependiendo de las diferentes zonas de concentración (Rawlings *et al.*, 1993).

La curva que describe la dependencia de la solubilidad límite del soluto en el solvente con la temperatura a una presión dada, se conoce como curva de solubilidad y a partir de ésta es posible determinar la concentración del soluto en el solvente cuando se alcance el equilibrio (Mishournyi *et al.*, 2002).

La sobresaturación varía dependiendo de las diferentes zonas de concentración (intermedia, metaestable y lábil) que pueden ocurrir durante el enfriamiento de una solución (Figura 1.2). Éstas zonas están limitadas por el equilibrio y las líneas de nucleación (Lang *et al.*, 1999).



**Figura 1.2 Zonas de concentración**

Donde:

- Zona de disolución: no existe formación ni crecimiento de cristales.
- Zona metaestable: próxima a la saturación, aquí los cristales existentes crecen, pero no se pueden formar nuevos.
- Zona intermedia: se pueden formar nuevos cristales, pero sólo en presencia de los existentes.
- Zona sobresaturada inestable o lábil: donde la cristalización espontánea es probable pero evitable.

La sobreturación es necesaria para que se efectúe la nucleación y el crecimiento del cristal. El grado de sobresaturación es determinado por los flujos de materiales, así como también por las cinéticas de cristalización (nucleación y crecimiento). La manera de generar la sobresaturación de la solución y permitir la nucleación y crecimiento de los cristales dentro del proceso se puede efectuar mediante los siguientes puntos.

La sobresaturación ésta expresada como una diferencia de concentración ( $\Delta C$ ).

$$\Delta C = C - C_{\text{sat}} \quad (1.1)$$

Y como sobresaturación relativa:

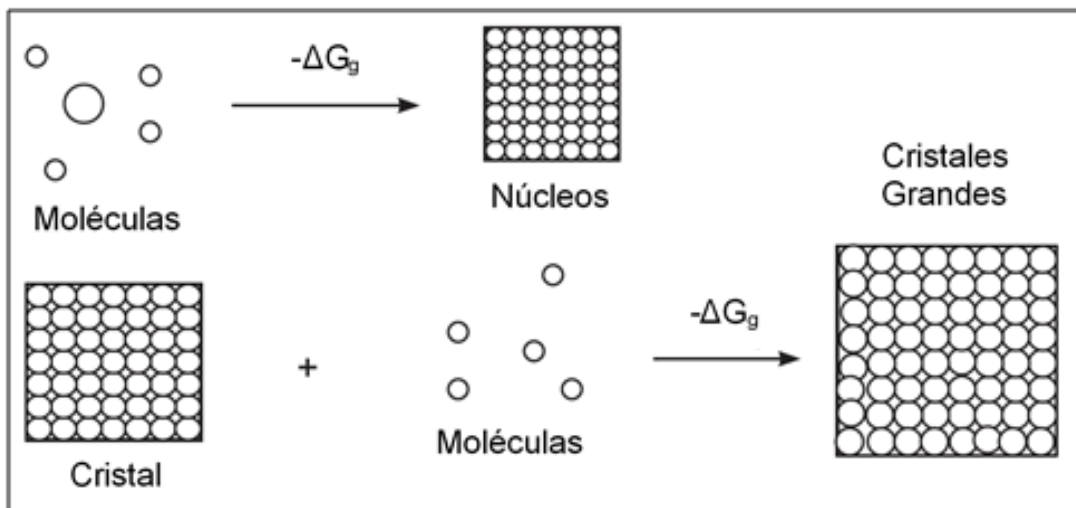
$$S_r = \frac{C - C_{\text{sat}}}{C_{\text{sat}}} \quad (1.2)$$

### 1.4.2 Nucleación

La nucleación en el proceso de cristalización se produce como consecuencia de rápidas fluctuaciones locales a escala molecular en una fase homogénea que está en estado de equilibrio. Debido a las fluctuaciones, una unidad cinética individual penetra con frecuencia en el campo de fuerza de otra y las dos partículas se unen momentáneamente. Pero si se mantuvieran unidas, se pueden unir otras partículas sucesivamente, este comportamiento recibe el nombre de agregados. Cuando el

agregado empieza a aumentar su tamaño recibe el nombre de embrión, el cual tiene una vida muy corta, ya que al romperse forma nuevos agregados o unidades individuales. Pero dependiendo de la sobresaturación, algunos embriones crecen de tamaño hasta alcanzar un equilibrio termodinámico con la solución. En este caso el embrión recibe el nombre de núcleo, los núcleos se encuentran en equilibrio inestable, donde si pierde unidades se disuelve y si gana unidades se transforma en un cristal. La velocidad de nucleación es el número de nuevos núcleos formados por unidad de tiempo y unidad de volumen de magma o aguas madres exentas de sólidos. Este es el primer parámetro cinético para controlar la distribución de los tamaños de cristal (Alvarado, 2009).

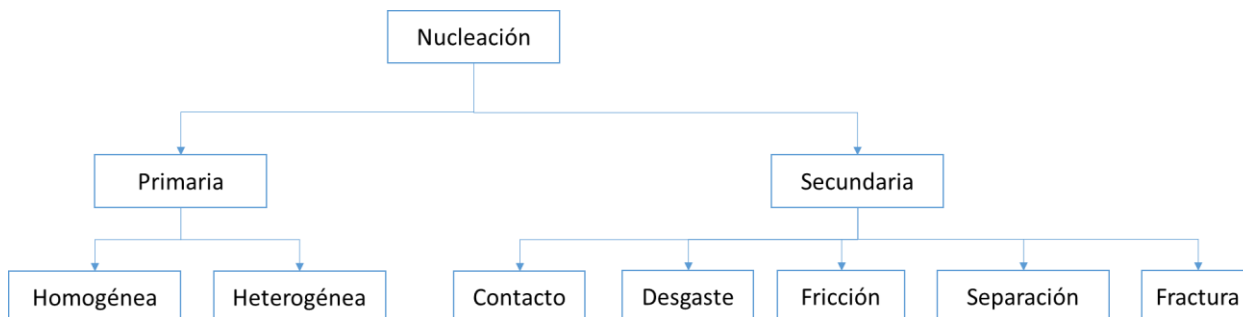
La cristalización es un proceso de dos etapas, nucleación y crecimiento de cristal, las cuales requieren un cambio de la energía libre de Gibbs, como se puede ver representando en la Figura 1.3.



**Figura 1.3 Representación sistemática de la cristalización (Jones, 2002)**

La complejidad del modelamiento matemático de la formación de nuevos cristales es una variedad de mecanismos que colectivamente reciben el nombre de nucleación. La

nucleación se clasifica en dos categorías: la nucleación primaria y la secundaria (Figura 1.4).



**Figura 1.4 Mecanismos de nucleación**

La nucleación primaria ocurre cuando no existen cristales y puede ocurrir espontáneamente en una solución pura (nucleación homogénea) o puede ser inducida por partículas extrañas como las impurezas; la nucleación está en función de la sobresaturación. Los niveles de sobresaturación de la nucleación heterogénea son a menudo altos para una buena velocidad de crecimiento de cristal y producción de cristales de una morfología deseable (Aguilar *et al.*, 2006).

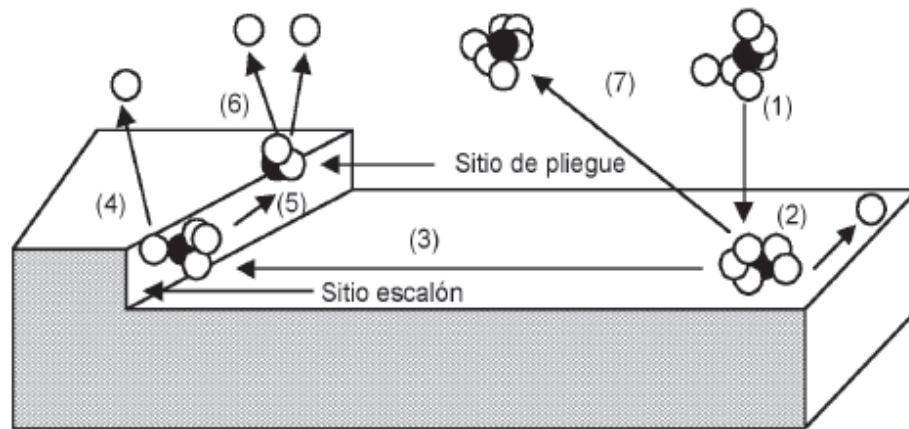
## 1.5 Crecimiento del cristal

El aumento del tamaño del núcleo o cristal sembrado, mediante la adición de soluto, capa por capa, es denominado crecimiento. El tamaño del cristal y la forma son propiedades comunes del cristal relacionadas con el proceso de crecimiento. La pureza del cristal, dureza y resistencia a la abrasión son otros parámetros frecuentes que determinan las características de calidad de un cristal en particular. El crecimiento del cristal puede definirse en diferentes escalas; nivel molecular, microscópico y macroscópico (Bolaños *et al.*, 2014).

Existen dos tipos de sitios superficiales donde los átomos pueden ser integradas en la estructura del cristal creciente: un sitio escalón y un sitio de despliegue, el escalón es una localización donde dos uniones cercanas pueden ser hechas por un átomo y un

crystal. Un sitio de despliegue es una localización donde tres uniones cercanas pueden ser hechas con el cristal. La superficie de un cristal presenta un entorno atómico que se puede modelar con las posiciones atómicas (Figura 1.5) que representan la cara de una red cúbica primitiva (Aguilar *et al.*, 2006).

- 1) Transporte de soluto de la solución a la superficie del cristal
- 2) Adsorción en la superficie del cristal
- 3) Difusión sobre la superficie
- 4) Fijación en un escalón
- 5) Difusión a través de un escalón
- 6) Integración en el cristal en un punto de pliegue
- 7) Liberación de calor de cristalización y su transporte lejos del cristal



**Figura 1.5 Etapas de crecimiento de cristal**

## 1.6 Distribución del tamaño de cristal (DTC)

A nivel industrial, frecuentemente, el sembrado de cristales se maneja manualmente y debe hacerse al principio de la operación cuando la nucleación espontánea es nula. El tiempo de adición de los cristales a ser sembrados es muy crítico, ya que debe efectuarse en el momento en que la solución está saturada, pues de lo contrario cuando se realiza la siembra de los cristales en una solución saturada, existe la dilución de los mismos y al contrario, cuando la adición de éstos se realiza en una solución demasiado



sobresaturada, se presenta una indeseable nucleación primaria (espontánea) con la consecuencia de que la velocidad de nucleación cambia de batch a batch (Rosete, 2015).

Las variables del sistema que producen efectos sobre la distribución del tamaño del cristal son la temperatura de la solución, la agitación y la presión que existe en el sistema; si se logra un buen control de éstos parámetros se puede alcanzar una distribución de cristal uniforme, lo que dará como resultado un producto (cristal) con una mayor pureza, un tamaño uniforme y una estabilidad en los sistemas de cristalización (Rohani *et al.*, 1999).

La DTC es la manera como los cristales se encuentran presentes en el proceso de separación. Este es el aspecto más importante a analizar debido a que si existe una buena DTC se puede conseguir un mejor producto en cuanto a pureza, tamaño de cristal y rendimiento (Hu *et al.*, 2005). La DTC está regida fuertemente por la sobresaturación que alcance la solución debido a que influye en los parámetros cinéticos de los cristales tales como la aglomeración, agotamiento, velocidad de nucleación y velocidad de crecimiento (Rosete, 2015).

La calidad del cristal se refiere a las propiedades como la medida del tamaño del cristal, la DTC, la forma y la composición de los cristales producidos. Medir la DTC en línea es bastante complicado en el control de la cristalización. La medición de la DTC se lleva a cabo mediante: tamizado, difracción de rayo láser y microscopía electrónica. La mayoría de éstas técnicas requiere el uso de una medición indirecta de una propiedad de la partícula y de un buen modelo del proceso (Redman, 1997).

La DTC es de elemental importancia ya que influye en el rendimiento de las operaciones posteriores, por ejemplo: filtración (separación), secado, transporte y almacenaje, así como la calidad del producto cristalino, la cual es determinada por el diámetro del cristal

en % volumen D(4,3) y su desviación estándar en % volumen S(4,3) (Bolaños *et al.*, 2014).

### 1.6.1 Factores que afectan la DTC

La DTC está regida fuertemente por la sobresaturación que alcance la solución debido a que influye en los parámetros cinéticos de los cristales tales como la aglomeración, agotamiento, velocidad de nucleación y velocidad de crecimiento. Las variables del sistema que producen efectos sobre la distribución de tamaños de cristales son la temperatura de la solución, la concentración, la agitación, tipo de agitadores empleados, la presión y geometría del sistema y el contenido de impurezas; si se logra un buen control de éstas variables se podrá alcanzar una distribución de cristal uniforme, lo que dará como resultado un producto (cristal) con una mayor pureza, un tamaño uniforme de cristales donde con base a éstos parámetros, dependerá de obtener una DTC adecuada (Amira, 2011), y una estabilidad en los sistemas de cristalización (Rohani *et al.*, 1999; Akrap *et al.*, 2010; Velázquez *et al.*, 2010; Kardum *et al.*, 2012; Chianese y Kramer, 2012).

En la Figura 1.6, se analizan los factores que afectan la DTC. Se presenta el balance de población como la ecuación central con referencia a la DTC (Bolaños, 2000).

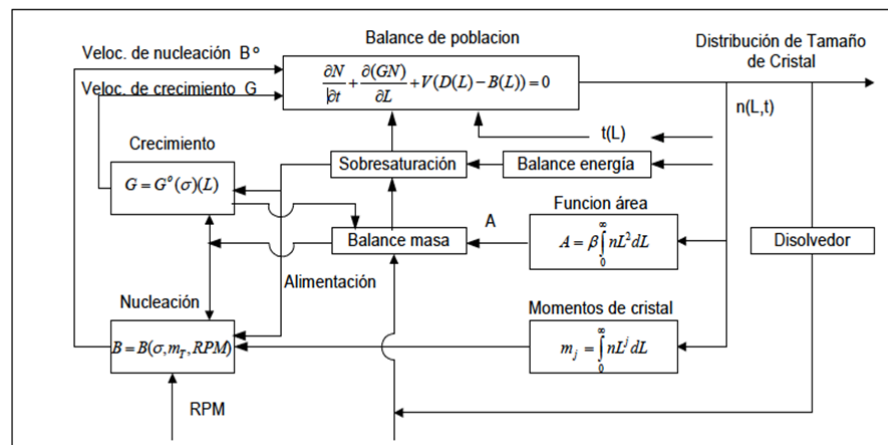


Figura 1.6 Factores que afectan la DTC

La cantidad de cristales sembrados y su DTC afectan significativamente la DTC final, (Sakar, 2006). En la cristalización batch con sembrado la nucleación puede ser suprimida mediante el incremento de la cantidad de semilla, pero un exceso resulta en disminución del tamaño medio del cristal (Hojjati y Rohani, 2005). Ma *et al.* 2002 reporta que en forma experimental el efecto de la cantidad de cristales sembrados es más importante y más simple que el efecto proporcionado por la DTC de semilla.

### 1.6.2 Presión de vacío

En la operación de la cristalización puede hacerse uso de dos sistemas de presión, el de vacío y el de vapor. El buen manejo de ambas presiones dará una DTC deseada, debido a que influyen en el proceso de vaporización porque están directamente relacionadas con la temperatura que posea el sistema.

El adecuado control de las presiones permite que la solución tenga un adecuado seguimiento de la temperatura (Figura 1.7).

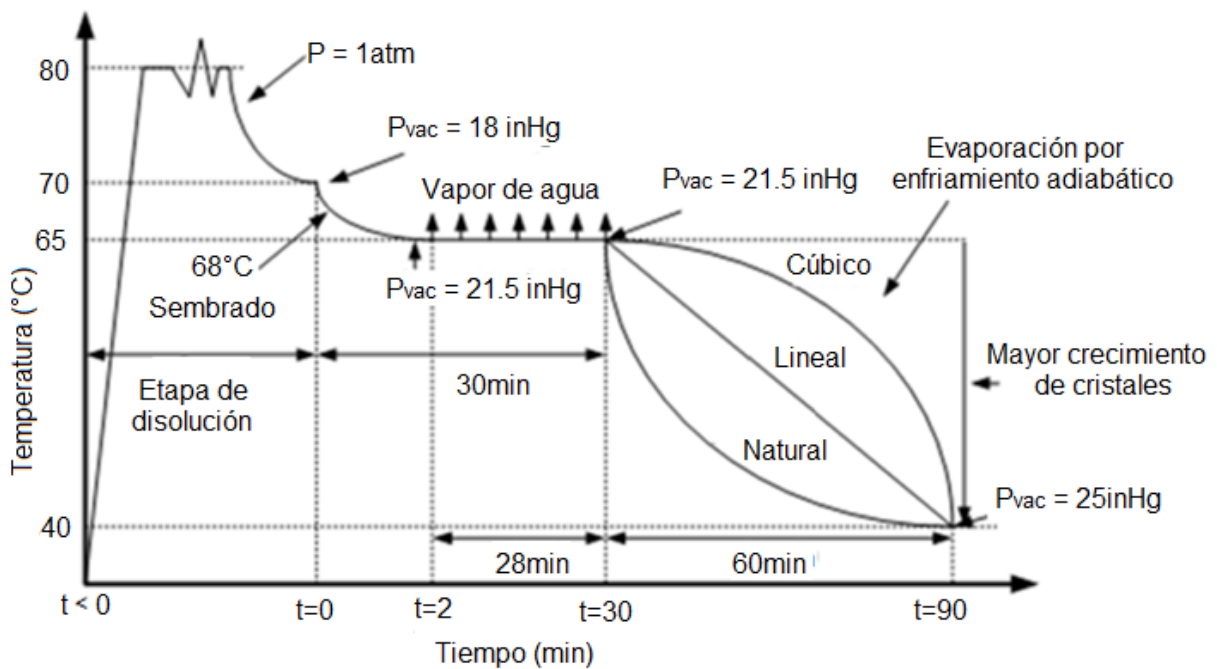


Figura 1.7 Perfiles dinámicos de presión de vacío presentados por Bolaños *et al.* (2008)

### **1.6.3 Temperatura**

Ésta variable afecta la solubilidad de la mayoría de las sustancias, ya que en la mayoría de los compuestos iónicos la solubilidad de la sustancia sólida aumenta con la temperatura. También se puede agregar que, si no se lleva a cabo un buen seguimiento y control sobre este factor, la distribución del tamaño de cristal no es uniforme ya que, si se produce una evaporación o enfriamiento excesivo, no se obtendrá el tamaño y pureza de cristal deseados debido a choques térmicos que modificarán la forma de los cristales (Alvarado, 2009).

### **1.6.4 Velocidad de agitación**

El controlar de manera adecuada la velocidad de agitación, genera homogeneidad en la suspensión, pero un aumento desmedido de la agitación puede provocar la abrasión y ruptura de los cristales formados. Por lo contrario, una agitación insuficiente, puede causar un fenómeno de aglomeración y formación de depósitos en el fondo del cristalizador (Kim *et al.*, 2002).

## **1.7 Modelado matemático**

El objetivo del modelado de la cristalización es proporcionar una descripción de la población de cristales dispersos en el licor madre. El concepto de balance de población da una teoría de distribución multivariable en los procesos de partícula y fue introducido por Hulburtz y Katz, (1964) y posteriormente formulado detalladamente para el proceso de cristalización por Randolph y Larson, (1988).

### **1.7.1 Modelado matemático de un cristalizador batch con regulación de vacío**

El modelo matemático para un cristalizador batch con regulación a vacío consiste en una serie de ecuaciones integro-diferenciales no lineales; su planteamiento requiere el

conocimiento de la operación unitaria de la cristalización a escala macroscópica y microscópica. La escala macroscópica, consiste en la nucleación primaria, el crecimiento de cristal, la ruptura de cristales debido a las colisiones cristal-cristal o cristal-agitador y balance de población. En la escala macroscópica, se tiene el modelo general de toda la operación unitaria de la cristalización (Gertlauer *et al.*, 2002). El modelo teórico del proceso de cristalización involucra al balance poblacional, en el que se define la DTC, balances de masa y energía, así como las relaciones constitutivas (Miller, 1993).

### 1.7.1.1 Balance de población

El modelo fundamental de los sistemas con partículas a menudo se enfoca en el marco de balances de población, los cuales permiten la derivación de sistemas de ecuaciones parciales integro-diferenciales no lineales, que describen la tasa de cambio de la DTC (Christofides *et al.*, 2000).

El balance de población está basado en la distribución de densidad de población  $n(L)$ , la cual se obtiene a partir del número de partículas por unidad de volumen  $N$ , en el intervalo de tamaño de cristal  $\Delta L$ , originando una ecuación parcial hiperbólica.

La ecuación de balance de población expresada en términos generales con respecto al tiempo es representada por la Ecuación 1.3 (Mersmann, 2001).

$$\frac{\partial n}{\partial t} + \frac{\partial(Gn)}{\partial L} + n \frac{\partial V}{V \partial t} + D(L) - B(L) + \sum_K \frac{n_K Q_K}{V} = 0 \quad (1.3)$$

Donde el término  $\partial n / \partial t$  da el cambio en el número de densidad con respecto al tiempo en un cristalizador batch y tiene el valor de cero en un equipo operado en continuo o en estado estable. La expresión  $\partial(Gn) / \partial L$  describe la diferencia entre cristales creciendo dentro y fuera de un intervalo de tamaño de cristal  $dL$  debido a la velocidad de

crecimiento del cristal  $G=dL/dt$ . El término  $n(\partial V/V\partial t)$  toma en cuenta los cambios en el volumen con respecto al tiempo. Los parámetros  $D(L)$  y  $B(L)$  representan la velocidad de muerte y velocidad de nacimiento, respectivamente; las cuales surgen debido a la aglomeración de los cristales o su agotamiento o rompimiento. Finalmente, el término de la suma de todos los flujos de partículas entrando y saliendo del cristalizador  $\sum_k(n_k Q_k / V)$ .

Bolaños (2000) realizó el desarrollo matemático para derivar la ecuación de balance de población (EBP) (Ecuación 1.4) para un cristalizador batch:

$$\frac{\partial(nV)}{\partial t} + V \frac{\partial(Gn)}{\partial L} = V(\alpha(L)) \quad (1.4)$$

Donde  $\alpha(L) = B_e + B_c + B_a - D(L)$ , definida como una función de producción-reducción de cristales de tamaño  $L$ , excepto los tamaños  $L_0$  por sobresaturación.

### 1.7.1.2 Métodos de solución de la EBP

Usualmente la solución de la EBP requiere de un gran tiempo computacional y técnicas de solución numéricas complejas, las cuales pueden clasificarse comúnmente en dos categorías; método estándar de momentos y discretización (método de clases). El método estándar de momentos (Randolph y Larson, 1988) es muy popular y su aplicación ha sido reportado por Choong y Smith (2004), donde se convierte la ecuación diferencial parcial que representa el balance de población en un conjunto de ecuaciones diferenciales ordinarias acopladas para los  $s$ -momentos considerados. La ventaja de este método es su fácil solución de las EDOs por software.

Otra técnica para EBP se basa en la discretización, donde la ecuación diferencial parcial es seccionada en clases de tamaño finito. Una vez hecha la discretización del dominio se reemplazan las integrales de la EBP por sumatorias generadas por el método. El

conjunto de ecuaciones diferenciales ordinarias no lineales simultaneas puede ser resuelto usando técnicas numéricas estándar (Sanchez, 2013).

### 1.7.2 Relaciones constitutivas

Para completar el modelado del proceso de cristalización, se requieren de las relaciones constitutivas para conocer el proceso de manera completa considerando: la nucleación y el crecimiento de cristales. Éstos dos fenómenos compiten en el cambio de fase desde la solución hacia la fase sólida. La relación existente entre el balance de población, tomando como coordenada interna el tamaño de cristal, y las relaciones constitutivas, se establece al definir el parámetro “densidad de población de cristales del tamaño del núcleo”, la cual es una suposición que simplifica la función distribuida de nacimientos  $B(L)$ , y se puede utilizar como condición frontera (Randolph y Larson, 1988).

La velocidad de nucleación está dada por la Ecuación 1.5, la velocidad de crecimiento del cristal se representa por la Ecuación 1.6, en donde se considera independiente del tamaño de cristal y la velocidad de producción-reducción de cristales de tamaño  $L$ , expresado por la Ecuación 1.7. La sobresaturación relativa (adimensional) está dada por la Ecuación 1.8.

$$B^0 = K_b S r^b M_T^J N_r^P \quad (1.5)$$

$$G = K_g S r^g N_r^q \quad (1.6)$$

$$\alpha(L) = B_e + B_c + B_a - D(L) = K_a S r^a M_T^k N_r^r F T M \quad (1.7)$$

$$S r = \frac{C - C_{sat}}{C_{sat}} \quad (1.8)$$

Donde:

$$M_T = \rho_c K_v \mu_3(t) \quad (1.9)$$

$$\mu_3(t) = \int_0^{\infty} nL^3 dL \quad (1.10)$$

$$FTM = \Delta L \left( \frac{n_i}{n_0} \right) * 1000 \quad (1.11)$$

La sobresaturación relativa es representada por  $S_r$ ,  $N_r$ , son las revoluciones por minuto del agitador,  $C$  expresa concentración, mientras que  $C_{sat}$  es la concentración de saturación a una temperatura dada,  $M_T$  ( $M_T = M_c/V$ ) es la masa total por volumen total,  $\rho_c$  es la densidad del cristal,  $K_v$  (adim) es el factor de forma del cristal,  $\mu_3$  es el tercer momento de la distribución de cristales,  $L$  es la longitud característica del cristal y FTM es un factor de transformación de malla. Los parámetros ( $K_b$ ,  $b$ ,  $j$ ,  $p$ ,  $K_g$ ,  $g$ ,  $q$ ), son ajustados a partir de datos experimentales mediante un método de optimización de ajuste de parámetros multivariable.

### 1.7.3 Balance de energía interior

La formulación de energía para el interior de un cristizador batch por enfriamiento ha sido reportado por diversos autores (Bolaños, 2000; Choong y Chiu, 2004). Posteriormente (Carrillo, 2006), desarrolló el balance de población para involucrar la variación del volumen del licor por efecto de la presión de vacío (Ecuación 1.12):

$$\rho V C P \frac{dT}{dt} = \frac{d(PV)}{dt} c - H_{ev} F_{ev} - \Delta H_c \rho_c K_v h \left( 3 \int_0^{\infty} G n L^2 dL + B^0 L_0^3 \right) + U_1 A_1 (T_j - Y_i) \quad (1.12)$$

donde ( $g/cm^3$ ), es la densidad de la solución,  $V$  ( $cm^3$ ) es el volumen del licor,  $c_p$  (cal/g °C), es el calor específico del licor,  $T$  (°C) es la temperatura del interior del cristizador,  $P$  (inHg) es la presión de la cámara de evaporación,  $c$  ( $3386.5307 \text{ N/m}^2 / ((1E06 \text{ cm}^3)(4.1868 \text{ J})) = \text{cal/min}$ ) es un factor de conversión de unidades,  $H_{ev}$  (cal/g) es la entalpía del agua evaporada,  $F_{ev}$  (g/min) es el flujo de agua evaporada,  $\Delta H_c$  (cal/g) es el cambio de entalpía de cristalización (calor de cristalización),  $U_1$  (cal/(°C)(min)( $cm^2$ ))



es el coeficiente global de transferencia de calor (vapor-acero-licor),  $A_1$  ( $cm^2$ ) es el área de transferencia de calor y  $T_j$  ( $^{\circ}C$ ) es la temperatura de la chaqueta de calentamiento.

#### 1.7.4 Balance de masa

El balance de masa para el soluto en la fase continua está dado por la Ecuación 1.13:

$$\frac{d(V_c C)}{dt} = - \sum_k \varepsilon_k Q_k C_k - R \quad (1.13)$$

donde  $V_c$  es el volumen libre de sólidos o la fase continua,  $V$  es el volumen total del licor (slurry),  $C$  es la concentración del soluto,  $\varepsilon$  es la fracción libre de sólidos ( $V_c/V$ ),  $Q$  es la velocidad de flujo volumétrico, el subíndice  $k$  indica la  $k$ -ésima corriente y  $R$  es la velocidad global de transferencia de masa del soluto de la solución hacia los cristales.

### 1.8 Simulación de procesos

La simulación de procesos es una técnica que ayuda a predecir, comparar, u optimizar el rendimiento de un proceso sin el costo y riesgo de interrumpir operaciones existentes o implementar uno nuevo. La simulación es una técnica que permita la representación del proceso, recursos, productos y servicios en un modelo matemático. Un modelo, al ser simulado, imita las operaciones del proceso (Harrington y Tumay, 2000).

### 1.9 Red neuronal artificial (RNA)

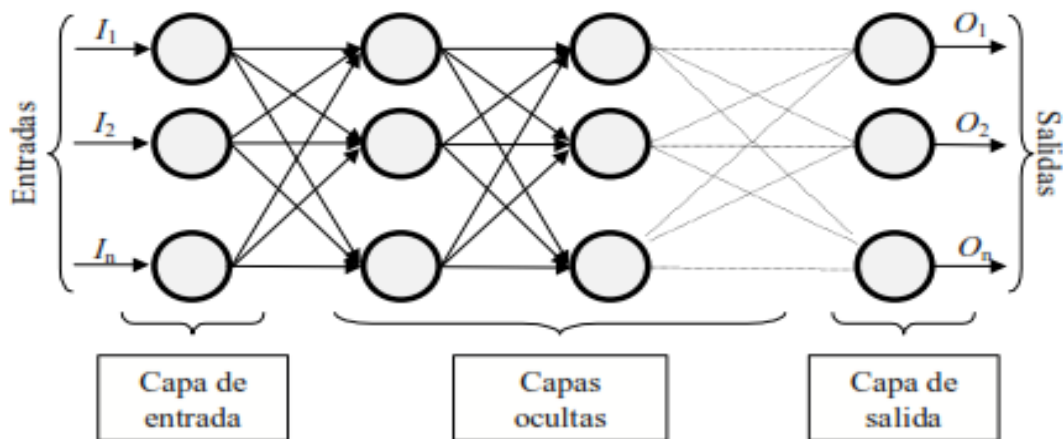
Un método relativamente novedoso para mejorar la precisión de la cinética estimada implica el uso de técnicas de RNA's en la cristalización para hacer la optimización más eficaz y relativamente rápida. Además, tales métodos de control requieren la solución en tiempo real del problema de optimización, por lo tanto, los modelos eficientes, tales como las RNA pueden aumentar el rendimiento computacional significativamente (Woranee *et al.*, 2012; Nahid y Zoltan, 2013).

Una RNA se inspira en el modelo biológico; es un procesador masivo paralelo distribuido que tiene una propensión natural para el almacenamiento de conocimiento de la experiencia y ponerla a disposición para su uso (Simon, 1994). Las RNA's están basadas en métodos de datos, en el sentido de que son capaces de aproximar las relaciones no lineales complejas a partir de datos del proceso y sin conocimiento previo de la estructura del modelo, pueden aprender de ejemplos, son tolerantes a fallos, son capaces de manejar los datos con ruido e incompletos y, una vez formadas, se pueden realizar predicciones a muy alta velocidad.

La RNA puede considerarse como un modelo de caja negra ampliamente aceptado como una tecnología utilizada en muchas aplicaciones de ingeniería, tales como en sistemas de control, el reconocimiento de patrones y proceso de modelado (Castañeda, 2016).

### 1.9.1 Estructura de una red neuronal

A continuación, se muestra (Figura 1.8) un esquema de una red neuronal:



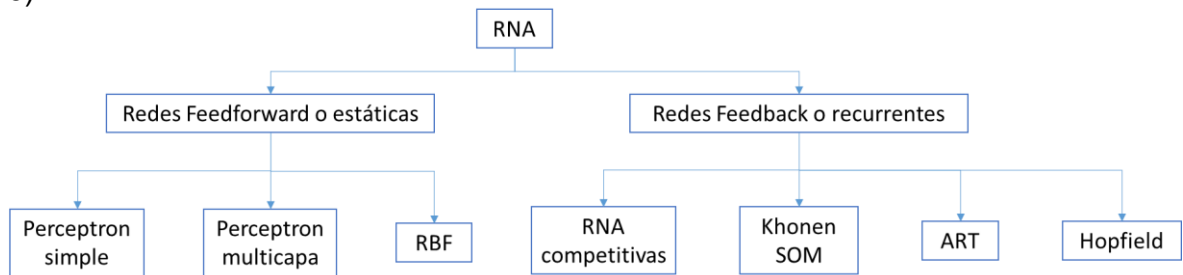
**Figura 1.8 Ejemplo de una red neurona totalmente conectada**

la misma está constituida por neuronas interconectadas y arregladas. En la figura se muestran 4 capas (1 entrada+ 2 ocultas+1 salida=4 capas). Los datos ingresan por medio de la capa de entrada, pasan a través de las capas ocultas y salen ya procesados

por la capa de salida. Cabe mencionar que las capas ocultas pueden estar constituidas por una o varias capas (Ruiz y Basualdo, 2001).

### 1.9.2 Clasificación general de una RNA

A continuación, se muestra un esquema general de clasificación de las RNA (Figura 1.9).



**Figura 1.9 Clasificación de las RNA**

Dependiendo del patrón de conexión pueden dividirse en:

- Redes de propagación hacia adelante (Feedforward): toda la información se procesa siempre hacia adelante desde la entrada hasta la salida. También se denominan estáticas porque una entrada determinada produce una única salida.
- Recurrentes o de retroalimentación (Feedback): en las cuales los bucles ocurren debido a conexiones de retroalimentación.

### 1.9.3 Entrenamiento de una RNA

El objetivo del entrenamiento de una RNA es conseguir que una aplicación determinada, para un conjunto de entradas produzca el conjunto de salidas deseadas o mayormente consistentes. El proceso de entrenamiento consiste en la aplicación secuencial de diferentes conjuntos o vectores de entrada para que se ajusten los pesos de las interconexiones según un procedimiento predeterminado. Durante la sesión de entrenamiento los pesos convergen gradualmente hacia los valores que hacen que cada entrada produzca el vector de salida deseado. Los algoritmos de entrenamientos o los procedimientos de ajuste de los valores de las conexiones de las RNA se pueden

clasificar en dos grupos: supervisado y no supervisado (Basogain, 2004).

### **1.9.3.1 Algoritmo de entrenamiento hacia atrás (Backpropagation)**

El algoritmo de aprendizaje backpropagation para redes neuronales se puede desarrollar para el procesamiento de señales no lineales. Como se muestran en la investigación de Lapedes y Farber, 1987, donde desarrollaron un método mediante la selección de dos temas comunes en el procesamiento de señales, la predicción y el modelado del sistema, mediante aplicaciones no lineales. En primer lugar, demostraron que la RNA puede usarse para predecir puntos en una serie de datos históricos altamente caóticos con una exactitud superior a los métodos convencionales. En segundo lugar, demostraron el uso de la RNA en el modelado de sistemas no lineales (Basogain, 2004).

### **1.10 Red de alimentación hacia adelante (Feedforward)**

Las RNA's del tipo feedforward son capaces de aproximar decisiones arbitrarias a una función continua de  $n$ -variables reales. Ésto se puede llevar a cabo mediante la utilización de una RNA feedforward con una única capa interna, una alimentación continua, logrando ser capaz de ajustarse a cualquier comportamiento no lineal (Cybenko, 1989).

También es posible utilizar una RNA del tipo feedforward con una aplicación de múltiples capas mediante el uso de una capa oculta por medio de funciones de aplazamiento arbitrarios, las cuales son capaces de aproximarse a cualquier grado deseado de precisión, siempre que se dispongan de unidades ocultas. Siendo así las RNA's feedforward multicapa una clase de aproximadores universales (Hornik *et al.*, 1989).

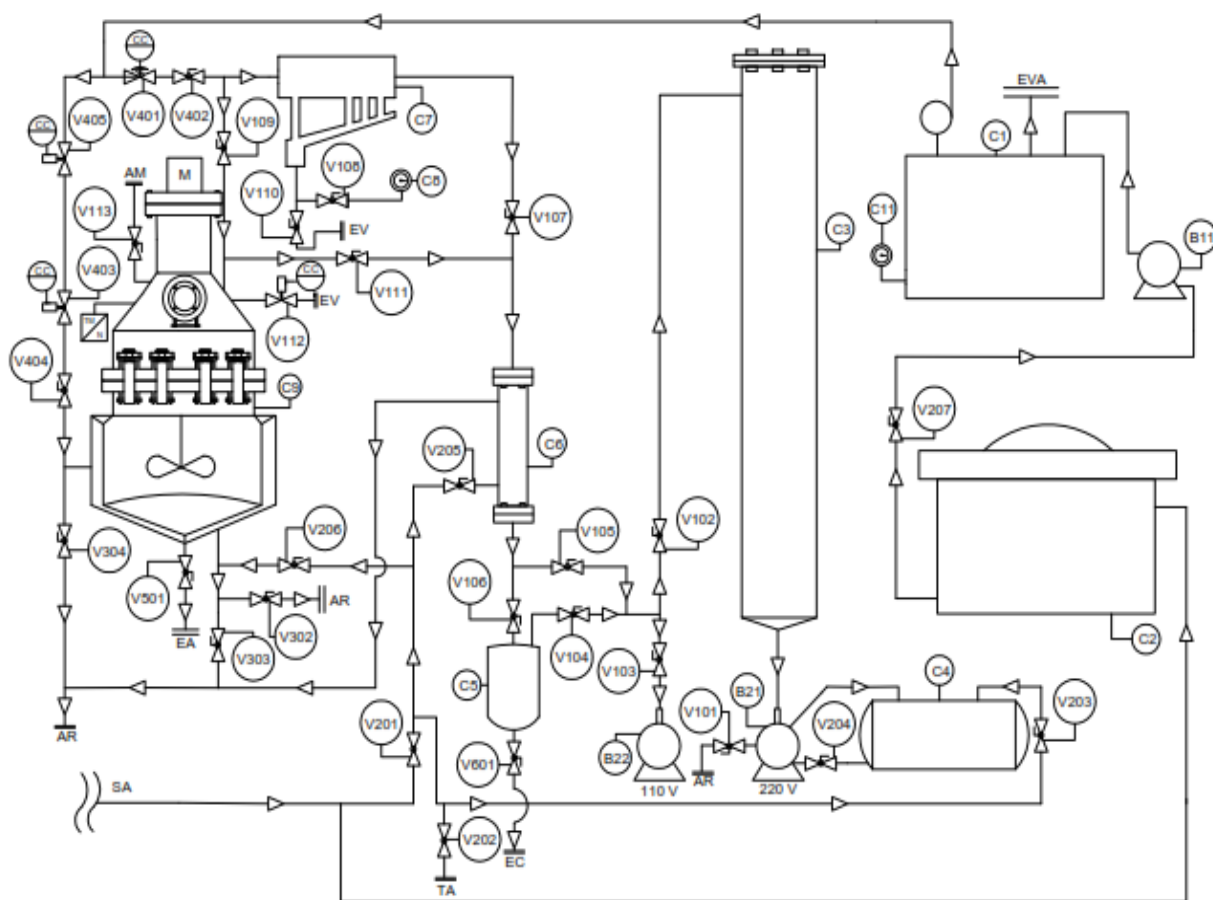
**CAPÍTULO 2**  
**MATERIALES Y MÉTODOS**

## CAPÍTULO 2 MATERIALES Y MÉTODOS

### 2.1 Materiales

#### 2.1.1 Cristalizador por lotes con regulación a vacío

La base de este proyecto es el uso de un cristalizador por lotes a vacío de acero inoxidable (Figura 2.1) con chaqueta de calentamiento-enfriamiento ubicado en el laboratorio de plantas piloto del Instituto Tecnológico de Orizaba.



**Figura 2.1 Diagrama del cristalizador batch con regulación vacío**

El cristalizador posee una capacidad de 12.7779 L en su interior y 11.1029 L en su chaqueta. En la Tabla 2.1 se especifican los dispositivos y accesorios del equipo.

Tabla 2.1 Dispositivos y accesorios de la planta piloto

Código	Instrumento
AM	Acceso a la muestra.
M	Agitador para tanque cerrado modelo NSDB de 0.125 HP de potencia, transmisión directa de 1,750 rpm de 1 fase 60 ciclos, 110 VCA totalmente cerrado sin ventilación de acero inoxidable 316, con brida de 4" de diámetro en acero inoxidable con flecha agitadora de 26" de longitud y 1/2" de diámetro en acero inoxidable 316 y un variador de velocidad con rango de 0 a 1,750 rpm con fusible integrado.
TM/N	Toma de muestra normal.
SA	Suministro de agua potable.
EV	Extracción de vacío.
AR	Agua de recirculación.
EA	Extracción de azúcar
EC	Extracción de condensados.
TA	Toma de agua.
EVA	Extracción de vapor.
CC	Conexión a computador.
C1	Generador de vapor marca SUSSMAN modelo MBA9. Presión máxima de trabajo 100 Psi. Voltaje de trabajo 240 VAC. Voltaje de control 120 VAC.
C2	Contenedor de agua para alimentación de la caldera.
C3	Condensador de superficie de acero inoxidable 316, con entrada de 1/2" y salida de 1/4" con una longitud de 27" y 4" de diámetro.
C4	Condensador de superficie de acero inoxidable 316.
C5	Trampa Termodinámica de 1/2" NPT. Rango de operación de 3.5 a 600 psi.
C6	Condensador de superficie de acero inoxidable 316.
C7	Trampa húmeda de acero inoxidable 316, con una longitud de 10" y 7" de diámetro, entrada, salida y purga de 1/2" de diámetro.

Tabla 2.1 Dispositivos y accesorios de la planta piloto (continuación)

	Válvula solenoide de control proporcional para vapor de 2 vías, de latón, orificio 8 mm, conexión roscada de ½" NPT, temperatura media 140°C.
C8	Vacuómetro para medio de la presión de vacío.
C9	Cristalizador de caña de azúcar con regulación a vacío.
C11	Manómetro.
V100	Válvula de vacío.
V200	Válvula de agua de suministro.
V300	Válvula de agua de recirculación.
V400	Válvula de vapor.
V500	Válvula de extracción de producto.
V600	Válvula de condensados.
B11	Bomba de suministro de agua.
B21, B22	Bomba de suministro de vacío.

### 2.1.2 Equipo de cómputo

El diseño de una RNA implica el uso de instrucciones que deben ser previamente entrenadas, a diferencia de los algoritmos los cuales son previamente programados. Esto significa que una RNA aprende de ejemplos, los cuales sirven para ajustar los parámetros de la red.

La potencia del procesado de una RNA se mide principalmente por el número de interconexiones actualizadas por segundo durante el proceso de entrenamiento o aprendizaje. Al considerar el diseño de una RNA con una cantidad considerable de interconexiones es indispensable contar con un equipo de cómputo con alta capacidad de procesamiento. En la Tabla 2.2 se muestra las características del equipo de cómputo usado en este trabajo.



Tabla 2.2 Características del equipo de cómputo

Modelo	HP Pavilion Notebook
Sistema operativo	Windows 10 Home Single Language 64 bits
Procesador	AMD A10-8700P Radeon R6, Quadcore 1.8 Ghz.
Memoria RAM	12 GB
Disco duro	1 TB

## 2.2 Métodos

### 2.2.1 Preparación de base de datos histórica

Como parte fundamental para el diseño de la RNA que sea capaz de realizar predicciones en el tiempo, es necesario primeramente seleccionar de manera adecuada las variables de entrada y salida y los parámetros de operación que gobiernan en el proceso de cristalización batch. Para ello es necesario realizar una recopilación de información de experimentaciones desarrolladas en el equipo de cristalización, considerando experimentaciones desde los inicios (2000) del equipo de cristalización hasta las más actuales (Alvarado, 2009; Bastián, 2004; Benítez, 2007; Bolaños, 2000; Briseño, 2006; Cadeza, 2006; Carrillo, 2006; Castañeda, 2006; Córdova, 2004; Diaz, 2011; Espíndola, 2004; Martínez, 2006; Mendoza, 2004; Molina, 2011; Rodríguez, 2006; Román, 2005; Rosete, 2015; Solís, 2011; Vera, 2005; Xaca, 2006).

A continuación, se procede a efectuar un análisis meticuloso dentro de cada una de las corridas experimentales desarrolladas, con el fin de descartar experimentaciones consideradas inadecuadas para esta investigación. Tomando como criterio la mayor cantidad de variables de estado y parámetros involucrados en el proceso y de igual forma que se cuantifique la evolución en el tiempo de éstos mismos parámetros durante todo el lapso que se efectuó la corrida experimental.

Para hacer de manera adecuada la base de datos histórica primeramente se recopila toda la información de investigaciones involucradas con el equipo de cristalización batch (Alvarado, 2009; Benítez, 2007; Briseño, 2006; Cadeza, 2006; Castañeda, 2006; Córdova, 2004; Espíndola, 2004; Rodríguez, 2006; Román, 2005; Rosete, 2015; Vera, 2005; Xaca, 2006).

Fue necesario analizar la información de las corridas experimentales que contengan los parámetros presión, agitación, enfriamiento, carga al cristalizador y semillamiento, y como variables de estado temperatura, concentración, D(4,3) y S(4,3). Una vez depurada la información fue necesario adecuarla para poder ser usada en la RNA, lo cual consiste en colocarla dentro de un documento de Excel® por su manejo práctico, como se muestra en la Tabla 2.3.

Tabla 2.3 Muestra de la base de datos histórica de las corridas experimentales identificadas

	P1	P2	P3	P4	P5	V1	V2	V3	V4
TIEMPO	PRESION	AGITACION	ENFRIAMIENTO	CARGA	SEMILLA	TEMPERATURA	CONCENTRACION	D(4,3)	S(4,3)
min.	inHg	RPM	°C	gr. Sol.	gr.	°C	°Brix	micrometros	micrometros
0.00	21.50	225.00	95.00	8510.95	3.00	70.00	75.96	0.00	0.00
15.00	21.50	225.00	95.00	8510.95	3.00	64.22	78.46	306.71	35.64
30.00	21.50	225.00	95.00	12158.50	3.00	62.46	77.08	325.70	50.76
45.00	22.38	225.00	25.00	12158.50	3.00	47.97	73.54	467.31	57.07
60.00	23.25	225.00	25.00	12158.50	3.00	45.27	72.52	506.29	43.19
75.00	24.13	225.00	25.00	12158.50	3.00	43.32	71.62	842.50	154.38
90.00	25.01	225.00	25.00	12158.50	3.00	41.82	71.32	909.77	131.82
0.00	21.50	225.00	95.00	12158.50	3.00	70.00	75.96	0.00	0.00
15.00	21.50	225.00	95.00	12158.50	3.00	69.29	80.05	276.32	44.12
30.00	21.50	225.00	95.00	12158.50	3.00	66.91	76.68	288.08	21.02
45.00	21.60	225.00	25.00	12158.50	3.00	69.11	73.50	304.97	63.29
60.00	21.96	225.00	25.00	12158.50	3.00	67.09	72.13	349.47	54.93
75.00	23.32	225.00	25.00	12158.50	3.00	59.57	71.54	387.00	88.64
90.00	25.00	225.00	25.00	12158.50	3.00	50.45	71.31	350.69	75.63
0.00	0.00	300.00	66.80	12158.67	6.33	70.01	75.96	0.00	0.00
10.00	0.00	300.00	69.50	12158.67	6.33	67.79	75.59	141.81	42.27
20.00	0.00	300.00	69.64	12158.67	6.33	67.02	75.46	150.43	42.91
30.00	0.00	300.00	69.64	12158.67	6.33	64.72	75.07	221.44	66.58
40.00	0.00	300.00	69.55	12158.67	6.33	63.23	74.81	229.11	55.66
50.00	0.00	300.00	69.64	12158.67	6.33	62.04	74.60	302.07	68.61
60.00	0.00	300.00	69.64	12158.67	6.33	60.29	74.28	353.32	72.45
70.00	0.00	300.00	69.64	12158.67	6.33	58.63	73.98	355.88	70.86
80.00	0.00	300.00	69.64	12158.67	6.33	57.43	73.76	379.58	119.56
90.00	0.00	300.00	69.64	12158.67	6.33	55.76	73.46	350.16	114.69
100.00	0.00	300.00	69.64	12158.67	6.33	54.56	73.23	468.65	100.46
110.00	0.00	300.00	69.18	12158.67	6.33	52.71	72.88	448.00	144.31
120.00	0.00	300.00	69.27	12158.67	6.33	51.42	72.64	474.95	122.04
130.00	0.00	300.00	69.27	12158.67	6.33	49.57	72.28	529.62	129.33
140.00	0.00	300.00	69.27	12158.67	6.33	48.18	72.01	458.35	100.72
150.00	0.00	300.00	69.27	12158.67	6.33	45.86	71.55	616.43	184.76
160.00	0.00	300.00	69.27	12158.67	6.33	44.38	71.25	578.57	145.18
170.00	0.00	300.00	69.27	12158.67	6.33	44.29	71.23	577.86	127.63
180.00	0.00	300.00	69.81	12158.67	6.33	43.83	71.14	536.39	137.68

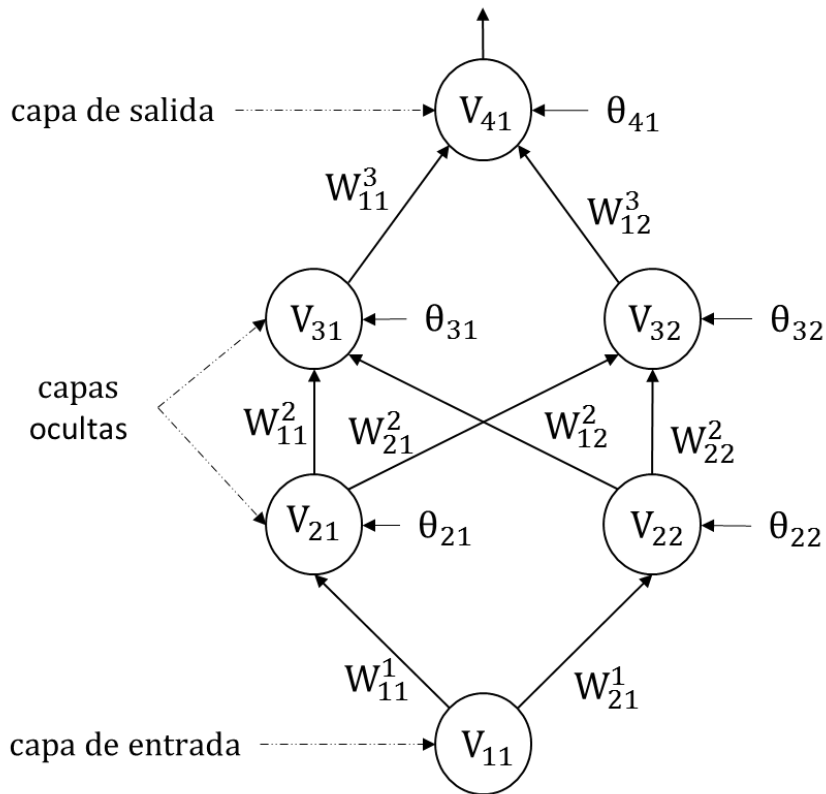
La base de datos obtenida para la investigación fue creada con 116 corridas experimentales (Alvarado, 2009; Benítez, 2007; Briseño, 2006; Cadeza, 2006; Castañeda, 2006; Córdova, 2004; Espíndola, 2004; Rodríguez, 2006; Román, 2005; Rosete, 2015; Vera, 2005; Xaca, 2006) llevadas a cabo a partir del año 2004 hasta el año 2015. está estructurada primeramente con el tiempo de la experimentación en minutos, consecutivamente por los cinco parámetros seleccionados los cuales son; presión en inHg (P1), agitación en rpm (P2), enfriamiento en °C (P3), carga gramos de solución (P4) y semillamiento en gramos (P5), y por último las cuatro variables de estado; temperatura en °C ( $X_1$ ), concentración en °Brix ( $X_2$ ), D(4,3) en  $\mu m$  ( $X_3$ ), S(4,3) en  $\mu m$  ( $X_4$ ).

### 2.2.2 Introducción al diseño de una red neuronal artificial

Primeramente, se muestra la esquematización de una RNA (Figura 2.2), donde se plasma la estructura básica de una RNA con una neurona de entrada con dos capas ocultas, donde cada capa oculta costa de dos neuronas y una neurona en la capa de salida. Para poder mostrar los resultados o salidas que da la  $j$ -ésima neurona en la  $i$ -ésima capa, la cual se denotara como  $V_{ij}$ , donde el número de capas en la capa  $i$ -ésima se denota como  $n_i$  y el número de capas como  $m$ .

En el caso de la Figura 2.2, se puede observar una neurona en la capa de entrada ( $V_{11}$ ), que se interconecta a las dos neuronas de la primera capa oculta ( $V_{21}$  y  $V_{22}$ ), las cuales se interconectan a las siguientes neuronas de la segunda capa oculta ( $V_{31}$  y  $V_{32}$ ). Por último, las dos neuronas es la segunda capa oculta se interconecta a la neurona de la capa de salida denominada  $V_{41}$ , esquematizando los resultados de la RNA. Donde toda estructura esquematizada se puede representar de manera matemática como se muestra en la Ecuación 2.1

$$V_{41} = W_{11}^3 g(W_{11}^2 g(W_{11}^1 V_{11} + \theta_{21}) + W_{12}^2 g(W_{21}^1 V_{11} + \theta_{31}) + W_{12}^3 g(W_{21}^2 g(W_{11}^1 V_{11} + \theta_{21}) + W_{22}^2 g(W_{21}^1 V_{11} + \theta_{22}) + \theta_{32}) + \theta_{41}) \quad (2.1)$$

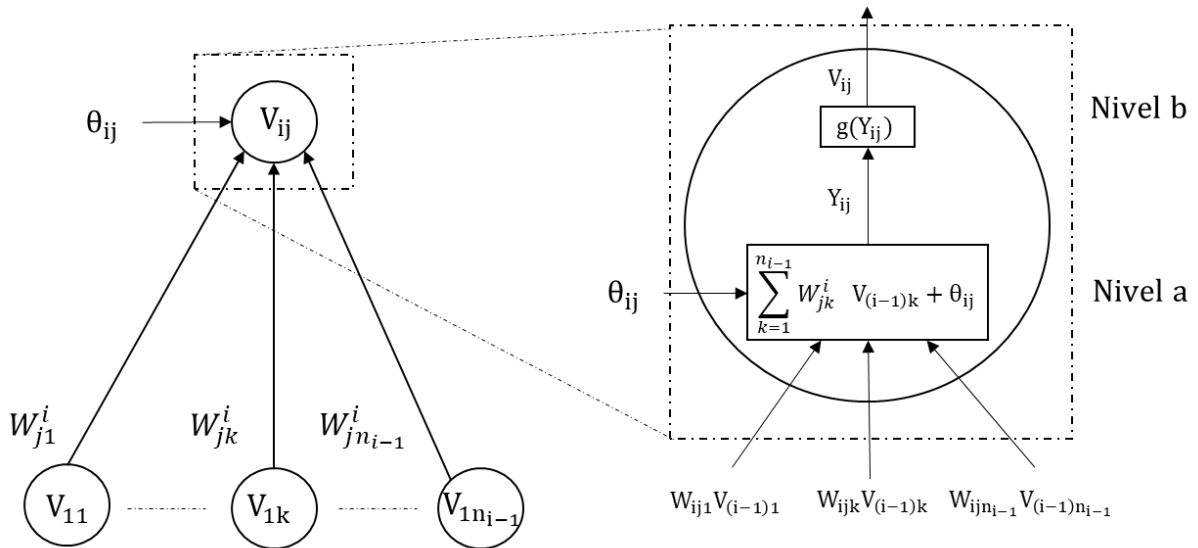


**Figura 2.2** Arquitectura básica de una RNA de alimentación hacia adelante

Teniendo definida la estructura de la RNA comprendida por sus capas de entrada, capas ocultas y las capas de salida, se procede a llevar cabo el cálculo de los pesos  $W$ . Los pesos se agrupan en matrices  $W^i$  en donde los elementos  $W_{jk}^i$  son los pesos que conectan la neurona  $k$ -ésima de la capa  $i$  hasta la neurona  $j$ -ésima de la capa  $i + 1$ .

Después de la clasificación de los pesos se lleva a cabo la producción de la salida de neurona  $j$  en la capa  $i$  ( $V_{ij}$ ), mediante la sumatoria de las salidas de cada neurona en la capa  $i - 1$  multiplicada por su correspondiente peso que conecta con la neurona  $ij$ , donde a ésta sumatoria se le adiciona un parámetro  $\theta$ , llamado *umbral*, el cual es asociado con la neurona  $ij$ , donde el resultado de la sumatoria se define como  $Y_{ij}$  representada en la Ecuación 2.2 (Figura 2.3b nivel a).

$$Y_{ij} = \sum_{k=1}^{n_{i-1}} W_{jk}^i V_{(i-1)k} + \theta_{ij} \quad (2.2)$$



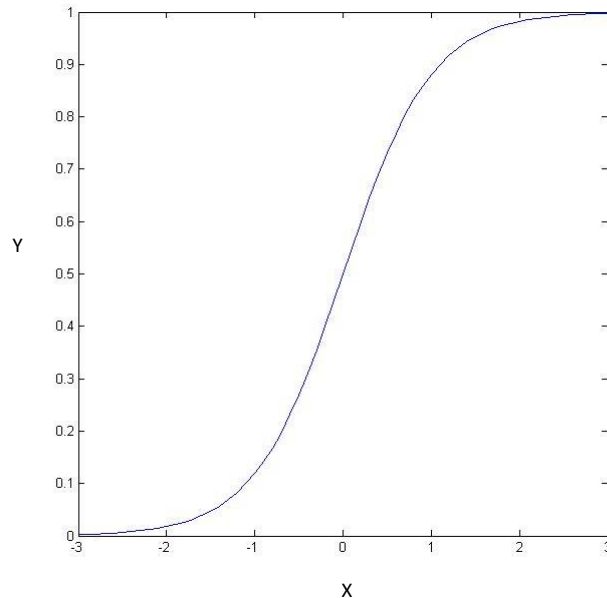
**Figura 2.3** Secuencia esquematizada de la activación de neuronas para producir su salida

Después el valor de  $Y_{ij}$  se introduce a una función de activación  $g(Y_{ij})$  para poder producir la salida deseada  $V_{ij}$  (Figura 2.3b nivel b). A continuación, se muestra la Ecuación 2.3, donde se representa matemáticamente la función de activación.

$$V_{ij} = g_{ij}(Y_{ij}) = g \left( \sum_{k=1}^{n_{i-1}} W_{jk}^i V_{(i-1)k} + \theta_{ij} \right) \quad (2.3)$$

La función de activación  $g(Y)$  que se utiliza, es una función del tipo discriminante, siendo apropiadas para la aproximación a funciones no-lineales mediante la construcción de las RNAs, en este caso se utiliza una función de activación de tipo

tangente hiperbólica (Figura 2.4) para las capas ocultas y una función lineal o identidad ( $V_{ij} = Y_{ij}$ ) para la capa de salida.



**Figura 2.4 Función sigmoideal tipo  $\tanh(\cdot)$**

El entrenamiento de la RNA comprende de la manera que se actualizan (o cambian) sus parámetros para que al final sea capaz de reproducir eventos o situaciones particulares. Para ello el método más adecuado es la modificación de los parámetros, en este caso los pesos, por medio de la experiencia. La regla que se lleva a cabo para el aprendizaje es la minimización del error entre los valores observados y predichos por las salidas de la red.

### **2.2.3 Construcción de una red neuronal artificial basada en la solución de sistemas dinámicos**

Un sistema dinámico (SD) es aquel en que una o varias de sus variables de estado dependen, de la evolución en el tiempo. El sistema dinámico continuo se representa

---

matemáticamente como un conjunto de ecuaciones diferenciales ordinarias (EDOs) (Ecuación 2.4):

$$\frac{dX}{dt} = f(X; p) \quad (2.4)$$

Donde en estos sistemas  $X$  representa el vector de variables dependientes o variables de estado,  $p$  representa un vector de parámetros del sistema y  $t$  representa a la variable del tiempo. La relación  $f(\cdot)$  es un conjunto de ecuaciones no-lineal respecto de las variables de estado. Cuando  $f(\cdot)$  no depende explícitamente de la variable  $t$ , se dice que el sistema dinámico es autónomo.

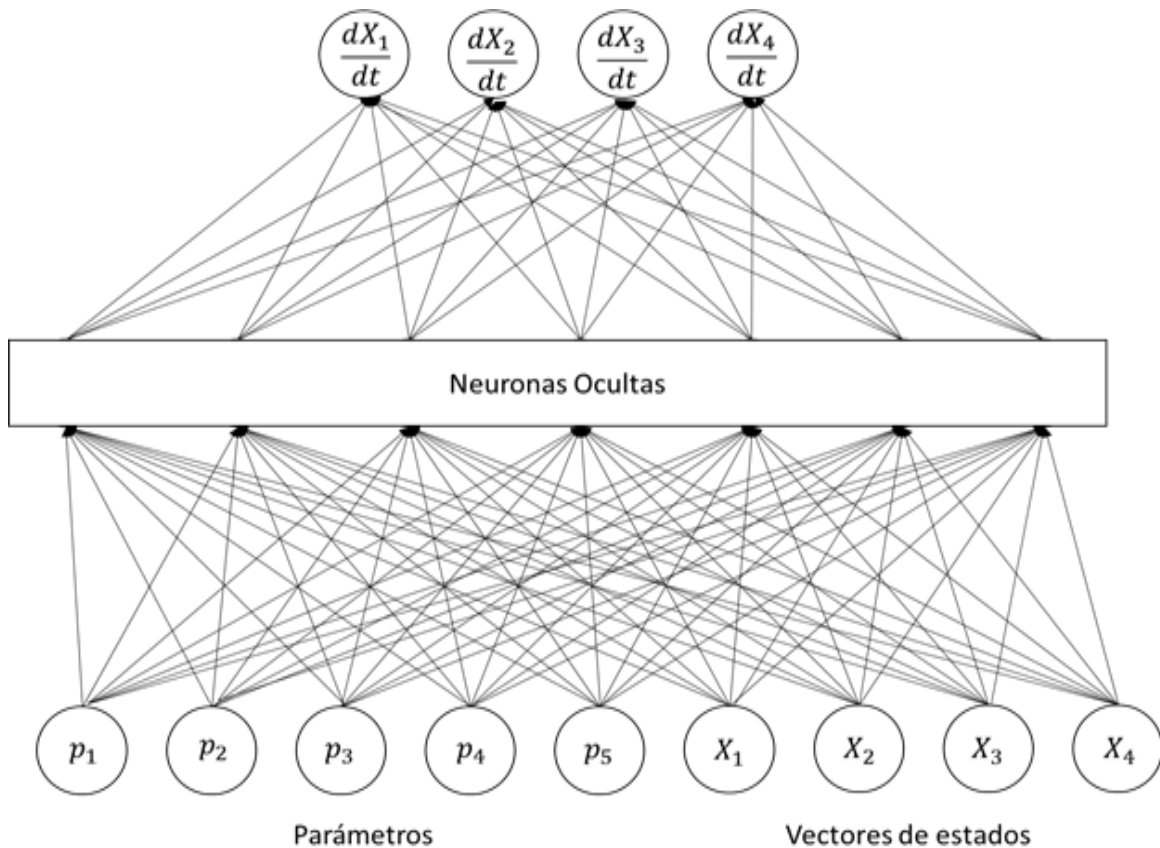
Para poder resolver éstos SDs continuos se requiere conocer la forma de la  $f(\cdot)$ , un vector de valores de parámetros  $p$  y un vector de valores iniciales de las variables de estado ( $X(t = 0) = X(0)$  o  $X_{t=0} = X_0$ ).

La utilización de una RNA que aproxime la función  $f(\cdot)$  del lado derecho del SD de la Ecuación 2.4, para la identificación de sistemas complejos, en este caso un proceso de cristalización batch, llega a hacer una excelente herramienta en la exploración del comportamiento del mismo, donde la RNA hace las veces de la función  $f(\cdot)$ . Teniendo como entradas de la RNA todas las variables que se encuentren dentro del paréntesis de la Ecuación 2.4, donde las variables de estado  $X$  y los parámetros del sistema  $p$ , y las salidas de dicha RNA consisten del vector de funciones  $f(\cdot)$ . En lo particular se usa una RNA-EDO para identificar por medio de la RNA el sistema dinámico representado por la Ecuación 2.4.

Para poder llevar a cabo el diseño de una RNA es necesario la selección de una estructura de la red, la cual implica el número de capas y nodos por cada capa, proponer una regla de activación la cual consiste en una manera adecuada en que las entradas sean combinadas para producir la salida, un patrón de conectividad que es

la manera en que se conectan las neuronas entre ellas y la dirección en la fluye la información de las mismas y por último seleccionar una regla para el aprendizaje o entrenamiento.

Primeramente, se toma como base la cantidad de neuronas de las capas de entrada, la cual depende del número de parámetros y variables de estado identificadas en la base de datos experimentales antes mencionada, y el número de neuronas en la capa de salida depende del número de variables de estado identificadas. En este caso, la RNA que representa un modelo dinámico se encarga de predecir las derivadas de las variables de estado. Se selecciona un número de capas ocultas, así como también el número de neuronas por capa oculta de manera empírica. En nuestro caso se tomaron 22 neuronas en una sola capa oculta (Figura 2.5).



**Figura 2.5 Estructura de la RNA a utilizar con una capa oculta**



Se selecciona una arquitectura de RNA del tipo alimentación hacia adelante (*Feedforward*) como se muestra en la Figura 2.8, en la que la información de una capa dada recibe como entrada las salidas de todas las neuronas en la capa anterior.

#### 2.2.4 Entrenamiento de la red neuronal artificial

Primeramente, se calcula las derivadas de las variables de estado con respecto al tiempo, ya calculadas se introducen a la base de datos, la cual está estructurada por el tiempo, los parámetros, las variables de estado y las derivadas de las variables de estado en el tiempo. Éstas derivadas son necesarias para poder llevar a cabo la evaluación de las derivadas predichas de la RNA-EDO, donde en este caso la función de la RNA-EDO contiene la entrada ( $X; p$ ) y un conjunto de parámetros propios de la red  $W$ , por ello se tiene la representación de la función descrita con la Ecuación 2.5.

$$\frac{dX}{dt} = f(X; p; W) \quad (2.5)$$

Teniendo las derivadas calculadas, se procede a llevar a cabo el entrenamiento de la RNA-EDO, seleccionando un conjunto de parámetros  $p$  de entrada-salida, que son experimentaciones de la base de datos histórica, al cual se le denomino conjunto de entrenamiento. Este conjunto representa la evolución (a través del tiempo) del proceso de cristalización batch con respecto al comportamiento de la temperatura, concentración, D(4,3) y S (4,3).

El objetivo del proceso de entrenamiento es encontrar el conjunto de parámetros de la RNA (pesos  $W$  y umbrales) que mejor se ajusten a la evolución dinámica de los datos experimentales del proceso de cristalización batch. Esto quiere decir, buscar el conjunto de parámetros adecuados para que la RNA capture el comportamiento de los valores de entrada y salida del conjunto de entrenamiento.

Dicho proceso de entrenamiento se logra por minimización de la suma de cuadrados de los errores (función error) entre los valores observados experimentalmente y las predicciones arrojadas por la RNA, mediante un sistema dinámico (SD) continuo (EDOs) de mediciones directas de las derivadas ordinarias.

En este caso de identificación, desde los datos experimentales (base de datos), se usan derivadas hacia adelante en el tiempo de las variables de estado seleccionadas (temperatura, concentración, D(4,3) y S(4,3)). Una vez llevado a cabo la reducción del error entre los valores predichos y el conjunto de entrenamiento, es posible obtener dos cosas fundamentales, los pesos, los umbrales y la estructura de la RNA entrenada que es capaz de predecir las evoluciones de las variables de estado. Para calcular el rendimiento que tiene la RNA-EDO para el proceso de cristalización batch, es necesario calcular la diferencia entre la salida prevista por la RNA y la salida experimental.

En este sentido, se calcula el error de porcentaje absoluto medio (EPAM), siendo un indicador del desempeño que mide el tamaño del error absoluto en términos porcentuales, mediante la Ecuación 2.6 (Castañeda *et al.*, 2016).

$$EPAM = \frac{1}{N} \left[ \sum_{i=1}^N \left\langle \left| \frac{t_i - td_i}{t_i} \right| \right\rangle \right] * 100 \quad (2.6)$$

Donde  $t_i$  es el valor real,  $td_i$  es el valor de predicción del modelo y  $N$  es el número de datos de prueba.

### 2.2.5 Fase operativa de la red neuronal artificial

En este punto se tiene una RNA capaz de predecir los valores de las variables de estado deseadas, con ello se puede proceder a la fase operativa, donde consiste en

la formulación de casos de estudio que comprendan situaciones reales en el proceso de cristalización batch.

Para ello se optó por llevar a cabo la evaluación de los distintos puntos importantes en el proceso de cristalización batch mediante la elaboración de un diseño de experimentos para evaluar con ella el equipo de cristalización y corroborar el comportamiento de los resultados obtenidos experimentalmente con las predicciones de la RNA-EDO.

### **2.2.6 Diseño experimental**

Para efectuar la evaluación experimental de la RNA-EDO mediante el uso de casos de estudio, fue necesario analizar de forma meticulosa la base de datos experimental con el fin de seleccionar las variables que se utilizaron para generar un estudio más apropiado de las experimentaciones deseadas, así como la identificación de un método congruente para su adecuada evaluación.

Analizando la base de datos histórica, estudiando las distintas investigaciones efectuadas en el proceso de cristalización batch con regulación a vacío y comprendiendo la dirección que se tiene con la RNA-EDO, se seleccionaron como parámetros la presión de vacío en InHg y la agitación en RPM, y como para variable de estado se seleccionó la D(4,3).

Posteriormente, fue necesario identificar los niveles en los que se desarrollaron las corridas experimentales. Para ello se optaron por usar niveles de operación dentro de los rangos establecidos durante años de investigación en el proceso de cristalización de caña de azúcar (Alvarado, 2009; Bastián, 2004; Benítez, 2007; Bolaños, 2000; Briseño, 2006; Cadeza, 2006; Carrillo, 2006; Castañeda, 2006; Córdova, 2004; Diaz, 2011; Espíndola, 2004; Martínez, 2006; Mendoza, 2004; Molina, 2011; Rodríguez, 2006; Román, 2005; Rosete, 2015; Solís, 2011; Vera, 2005; Xaca, 2006).

Todas las referencias antes mencionadas llegan a la conclusión de seleccionar rangos de presión de vacío de 0 InHg (presión atmosférica) a 24 InHg, ya que en estos rangos se ha logrado operar de manera eficaz el equipo de cristalización, y obteniéndose buenos resultados.

Con base a la agitación sus rangos que van de 180 RPM a 300 RPM. Donde para estos rangos de agitación se basan en el fundamento de que a menor agitación no se genera una adecuada cristalización y a mayores velocidades de agitación se generan rupturas de los mismos; ambos rangos basados en 15 años de investigaciones en el equipo de cristalización batch con regulación a vacío.

Después, se procedió a seleccionar el método en el que se van a desarrollar las experimentaciones, contemplando tiempos de operación del cristizador y costos de materia prima por cada una de las corridas experimentales. Por ello con ésta información recabada tanto histórica, como experimental se llega a la selección de un diseño de experimentos con la capacidad de ser riguroso y manejar una cantidad reducida de información experimental sin perder su precisión.

Para ello se llegó a la conclusión del uso de un diseño tipo D-Optimal, considerado un modelo no estándar que puede trabajar con requerimiento inusuales como reducir el número de ensayos (2 menos ensayos que un diseño normal). El diseño D-Optimal es considerado como como un diseño fraccional del  $2^k$ , para el caso de un diseño experimental de escrutinio, con el fin de identificar con rapidez y eficiente el subconjunto de factores importantes.

Donde la diferencia de este tipo de diseño con el resto de diseños es su metodología para la búsqueda de sus puntos centrales mediante la técnica denominada optimal D. Esta metodología se basa en el intercambio de los puntos centrales de manera

matricial dentro del diseño experimental a evaluarse hasta que el valor optimal D se minimice (Montgomery, 2004).

Ya evaluado el optimal D, arroja un diseño experimental de 8 corridas experimentales, que conlleva los niveles altos y bajos de la presión de vacío y la agitación, y una sola variable de respuesta (D(4,3), S(4,3) y MCF) según sea el caso para el diseño experimental, obteniendo un diseño D-Optimal como se muestra en la Tabla 2.4.

Tabla 2.4 Diseño experimental tipo D-Optimal

Corrida	Presion de vacío	RPM
1	24.00	300.00
2	0.00	300.00
3	24.00	180.00
4	12.00	300.00
5	0.00	180.00
6	24.00	180.00
7	12.00	210.00
8	24.00	240.00

Donde con este diseño de experimentos generado ahora es posible proceder a la fase experimental con el fin de validar la RNA-EDO y llegar a las conclusiones pertinentes.

### **2.2.7 Adecuación del cristizador batch con regulación a vacío para efectuar la corrida experimental**

Para tener el equipo de cristalización en las condiciones adecuadas con las cuales lograr operarlo y sea posible efectuar de manera idónea una corrida experimental se deben tomar ciertas consideraciones. Tales consideraciones se ejemplifican en la siguiente serie de puntos.

Un día anterior a llevar a cabo la corrida experimental es necesario:

- 1) Verificar que el equipo este totalmente limpio.

- 2) Colocar el sensor óptico del tacómetro digital en el cabezal del cristizador.
- 3) Conectar los cables del motor de agitación a los cables de corriente ubicados en la parte superior del cabezal.
- 4) Conectar el sensor de vacío.
- 5) Drenar la trampa de humedad.
- 6) Drenar la chaqueta del equipo de cristalización.
- 7) Verificar que la bomba de vacío se encuentre conectada al flujo de agua para que su eje interno se encuentre parcialmente sumergido. Donde la rotación del impulsor, crea una centrífuga, generando el anillo líquido, dando como resultado la aspiración de aire, su compresión y descarga.
- 8) Verificar que estén cerradas o abiertas las válvulas de paso del equipo: tubería de vapor (cerrar la válvula que comunica el vapor con los tanques de calentamiento), chaqueta (debe estar cerrada la válvula de desagüe directo de la chaqueta y permanecer abierta la válvula que conduce a la trampa de vapor), bomba de vacío (la válvula que se localiza en la parte superior de la bomba de vacío debe permanecer abierta), trampa de humedad (debe permanecer cerrada la válvula de drenado de la trampa de humedad).
- 9) Sellar todas las entradas y conexiones del equipo con silicón acrílico (sensor de presión de vacío, sensor óptico, muestreador).
- 10) Conectar el controlador digital de la válvula proporcional de vacío.
- 11) Insertar los termopares en los termopozos correspondientes.

Cuando se vaya a realizar la corrida experimental se debe:

- 1) Conectar el generador de vapor a la corriente eléctrica, así como la bomba que le suministra el agua necesaria.
- 2) Encender los interruptores de las 3 fuentes eléctricas que se ubican en la parte inferior del tablero de control: blanca (computadora), negra (válvulas proporcionales), verde (sensor de vacío).

- 3) Encender el interruptor interno en el tablero de control, así como los interruptores que se encuentran en la parte frontal del tablero de control.
- 4) Encender el tacómetro digital mediante el interruptor que se localiza en la parte frontal del tablero de control, así como el interruptor del motor de agitación.
- 5) Encender la computadora.

Ejecutar el programa para realizar una prueba de la presión de vacío que alcanza el sistema además de verificar el correcto funcionamiento del equipo.

### 2.2.8 Panel del sistema de cristalización batch

El panel frontal mostrado en la Figura 2.6, permite monitorear la temperatura del interior y de la chaqueta de calentamiento, la presión de vacío y la presión del vapor que entra a la chaqueta, así como la agitación del sistema; de estas variables el sistema proporciona gráficos de seguimiento en tiempo real, además de generar una hoja de Excel® con los valores monitoreados a través del tiempo para poder realizar un análisis posterior. El panel también permite encender y operar el generador de vapor de forma automática o manual, así como las válvulas proporcionales para vacío y vapor, además de la apertura o cierre de las válvulas solenoides.

Finalmente, en el panel se escoge el perfil de vacío que seguirá la corrida experimental para la obtención de cristales. Mediante los números que se muestran en la Figura 2.6 de panel frontal se describen a continuación en la Tabla 2.5:

Tabla 2.5 Botones del panel frontal

No. De botón	Descripción
1	Permite ejecutar el programa en su totalidad.
2	Permite iniciar el proceso.
3	Permite seleccionar el perfil de vacío a emplear.

Tabla 2.5 Botones del panel frontal (continuación)

4	Permite ver la presión de vacío real del sistema.
5	Permite iniciar el perfil de vacío programado.
6	Permite seleccionar el modo de operación del generador de vapor.
7	Permite encender o apagar el generador de vapor.
8	Permite abrir o cerrar la válvula solenoide de la línea de vapor.
9	Recuadro que permite seleccionar un valor para la apertura de la válvula proporcional para vapor.
10 y 11	Permiten conocer la temperatura del interior y la chaqueta del cristalizador.
12	Recuadro que permite conocer la agitación que presenta el cristalizador durante la corrida.
13 y 17	Gráficos que permiten monitorear en tiempo real las variables del proceso (temperatura, agitación, presión de vacío y vapor).

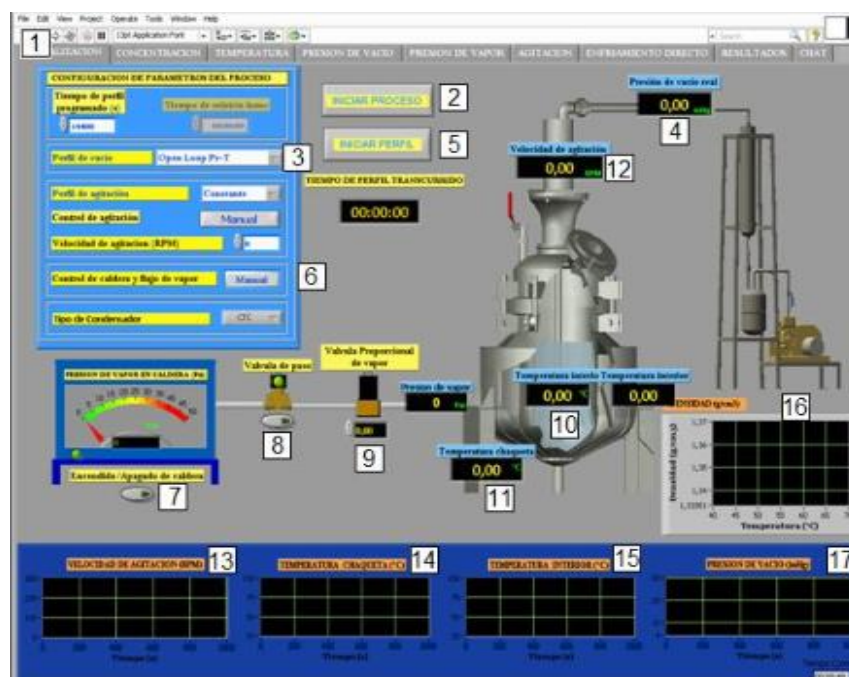


Figura 2.6 Panel frontal del proceso de cristalización batch con regulación a vacío



### **2.2.9 Ejecución del programa cristalización batch a vacío**

Antes de la ejecución del programa se debe cargar el equipo de cristalización con la cantidad de azúcar y agua necesarias miel ideal, meladura o licor concentrado (sirope) de acuerdo al tipo de corrida a realizar. Una vez que se cargó el cristizador, se inicia el programa cristalización batch a vacío, después se procede a acatar los pasos de operación los cuales se encuentran descritos en Anexo A (los puntos están relacionados con los números de la Figura 2.6).

### **2.2.10 Sembrado de cristales**

El sembrado de la semilla se llevó a cabo extrayendo del interior del cristizador 100 mL de solución saturada a 70 °C con 75.96 °Brix, en un matraz Erlenmeyer de 250 ml mediante una bomba peristáltica. Posteriormente, se introdujo la semilla en una cantidad de 3 g con una  $D(4,3)$  de 192.2  $\mu\text{m}$  y una desviación estándar  $S(4,3)$  de 11.2  $\mu\text{m}$  dentro del matraz, espaciando con una espátula metálica, para evitar que se quede aglomerada (Xaca, 2006).

Una vez sellado el cristizador e iniciado el proceso, al primer minuto de arranque, se introduce la solución existente en el matraz (formada por los 100 mL de solución saturada y la semilla) mediante una pequeña manguera colocada a un costado del cabezal del cristizador, el vacío existente dentro del sistema en este momento succiona la solución del matraz y con esto se habrá llevado la siembra de la semilla a todo el lote, con una adecuada hermeticidad del sistema.

### **2.2.11 Preparación e introducción de la segunda carga**

Es necesaria la preparación de una segunda carga con la cual se alcanza la capacidad total del lote, esto con el fin de agotar en mayor proporción la solución debido a que cuando se introduce la carga total desde un inicio, los cristales comienzan a crecer aglomerándose en la parte inferior del cristizador. Esto ocasiona que muchos

cristales tengan poco tiempo de participación dentro del proceso, dando como resultado un tamaño mejor del cristal.

Sin embargo y de acuerdo a estudios y análisis de los procedimientos para la obtención de su producto en un ingenio, se introduce la solución por partes, esto con el fin de “lavar cristales” evitándose la aglomeración.

Además, se considera que esto es funcional debido a la falta de una buena agitación dentro del cristizador, lo que propicia a la sedimentación de los cristales. Así, la introducción de la segunda carga da paso a que exista licor madre con una alta concentración de sacarosa.

La introducción de la segunda carga es mediante una manguera resistente a altas temperaturas y succionada por el vacío interno del cristizador, lo cual no produce pérdidas considerables de la presión de vacío.

El licor madre entra por la parte superior y un tubo la conduce hasta la parte inferior provocando el desplazamiento de los cristales sedimentados y con ello la posibilidad de aumentar su tamaño debido al contacto que se lleva a cabo con el licor madre que entra, en la preparación de la segunda carga se emplean dos vasos de precipitados de 2000 ml, en cada uno se adicionan 1385.39 g de azúcar y 438.3 ml de agua, preparando en cada uno de los vasos una solución saturada a 70 °C con una concentración de 75.96 °Brix.

Los vasos se colocan en una parrilla con agitación y mediante un agitador magnético se induce el movimiento de la solución; los vasos se tapan con papel aluminio para evitar pérdida de solución por los vapores de aguas desprendidos.

La temperatura a la que se calienta la solución es de 80 °C y posteriormente se deja enfriar a 70 °C para ser introducida al proceso de cristalización después de la etapa de evaporación constante (30 min).

### **2.2.12 Cálculo de la masa de cristal formado (MCF)**

La masa de cristal formado se calcula para cada tiempo de muestreo, para esto se tomó en cuenta la cantidad de agua evaporada y los grados °Brix de la solución, los cuales están relacionados con la temperatura del interior del cristizador al tiempo del muestreo. Posteriormente, se llevó a cabo el balance de materia correspondiente. Para el cálculo de la cantidad de agua evaporada (CAE) durante el proceso, se realizaron mediciones experimentales para cada corrida propuesta.

Los grados °Brix, se monitorearon para cada tiempo de muestreo empleando un densímetro digital denominado DMA 4500 de la marca Anton Paar. Para realizar esto, la muestra extraída debe estar libre de cristales, por lo que la solución se filtró antes de introducirse al densímetro.

Las mediciones proporcionadas por el DMA 4500 son el °Brix, la densidad y la densidad aparente a 20 °C. El °Brix experimental sirvió para determinar la concentración de la solución mediante la Ecuación 2.3, Chen (2000).

$$C^* = \left[ \frac{^{\circ}Brix}{100 - ^{\circ}Brix} \right] \quad (2.3)$$

El primer paso para realizar el cálculo de la masa de cristal formada en cada tiempo de muestreo es obtener la concentración experimental a partir del °Brix de la solución de la Ecuación 2.3.

Posteriormente se determina el agua evaporada con los modelos establecidos (puede variar de corrida experimental, por lo que es deseable hacer modelos para determinar el agua evaporada por corrida realizada), el siguiente paso es restar de la cantidad de agua inicial en el sistema el agua evaporada y se obtiene la cantidad de agua que permanece en la solución.

La cantidad de agua que permanece dentro del sistema es multiplicada por el valor de la concentración de la solución para cada tiempo de muestreo obteniendo con ello la cantidad de sacarosa que se encuentra todavía disuelta en la solución.

Finalmente, para el cálculo de la masa del cristal formada, se resta de la cantidad de azúcar que se introduce al sistema la sacarosa que se encuentra disuelta aun en la solución y se obtiene los gramos de azúcar formada al tiempo del muestreo.

### **2.2.13 Software de instrumentación virtual para adquisición de imágenes**

El análisis de partícula en línea (tiempo real) para la determinación del tamaño de cristal  $D(4,3)$  y su desviación estándar  $S(4,3)$ , se realiza mediante el sistema de adquisición de imágenes IMAQ<sup>®</sup> Vision Builder Versión 6.1 (módulo de desarrollo de visión para LabVIEW<sup>®</sup>), el cual es una herramienta para crear prototipos y aplicaciones de prueba de procesamiento de imágenes.

### **2.2.14 Determinación de la $D(4,3)$ y $S(4,3)$**

Se utiliza un software llamado IMAQ Vision Builder (National Instruments, Inc.) para analizar los cristales obtenidos en cada momento de muestreo de los ensayos experimentales. Este enfoque basado en imágenes es una alternativa para medir tanto la longitud como el área de partículas (cristales) de una manera directa a través de IMAQ Vision software. Ésta técnica consiste en adquirir una imagen utilizando una cámara monocromática con video RS 170 y 60 Hz entrecruzados (8 bits de resolución) y manejar el haz luminoso de un microscopio trinocular.

La muestra se transporta desde el cristalizador al sistema de adquisición de imágenes por medio de una bomba peristáltica que funciona a 1500 rpm. La cámara capta 10 imágenes cuadradas (que incluyen aproximadamente 100 cristales) que se procesan y limpian, lo que evita variaciones de luz indeseables y se logra a través de la técnica de umbral que permite la especificación de una sola imagen en la escala de grises.

Las áreas con alta densidad de cristales son aisladas para ser analizadas de forma independiente, y los píxeles negros (cristales) se cuentan. Los píxeles negros se comparan con estándares específicos para decidir si el cristal está presente o no según las imágenes binarias (fondo). Se utiliza una cámara de Neubauer para contar las partículas y determinar un factor de conservación a través de una calibración simple, es decir, el factor de conversión permite una relación directa de 1 píxel (un lado de píxel) a 200  $\mu\text{m}$  (longitud). Se utilizó un microscopio con una lente ocular 10  $\times$ , un objetivo de 40  $\times$  y un cuadrado E de la cámara de Neubauer a 50  $\mu\text{m}$  de distancia para las mediciones y análisis de las partículas. Esto es equivalente a 20 000  $\mu\text{m}$  (10  $\times$  40  $\times$  50) por 100 (longitud de un lado de píxel). Por lo tanto, 1  $\mu\text{m}$  es igual a 0.005 de la longitud de un lado de píxel (Bolaños *et al.*, 2014).

### **2.2.15 Comparación de resultados mediante la red neuronal artificial**

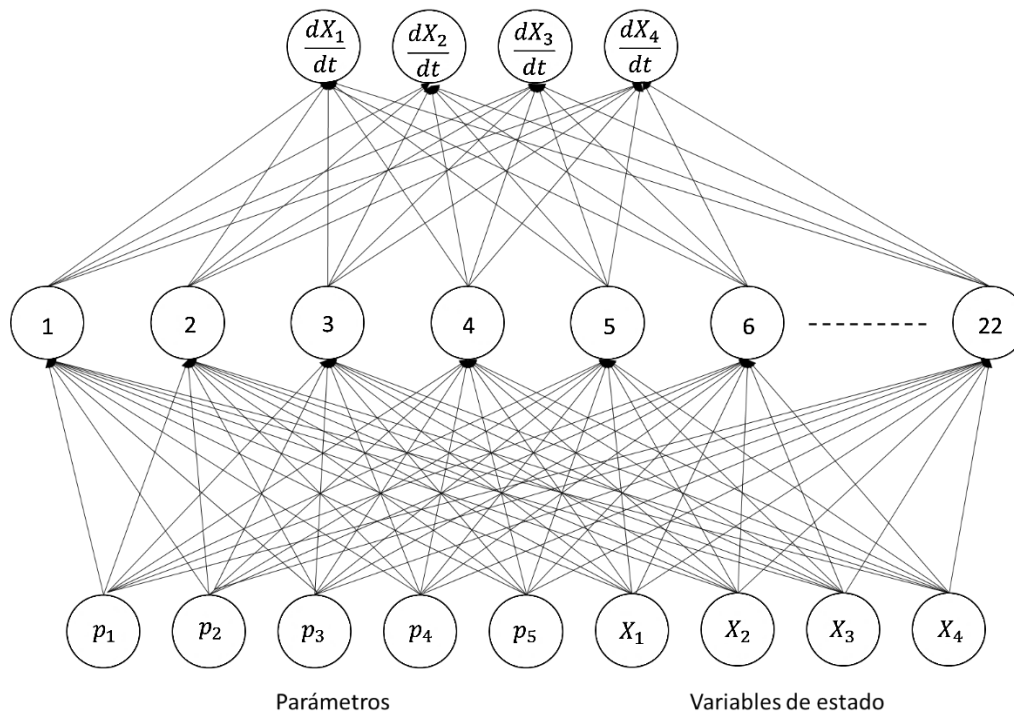
Concluida la fase experimental que se lleva a cabo en el cristalizador batch con regulación, acoplar de manera adecuada para ser introducida a la RNA, donde comprende una estructura en columnas de los parámetros utilizados, así como las variables de estado involucradas relacionadas con el tiempo del proceso de cristalización. Introducidos la información a la RNA se procede a analizar los valores y compararlos de manera gráfica, con las predicciones generadas por la RNA.

**CAPÍTULO 3**  
**RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

## CAPÍTULO 3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 3.1 Red neuronal artificial basada en la solución de sistemas dinámicos

En la Figura 3.1 se muestra la estructura de la RNA resultante, la cual consta de tres capas (una capa de entrada, una capa oculta y una capa de salida), la capa de entrada consta de 9 neuronas, donde cinco son neuronas para los parámetros de entrada (presión, agitación, temperatura de enfriamiento, carga y tamaño de semillamiento) y cuatro neuronas de las variables de estado (temperatura, concentración, D(4,3) y S(4,3)), la capa oculta consta de 22 neuronas que se escogieron empíricamente, y la capa de salida con un total de 4 neuronas la cuales son valores de derivadas temporales de las variables de estado.



**Figura 3.1 Estructura de la RNA diseñada para la identificación de EDOs**

Los elementos que conforman los pesos  $W$ , se obtiene con estructura de la RNA [9 22 4], comprendiendo 9 neuronas de entrada, 22 neuronas en la capa oculta y 4

neuronas en la capa de salida. Se procede a determinar el tamaño de la matriz de pesos, obteniendo el primer conjunto de pesos y umbrales  $W^1$  son una matriz de  $10 \times 22$  y la segunda matriz de pesos y umbrales  $W^2$  será de  $23 \times 4$ ,  $W^1$  corresponde a los valores de la primera capa a la segunda y  $W^2$  corresponde a los valores que salen de la segunda capa a la tercera capa.

Los pesos y umbrales obtenidos del entrenamiento para  $W^1$  y  $W^2$ , se muestran en la Tabla 3.1 y Tabla 3.2, respectivamente, denotando con el color amarillo cada uno de los elementos que corresponden a las bias, donde su finalidad en la estructura de los pesos es la reducir el sobretiro provocado por la función de activación. Donde estos pesos y umbrales fueron obtenidos al entrenar la RNA en el laboratorio de Dinámica y Control de Procesos de la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí.

Tabla 3.1 Matriz ( $10 \times 22$ ) de pesos y umbrales para  $W^1$ 

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
-0.7880	-0.2633	0.4798	-0.1060	-0.3166	0.0930	-0.5203	0.2733	-0.3653	0.1786
0.2490	-0.3144	0.2742	-0.5703	0.7252	-0.5285	-0.5181	-0.1430	0.0350	0.5791
-0.7236	0.8883	0.0388	-0.3452	-0.9410	0.1659	-0.1614	-0.6558	-0.5535	0.3562
0.9156	-0.8606	-0.2167	-0.1536	-0.3107	0.7018	-0.3069	0.1681	0.5021	-0.8830
0.9515	-0.1611	-0.9949	0.2203	0.0147	-0.4370	-0.2441	-0.1375	-0.1900	-0.0411
-0.2844	0.4814	0.4250	0.2294	-0.1407	0.5945	0.3131	-0.4452	-0.5916	-0.1560
0.5112	0.6683	0.9811	0.1716	0.3656	0.7102	0.6737	0.1148	0.7119	0.7789
-0.6557	-0.3949	-0.2489	-0.0357	0.5807	-0.6326	-0.7876	-0.1476	0.4312	0.6477
-0.9256	-0.9796	0.3168	-0.4029	-0.2494	0.6823	-0.6184	-0.1708	-0.2511	0.6827
0.1452	-0.5716	0.1535	0.7124	-0.7357	0.6941	-0.9652	0.7244	-0.9098	0.0840
11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
0.9916	-0.9426	-0.6286	0.6901	-0.8107	0.9643	0.5043	-0.4839	0.2146	-0.9376
-0.1692	-0.8577	-0.4392	-0.2986	-0.1796	-0.2408	0.0027	-0.7364	0.1137	-0.2878
0.6011	0.1558	0.7949	0.0180	0.3532	-0.2506	-0.7271	0.9822	-0.7828	0.2056
-0.2261	0.0566	0.9455	0.6744	0.4524	0.2843	0.5519	-0.1790	-0.9119	-0.6312
-0.2786	-0.9807	0.8032	0.4714	-0.7032	0.6333	-0.4186	0.9320	0.2096	-0.7042
-0.2840	-0.8461	0.9544	-0.9949	0.3525	0.7895	0.3221	0.0102	-0.6359	0.9010
-0.0791	-0.4628	-0.3511	-0.4752	0.2530	0.6021	0.8717	0.6727	-0.4166	-0.3163
-0.9634	-0.0797	0.6731	0.7145	0.1347	0.3171	-0.8941	0.4440	0.9109	0.4505
-0.7734	0.4577	0.2414	-0.7764	0.1837	-0.6212	-0.3507	0.9134	-0.4502	0.8754
0.0258	0.4677	0.5083	-0.3738	0.0669	0.5496	0.4114	0.0210	0.6449	0.1160



(Continuación) Tabla 3.1 Matriz (10X22) de pesos y umbrales para  $W^1$ 

21	22	10x22	
0.0435	-0.2863	1	Umbral
0.7208	0.7801	2	Pesos
0.2068	0.0861	3	
0.5453	0.3259	4	
-0.2740	-0.8185	5	
0.0221	0.0764	6	
0.4224	-0.6355	7	
-0.3804	-0.8567	8	
-0.2108	0.8713	9	
0.2458	-0.2748	10	

Tabla 3.2 Matriz (23X4) de pesos y umbrales para  $W^2$ 

1	2	3	4	23x4	
-0.325	-0.105	0.091	0.108	1	Umbral
0.224	0.139	0.011	0.059	2	Pesos
0.148	0.227	-0.061	-0.037	3	
-0.411	-0.268	0.212	-0.222	4	
-0.417	-0.186	0.158	0.085	5	
0.007	0.154	-0.092	-0.109	6	
0.087	0.278	0.037	0.037	7	
0.473	0.385	-0.053	-0.092	8	
0.295	0.105	-0.187	-0.151	9	
0.166	0.096	0.010	0.066	10	
-0.295	0.055	-0.023	-0.054	11	
0.094	0.231	0.012	0.229	12	
0.270	0.097	0.058	0.058	13	
0.211	-0.162	0.077	0.048	14	
-1.533	-1.312	0.563	0.307	15	
-0.300	-0.259	-0.024	0.169	16	
0.334	0.125	-0.046	0.159	17	
-0.392	-0.190	0.122	0.075	18	
-0.182	-0.203	0.134	0.091	19	
0.437	-0.017	-0.034	0.153	20	
-0.303	-0.102	0.301	-0.157	21	
-0.042	-0.008	0.081	0.133	22	
0.031	-0.595	0.306	0.575	23	

### 3.2 Fase operativa de la red neuronal artificial

A partir de la Figura 3.1, se puede notar que se diseña una RNA que representa un sistema de EDOs, mostrando como salidas de la red, los valores de las derivadas temporales, donde tales valores no pueden ser comparables con la información experimental de la base de datos histórica, por lo que es necesario que la salida de la RNA-EDO se transforme a una forma discreta mediante integración numérica, en este caso mediante un integrador explícito (Runge-Kutta de 4° orden).

Dando como resultado la incrustación de la RNA-EDO en dicho integrador una macrored como se muestra en la Figura 3.2.

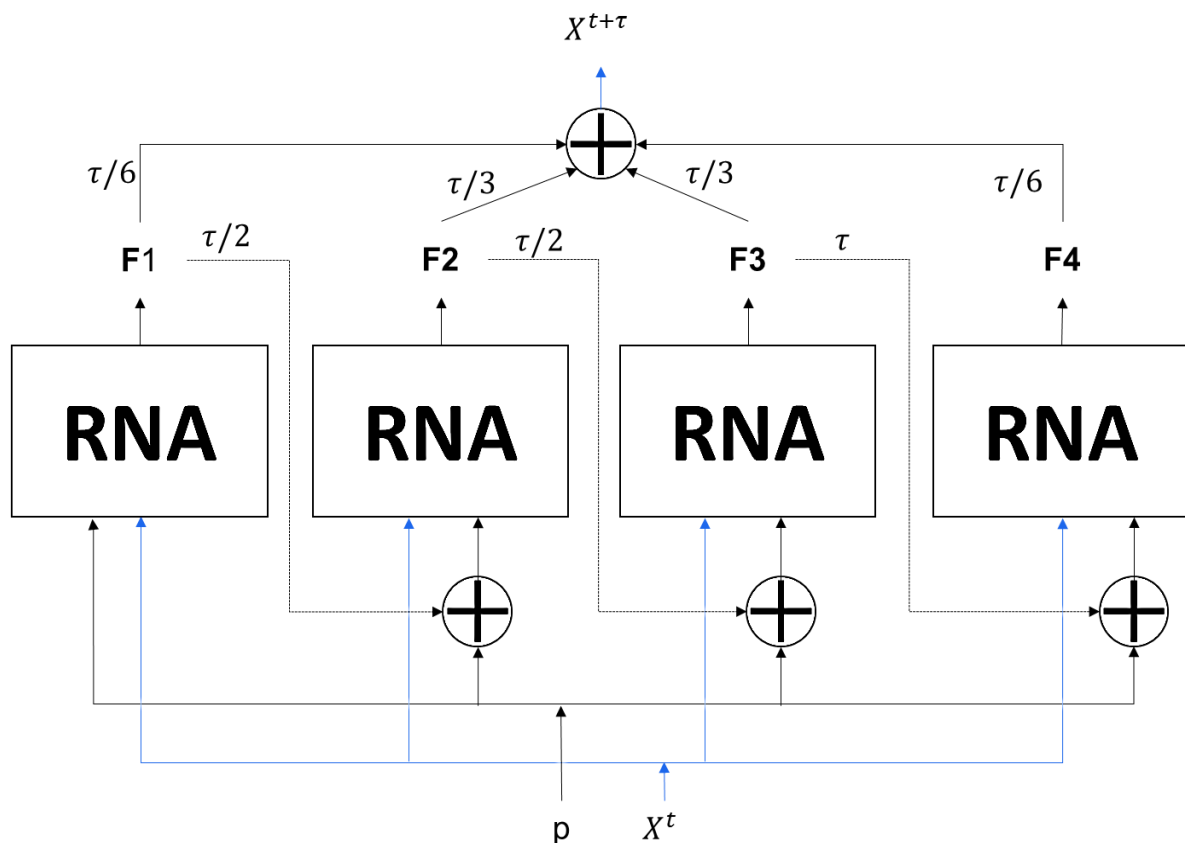


Figura 3.2 Macrored resultante al incrustar una RNA-EDO en el esquema de integración de Runge-Kutta

### 3.3 Programación de la RNA-EDO

La RNA-EDO, así como su incrustación en un esquema de integración se desarrolla mediante el uso de Matlab 2014<sup>a</sup>® y se ejecuta sin restricciones en la versión de Matlab 2017a o b. Primeramente se muestra la función de la RNA-EDO. Ver Figura 3.3.

```
function X=frna072(nt,YY)
Rmm=numel(nt.net.w);
for rn=1:Rmm
W{rn}=[nt.net.w{rn}(end,:); nt.net.w{rn}(1:end-1,:)];
end
Dt=size(YY,1);
Rm=numel(W)+1;
UN=ones(Dt,1);
X{1}=YY;
for i=1:Rm-1
    X{i+1}=[UN X{i}]*W{i};
    if i<Rm-1
        X{i+1}=tanh(X{i+1});
    end
end
end
```

**Figura 3.3 Código de la RNA-EDO**

Después se muestra el código diseñado para introducir la RNA-EDO a un esquema de integración de tipo Runge-Kutta de 4° orden (Figura 3.4).

```
clear; clf; clc;
global nt ppa;
%% Carga los Datos experimentales y los parte
load 'RNA_dyn'
% Para graficar la respuesta
R2op(:,1)
nop % Es el número de neuronas
% Grafica desempeño
a6=(1:size(R2,3))+1;
figure(1)
subplot(2,1,1)
a0=reshape(R2(1,1,:),size(a6));
a1=reshape(R2(2,1,:),size(a6));
plot(a6,a0,'ob',a6,a1,'*b')
title('Desempeño: R2e y R2v')
hold on
```

**Figura 3.4 Código del esquema de integración mediante ode45 (Runge-Kutta) y de gráficas de resultados**

```

a0=reshape(R2(3,1,:),size(a6));
a1=reshape(R2(4,1,:),size(a6));
plot(a6,a0,'or',a6,a1,'*r')
ylim([0 1])
hold off
subplot(2,1,2)
iV=nt.ent.cv;
a1=reshape(Dop(iV,1,:),numel(iV),size(Dop,3));
plot(iV,a1,'.r')
hold on
iE=nt.ent.ce;
a0=reshape(Dop(iE,1,:),numel(iE),size(Dop,3));
plot(iE,a0,'.b')
hold off
title('Residuales Optimos')
% Desempeño de la RNA
figure(2)
xjj=1:4;
for i=1:1:numel(qtv)
    xjj(xjj==qtv(i))=[];
end
xjj
for i=1:numel(Xa)
    tii=Xa{i}(:,1);
    xii=Xa{i}(1,xjj+6); % las variables de estado válidas
    for j=1:numel(tii)-1
        ppa=Xa{i}(j,2:6)'; % los parametros
        [tt,yy]=ode45(@fnn_ode01,tii(j:j+1),Xa{i}(j,xjj+6));
        xii=[xii; yy(end,:)];
    end
    tipa='rbgky';
    for j=1:1:numel(xjj)
        subplot(2,2,j)
        plot(Xa{i}(:,1),Xa{i}(:,xjj(j)+6),['.' tipa(j)])
        hold on
        plot(tii,xii(:,j),['-' tipa(j)])
        hold off
    end
    title(['Exp. ' num2str(i)])
    pause
end

```

**Figura 3.4 Código del esquema de integración mediante ode45 (Runge-Kutta) y de gráficas de resultados (continuación)**

Por último, se procede a diseñar un código en el cual se pudiese acoplar los requerimientos del esquema de integración con los de la función de la RNA-EDO, donde se requieren los datos de manera escalada, para después ser desescalados para su análisis mediante gráficas (Figura 3.5).

```

function Z1=fnn_ode01(~,x)
global nt ppa;
%Escala los datos experimentales hacia [-1,1]
xy=[ppa; x];
Xs=ScalD01(xy',nt.ent.mm(nt.ent.cx,1)',nt.ent.mm(nt.ent.cx,2)');
Z0=frna072(nt,Xs);
Z1=ScalA01(Z0{end},nt.ent.mm(nt.ent.cy,1)',nt.ent.mm(nt.ent.cy,2)')';

```

**Figura 3.5 Código de la función encargada de procesar información para la RNA-EDO**

Teniendo como gran ventaja de programación el uso del software Matlab®, donde gracias a su ya programación interna de funciones, beneficia en gran medida a la reducción del código fuente y por tal motivo favorece a la reducción del tiempo de cómputo.

### 3.4 Validación de la RNA-EDO incrustada en un esquema de integración

La RNA-EDO ya codificada e identificada en su estructura interna (pesos) y externa (número de capas) se procede a llevar a cabo una fase de validación con el fin de medir la capacidad de la RNA para generar las predicciones al proceso de cristalización batch.

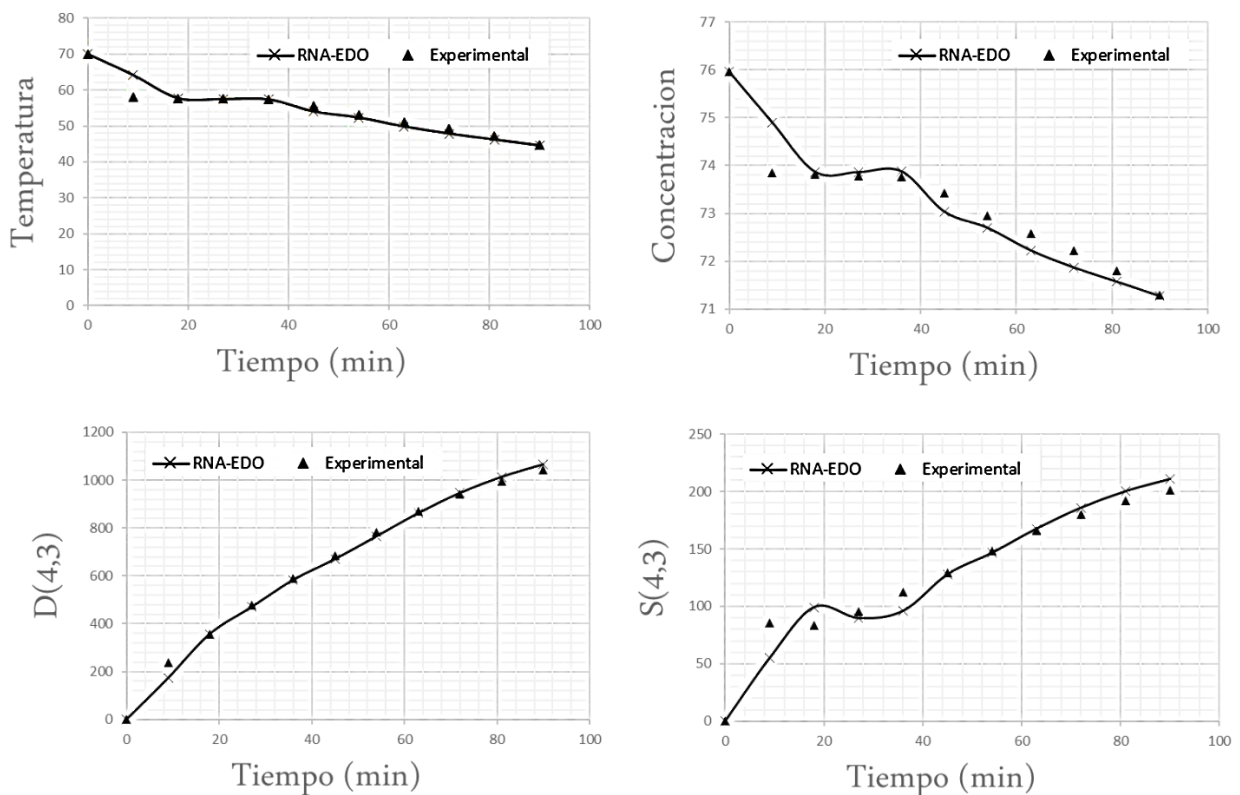
Para llevar a cabo esta fase de validación fue necesario llevar a cabo un muestreo aleatorio de la base de datos histórica de los distintos comportamientos predictivos de la RNA-EDO mediante la variación de la información que se le proporcionara a la RNA.

En este caso se selecciona información que tenga comportamientos a presión a vacío y a presión atmosférica, con el fin de comprobar de que la RNA es capaz de predecir a distintas condiciones de operación del equipo de cristalización batch.

En esta fase se decidió seleccionar un total de seis experimentaciones, los cuales se dividieron en procesos llevados a cabo con presión de vacío y a procesos sin presión de vacío.

### 3.4.1 Experimentaciones a presión a vacío

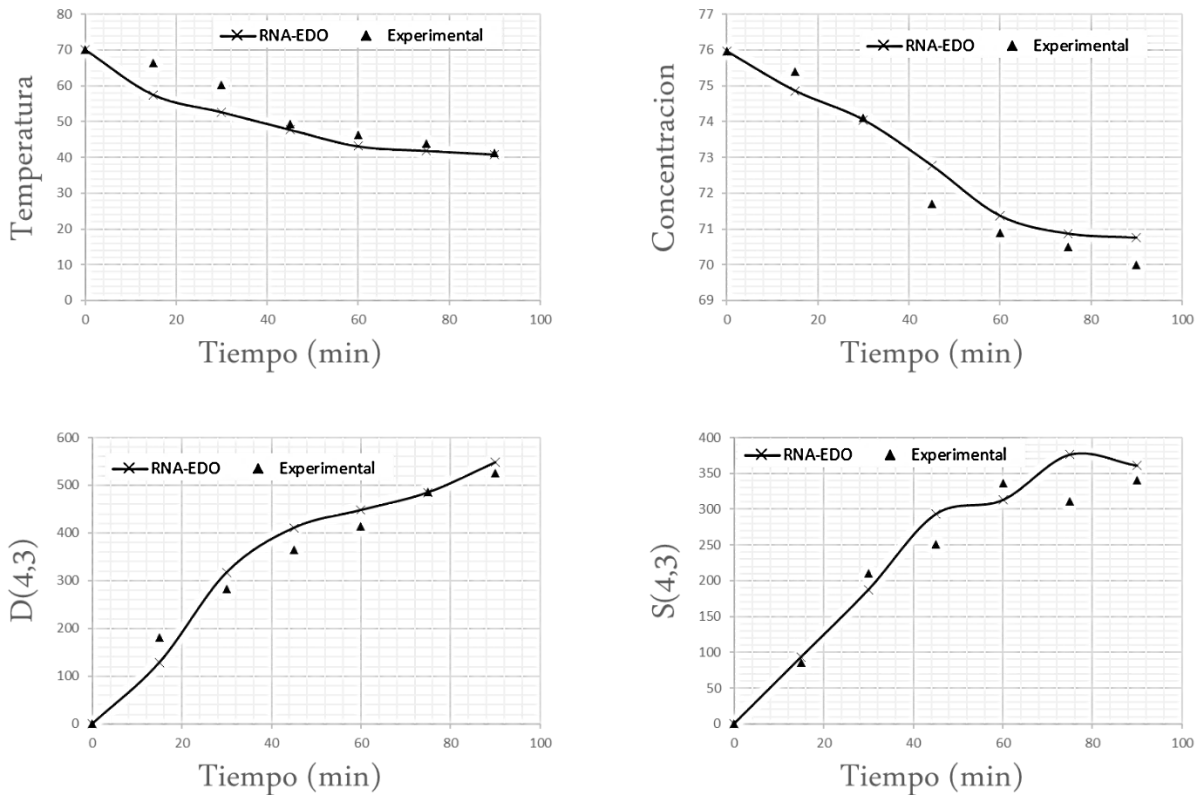
En la Figura 3.6 se muestra una corrida experimental extraída de la base de datos histórica que se desarrolló por Rosete (2015). Donde analizando la Figura 3.6 se denota que las predicciones de la RNA-EDO (equis de color negro) se ajustan satisfactoriamente con respecto a los datos experimentales, obteniendo para las predicciones un ajuste de la temperatura del 93%, para la concentración del 93%, para la D(4,3) un 99% y para la S(4,3) un 96%, observando un comportamiento sin oscilaciones.



**Figura 3.6. Primera experimentación con presión a vacío (Rosete, 2015)**

La Figura 3.7 correspondiente a una corrida experimental efectuado por Xaca (2004) y denota que las predicciones de la RNA-EDO (equis de color negro) demuestran un comportamiento que se ajusta al experimental extraído de la base de datos histórica

de manera aleatoria, obteniendo para las predicciones un ajuste de la temperatura del 91%, para la concentración del 97%, para la D(4,3) un 98% y para la S(4,3) un 95%, donde en este segundo análisis se observa de igual manera un comportamiento satisfactorio.

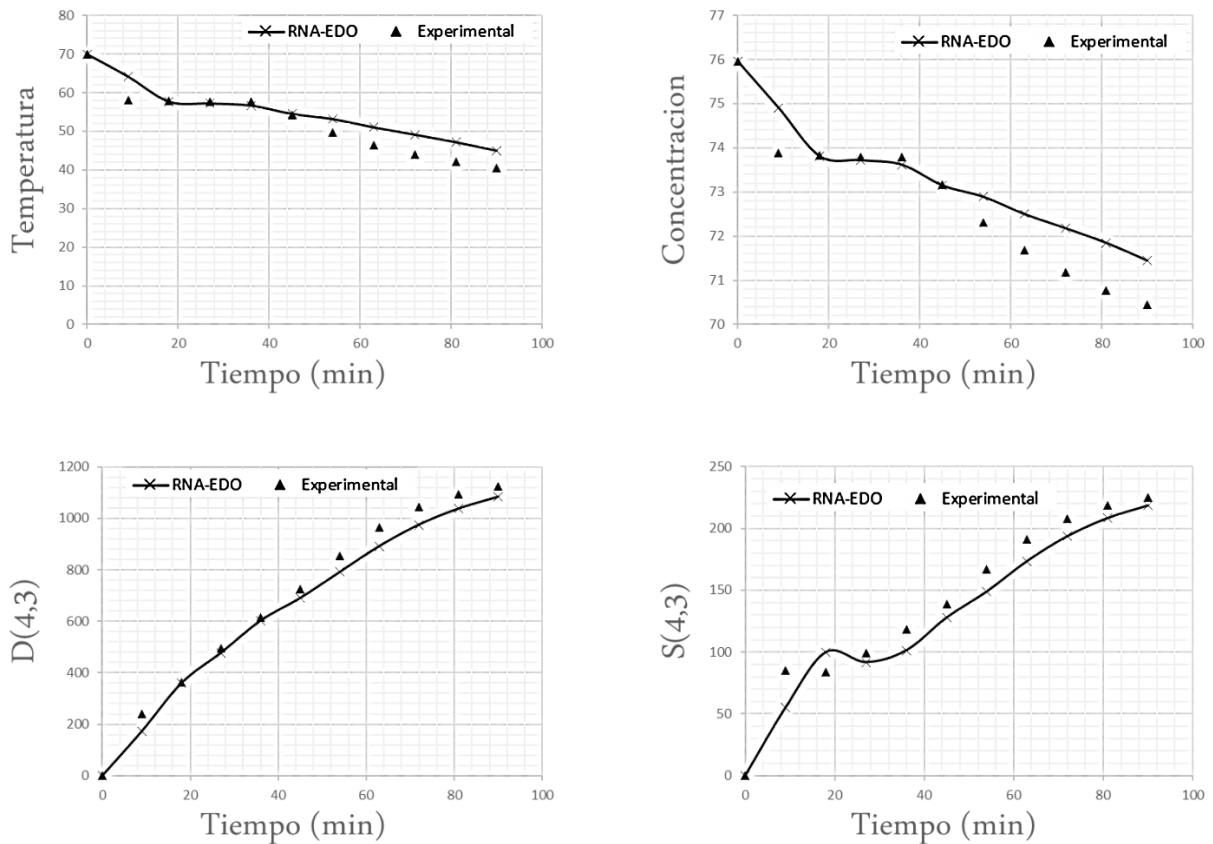


**Figura 3.7. Segunda experimentación con presión a vacío (Xaca, 2004)**

Por último, en la fase de análisis de corridas experimentales efectuados con presión a vacío se muestra mediante el muestreo aleatorio efectuado una corrida experimental efectuada por Rosete (2015), donde tal corrida se muestra en la Figura 3.8.

En esta fase de validación se muestra en la Figura 3.8 un comportamiento predictivo de la RNA-EDO denotado en la línea con equis de color negro, un comportamiento de igual forma muy semejante al obtenido de manera experimental extraída de la base de datos histórica, siendo seleccionado de manera aleatoria.

En este caso se obtuvieron para las predicciones un ajuste de la temperatura del 92%, para la concentración del 93%, para la D(4,3) un 99% y para la S(4,3) un 97%, donde en este tercer análisis de la fase de validación de la RNA-EDO se establece que la RNA es capaz de generar predicciones satisfactorias sin sobreajuste e idóneas para un proceso altamente no lineal.



**Figura 3.8. Tercera experimentación sin presión a vacío (Rosete, 2015)**

### 3.4.2 Experimentaciones a presión atmosférica

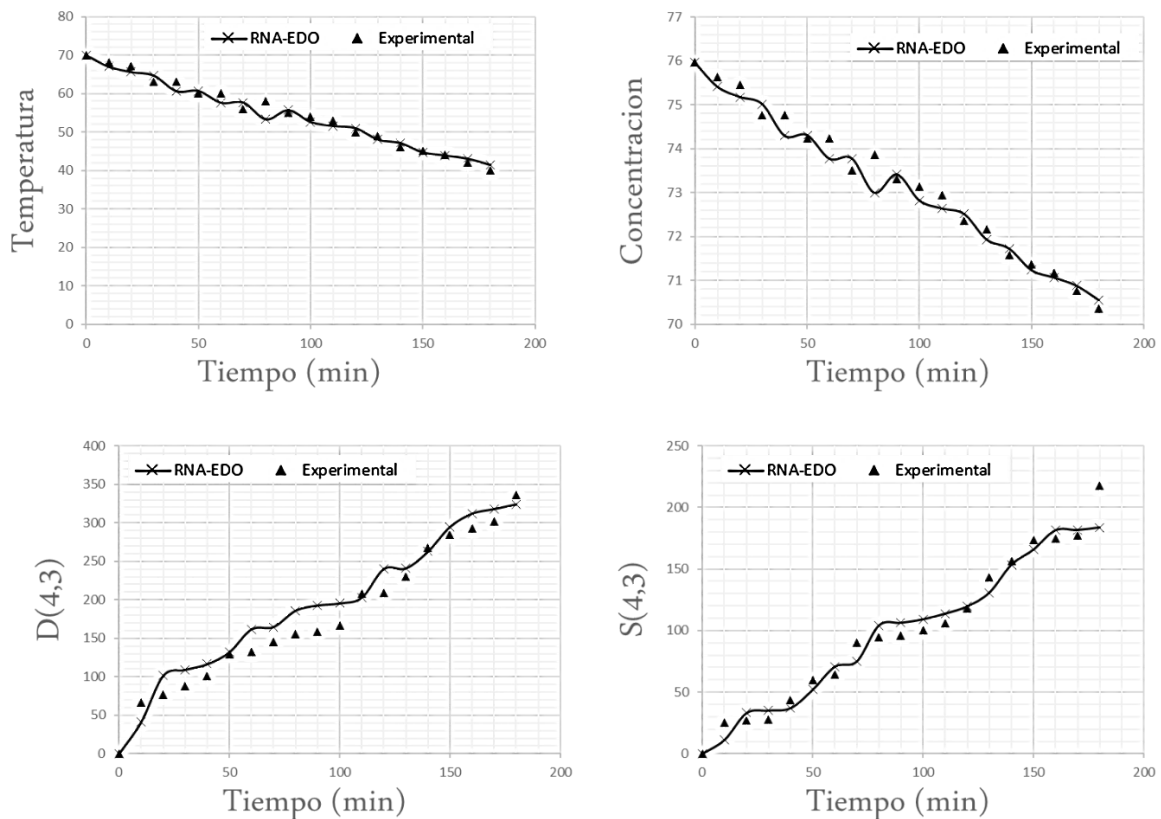
Ahora se procede a analizar información extraída de la base de datos experimental desarrollada a presión atmosférica, siguiendo el mismo procedimiento, se tomaron de



manera aleatoria tres corridas experimentales. A continuación, se muestra el análisis efectuado a cada una de ellas como parte de la fase de validación de la RNA-EDO.

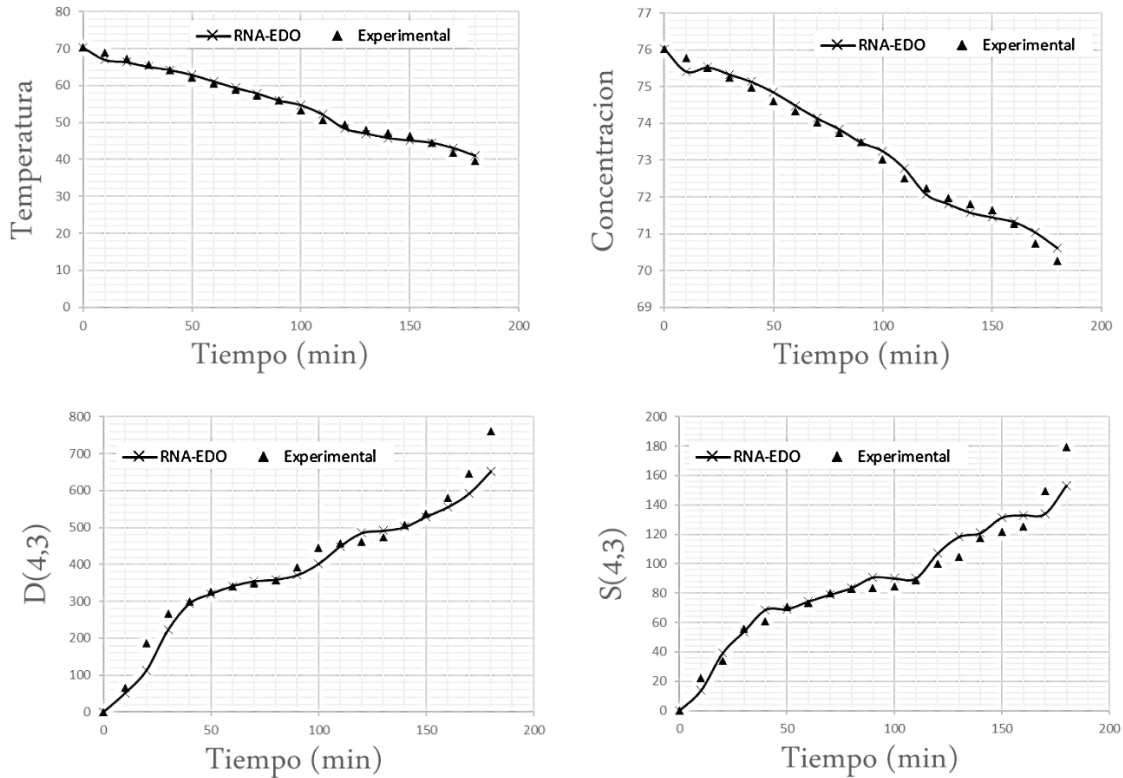
Observando el comportamiento gráfico de la Figura 3.9, la cual es una experimentación desarrollada por Espíndola (2004), se observa que las predicciones de la RNA-EDO se ajustan a los datos experimentales, sin embargo, hay un comportamiento con oscilaciones, pudiendo ocasionar perturbaciones si se incluye un sistema de control acoplado a la red neuronal diseñada.

Observando que el ajuste de las predicciones para la temperatura fue del 97%, para la concentración del 97%, para la D(4,3) del 97% y para la S(4,3) del 97%, demostrando que la RNA-EDO también está obteniendo predicciones para experimentaciones sin presión a vacío (presión atmosférica).



**Figura 3.9. Primera experimentación sin presión a vacío (Espíndola, 2004)**

En la Figura 3.10, se muestran los comportamientos de los datos experimentales extraídos de la base de datos histórica, desarrollados por Rodríguez (2006) y de igual forma se muestra un ajuste de datos experimentales satisfactoria, con menor presencia de oscilaciones.

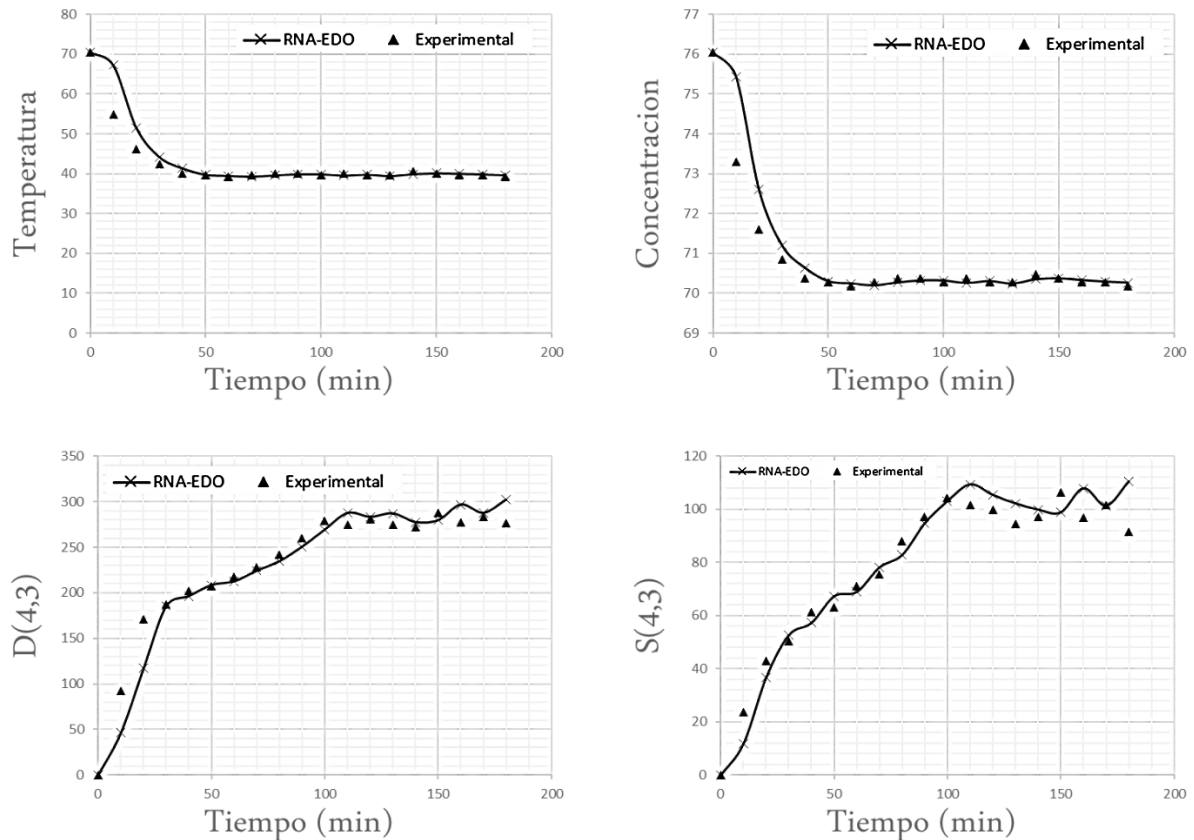


**Figura 3.10. Segunda experimentación sin presión a vacío (Rodríguez, 2006)**

En el segundo caso de experimentaciones efectuados a presiones atmosféricas se observan las predicciones con un ajuste de la temperatura del 99%, para la concentración del 99%, para la  $D(4,3)$  un 97% y para la  $S(4,3)$  un 95%, en donde se observa una mayor capacidad de ajuste de las predicciones con los datos experimentales de la base de datos.

Ahora se procede a efectuar la tercera validación desarrollada con los datos de Vera (2005) con condiciones de presión atmosférica. Se observa que el comportamiento experimental y predictivo de la RNA-EDO en la Figura 3.11. Analizando los

comportamientos de la Figura 3.11, se ajusta satisfactoriamente a la base de datos histórica para la temperatura del 91%, para la concentración del 92%, para la D(4,3) un 96% y para la S(4,3) un 96%.



**Figura 3.11. Tercera experimentación sin presión a vacío (Vera, 2005)**

Por lo tanto, analizando los datos obtenidos en la validación, se puede decir que la RNA-EDO que se diseñó tiene una alta capacidad de predictiva, donde tal RNA logra predecir información de las variables de estado de experimentaciones efectuadas tanto con presión a vacío y sin presión a vacío.

Comparando con los porcentajes de ajuste con respecto a la base de datos obtenida mediante la validación de la RNA-EDO, se puede corroborar que en efecto la RNA puede lograr predicciones muy efectivas en un entorno altamente no lineal y sin

importar las condiciones de operatividad del equipo de cristalización batch con regulación a vacío, dando paso a la corroboración de distintas investigaciones (Castañeda *et al.*, 2016, Chen *et al.*, 2016, Leng *et al.*, 2016 y Verma *et al.*, 2017) donde argumentan que las RNA's son capaces de entrenarse existiendo aun así una alta no linealidad, en este caso en un proceso cristalización.

La alta no linealidad en el proceso de cristalización batch se debe a la complejidad del proceso, el cual se encuentra dentro de un esquema con un gran número de variables de estado que interfieren. Donde para lograr generar una adecuada cuantificación de sus parámetros y evitar la existencia de ruido que pueda existir en una experimentación (causado por las condiciones de los instrumentos encargados de muestrear la información de las variables de estado) es necesario un adecuado control del proceso, pero que a su vez estas problemáticas, puede llegar a beneficiar a la RNA, favoreciéndola en su estructura interna con información que demuestre las distintas rutas que pueden ocurrir en el transcurso de la experimentación, haciéndola más apegada a la realidad, logrando así una RNA con mayor experiencia y con mejores predicciones.

Donde se corrobora esta información que en la fase de validación de la RNA-EDO demuestra ser una red viable, con predicciones con un ajuste mayor del 90% para las variables de estado (temperatura, concentración,  $D(4,3)$  y  $S(4,3)$ ) del proceso de cristalización batch en sus distintas condiciones de operatividad.

### **3.5 Determinación del rendimiento de la RNA-EDO**

Habiendo logrado el funcionamiento de una RNA-EDO mediante la fase de validación y deduciendo que es capaz de predecir las variables de estado de experimentaciones plasmadas en la base de datos histórica mediante un esquema de integración, se procede a determinar su rendimiento con el fin de medir el error absoluto de las predicciones (Castañeda *et al.*, 2016). Se procedió a calcular el error de porcentaje

absoluto medio (EPAM), mediante la información experimental utilizada para la prueba de validación.

Los resultados correspondientes a la primera experimentación efectuada por Rosete (2015), donde tal corrida fue efectuada con presión a vacío se obtuvo un EPAM global del 4.25%, mientras que las distintas variables de estado predichas se generaron EPAM's en el caso de la temperatura un 2.01%, la concentración un 0.36%, la D(4,3) del 4.58% y para la S(4,3) un 10.05%, obteniéndose buenos resultados en esta experimentación.

El EPAM global para la experimentación efectuada por Xaca (2004), fue del 6.84% y de manera independiente para la temperatura fue de 6.72%, la concentración de 0.64%, la D(4,3) de 10.56% y la S(4,3) de 9.44%, donde a partir de los resultados se establece una variación del error dentro del área de aceptación, para un proceso altamente no lineal.

Los resultados del EPAM global para la experimentación desarrollada por Rosete (2015) fue de 6.62% y el EPAM individual para la temperatura fue del 5.37%, la concentración de 0.72%, la D(4,3) de 7.45% y la S(4,3) de 12.94%. A partir de estos resultados se establece que se encuentran en un rango de aceptación para procesos altamente no lineales.

Los rendimientos para las corridas experimentales de la fase de validación dirigidas al proceso a presiones atmosféricas, efectuada por Espíndola (2004) donde el EPAM global fue de 7.7% sus EPAM individuales, para la temperatura fue del 2.45%, la concentración de 0.33%, la D(4,3) de 12.66% y la S(4,3) de 15.55%. Estos resultados obtenidos se encuentran en una región aceptable en procesos altamente no lineal.

Los rendimientos de la corrida experimental efectuada por Rodríguez (2006), obtuvo un EPAM global de 5.09%, los EPAM independientes fueron para temperatura de

1.61%, la concentración de 0.23%, la D(4,3) de 9.39% y la S(4,3) de 9.15%, siendo todos éstos rendimientos satisfactorios para un proceso de esta índole.

Por último, se procede a obtener los rendimientos del caso estudiado en la fase de validación efectuado por Vera (2005), obteniéndose un EPAM global de 6.01% y para los EPAM individuales, para la temperatura de 2.46%, la concentración de 0.33%, la D(4,3) de 10.29% y para la S(4,3) de 10.95%, estableciendo también que se obtuvieron muy buenos rendimientos para esta experimentación.

Analizando los valores obtenidos para los rendimientos mediante la determinación del EPAM con respecto a investigaciones efectuadas sobre métodos predictivos de RNA-EDO (Chen *et al.*, 2016, Leng *et al.*, 2016 y Verma *et al.*, 2017), los porcentajes del error absoluto obtenidos en esta investigación demuestran que las predicciones a las variables de estado del proceso de cristalización batch con regulación a vacío por medio de la RNA-EDO son muy eficientes.

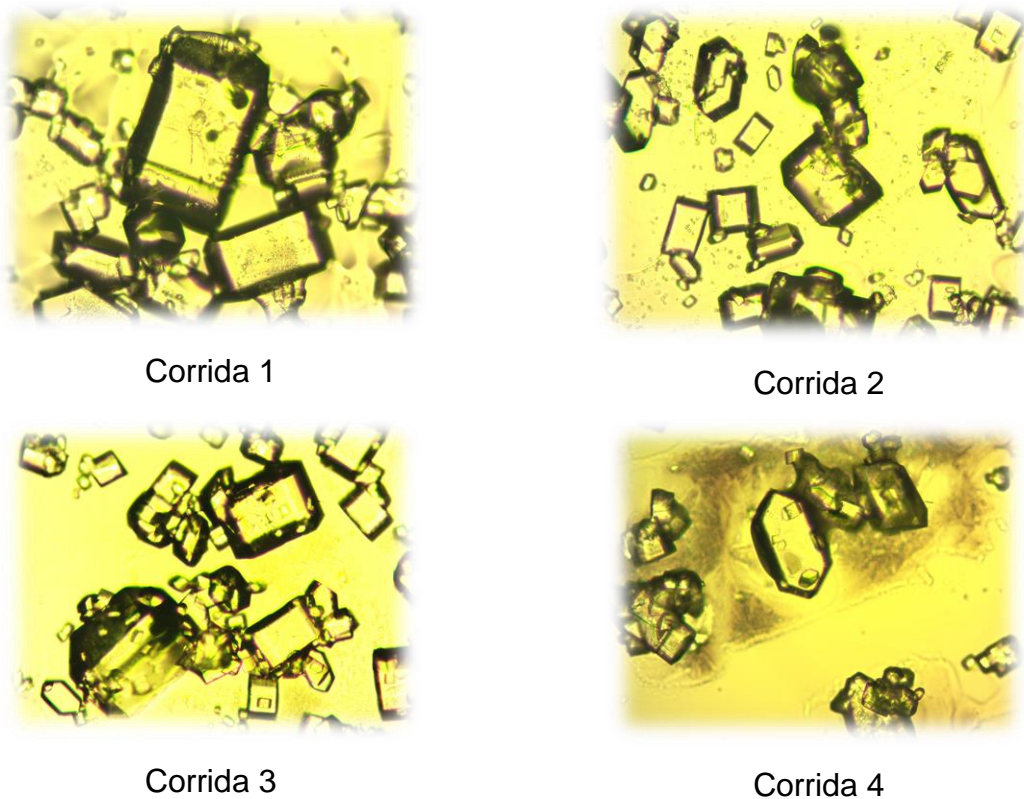
Teniendo la RNA-EDO incrustada en un esquema de integración del tipo Runge-Kutta de 4° orden, puede ser capaz de predecir los comportamientos dentro del proceso de cristalización batch con regulación de presión de vacío y a presión atmosférica y como parte de la prueba de rendimiento de la RNA se determina que tanto los datos experimentales a presión a vacío y a presión atmosférica utilizados para el cálculo del EPAM son satisfactorios, ya que el rango de exactitud de las predicciones definido en términos del EPAM, se establece que el  $EPAM \leq 10\%$  tiene una alta precisión de predicción, el EPAM entre 10% y 20% muestra una buena predicción y el EPAM del 20% al 50% muestra una precisión normal y más del 50% muestra mala precisión (Nahid *et al.*, 2013). Con ello se determina que todas las predicciones obtenidas de la RNA-EDO se encuentran en un alto nivel de predicción y en niveles de buena predicción, sin importar las condiciones de operación del cristizador con respecto a la base de datos histórica.

### 3.6 Evaluación del diseño de experimentos

En base a la Sección 2.2.5, se plantea el período en el cual se efectuaron las corridas experimentales que se contemplan en el diseño experimental D-Optimal, contemplando tiempos de operatividad del cristalizador batch con regulación a vacío ubicado en planta piloto del Instituto Tecnológico de Orizaba y finalmente se analizan los resultados pertinentes.

#### 3.6.1 Análisis de tamaño de cristal

Se muestran los resultados obtenidos a las micrografías de los cristales en el minuto 90 de la corrida 1 (24 InHg y 300 RPM), la corrida 2 (0 InHg y 300 RPM), la corrida 3 (24 InHg y 180 RPM) y a la corrida 4 (12 InHg y 300 RPM) (Figura 3.12).

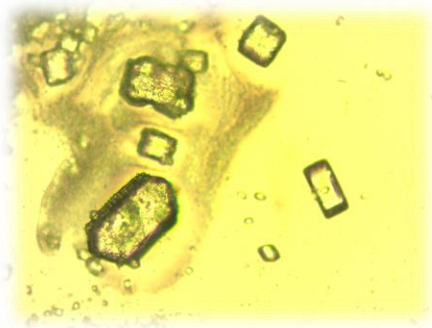


**Figura 3.12. Micrografías de la corrida experimental uno a la cuatro (minuto 90)**

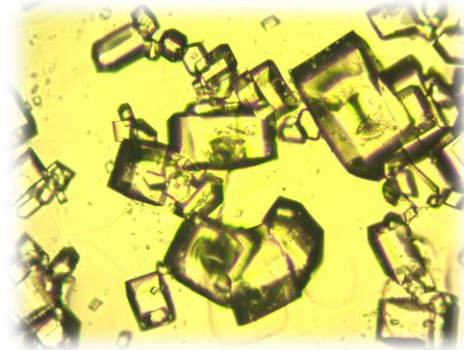


Se observa en las corridas experimentales efectuadas en el cristizador batch con regulación a vacío, que en la corrida 1, existen cristales con un tamaño de  $1466.85 \mu\text{m}$  (D(4,3)) y  $302.93 \mu\text{m}$  (S(4,3)), de igual forma se observa la corrida 2 se obtuvieron tamaños de cristal de  $407.96 \mu\text{m}$  (D(4,3)) y  $207.44 \mu\text{m}$  (S(4,3)), para la corrida 3, se obtuvo un tamaño de cristal de  $1119.92 \mu\text{m}$  (D(4,3)) y  $307.01 \mu\text{m}$  (S(4,3)), y por último para la corrida 4, se identifican cristales de un tamaño de  $904.71 \mu\text{m}$  (D(4,3)) y  $536.23 \mu\text{m}$  (S(4,3)), estableciendo que todos los tamaños de cristal identificados son en el minuto 90 de cada operación.

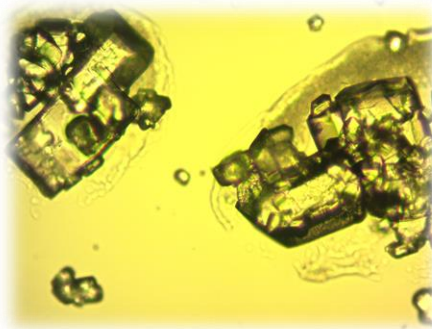
De igual forma se muestran las micrografías de los cristales en el minuto 90 de la corrida 5 (0 InHg y 180 RPM), corrida 6 (24 InHg y 180 RPM), corrida 7 (12 InHg y 210 RPM) y corrida 8 (24 InHg y 240 RPM) (Figura 3.13).



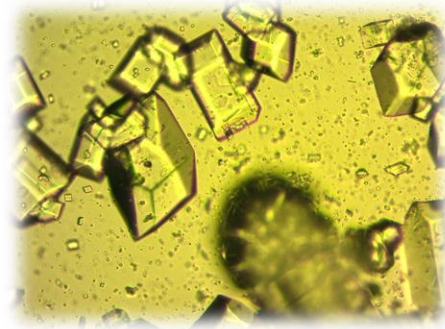
Corrida 5



Corrida 6



Corrida 7



Corrida 8

**Figura 3.13. Micrografías de la corrida experimental cinco a la ocho (minuto 90)**



En la corrida 5 que se obtuvo un tamaño de cristal de  $234.64 \mu\text{m}$  (D(4,3)) y  $138.45 \mu\text{m}$  (S(4,3)), en la corrida 6 se generaron cristales con un tamaño de  $1103.18 \mu\text{m}$  (D(4,3)) y  $381.37 \mu\text{m}$  (S(4,3)), en la corrida 7 se cuantifican cristales de  $864.87 \mu\text{m}$  (D(4,3)) y  $397.95 \mu\text{m}$  (S(4,3)), por último se muestra la corrida 8, logrando obtener tamaños de cristal de  $1263.80 \mu\text{m}$  (D(4,3)) y  $389.88 \mu\text{m}$  (S(4,3)).

Con esta información se identificó que la experimentación con el mejor tamaño de cristal ( $1466.85 \mu\text{m}$ ) obtenido es la corrida 1, la cual se llevó a cabo con las condiciones de presión a vacío de 24 InHg y una agitación de 300 RPM.

término manera se determina que la presión a vacío favorece el crecimiento de los cristales, de la misma manera se establece que el mejor tamaño de cristal fue de  $1466.85 \mu\text{m}$ , que se obtuvieron a una agitaciones de 300 RPM y que al disminuir la agitación en los distintas experimentaciones, se reduce alrededor de un 24% el tamaño final de los cristales, donde ésta información es justificada con las distintas investigaciones efectuadas en el cristalizador batch (Alvarado, 2009; Bastián, 2004; Benítez, 2007; Bolaños, 2000; Briseño, 2006; Cadeza, 2006; Carrillo, 2006; Castañeda, 2006; Córdova, 2004; Diaz, 2011; Espíndola, 2004; Martínez, 2006; Mendoza, 2004; Molina, 2011; Rodríguez, 2006; Román, 2005; Rosete, 2015; Solís, 2011; Vera, 2005; Xaca, 2006).

### 3.6.2 Estudio del análisis de varianza

Se analizan los comportamientos de los resultados obtenidos mediante experimentación de la D(4,3), S(4,3) y MCF, donde éstos parámetros los seleccionados como respuesta para el diseño experimental. Este análisis es fundamental para determinar la significancia de los diferentes parámetros seleccionados y su afectación en las distintas respuestas.

Se presenta el análisis de varianza (ANOVA) de las ocho experimentaciones proporcionadas por el diseño de experimentos con respecto al tamaño de cristal (D(4,3)) (Variable de respuesta) (Tabla 3.3).

Tabla 3.3 ANOVA de los resultados experimentales con respecto a la D(4,3)

Fuente	suma de cuadrados	Grados de Liberta	Cuadrado medio	Prob>F
Modelo	1216974.116	5	243394.8232	0.0190
A (Presión)	1079109.813	1	1079109.813	0.0043
B (Agitación)	71550.28385	1	71550.28385	0.0598
A*B	9431.360657	1	9431.360657	0.2922
A^2	3035.107973	1	3035.107973	0.5059
B^2	1101.438207	1	1101.438207	0.6761
Residual	9395.501384	2	4697.750692	
Falta de ajuste	9255.274283	1	9255.274283	0.0780
Error Puro	140.2271017	1	140.2271017	
Total	1226369.617	7		
R^2	0.992338769			
R^2 ajustada	0.97318569			
adecuación de precisión	19.77640477			

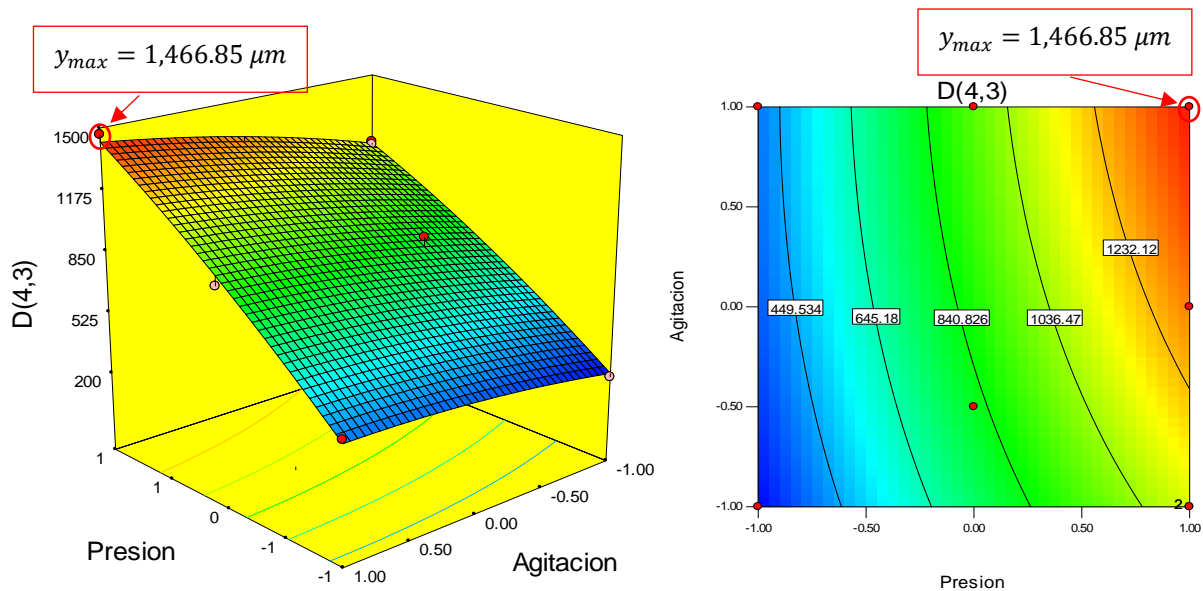
De la Tabla 3.3, con un nivel de significancia del modelo presenta un valor de “probabilidad>F” de  $p = 0.0190$ , estando por debajo de  $\alpha = 0.05$  (criterio de rechazo de la hipótesis alterna ( $H_1$ )), esto indica que el modelo es significativo. Por otra parte, se observa que la presión (A) es altamente significativo para modelo y en el caso de la agitación (B) genera una tendencia a la significancia, en el caso de la iteración doble no hay significancia y de igual forma para los efectos cuadráticos (Montgomery, 2013).

De igual forma, se observa una falta de ajuste de 0.078, siendo este valor no significativo, lo que quiere decir que las predicciones paran cerca de los promedios experimentales. También denota la adecuación de precisión, que significa la relación señal/ruido, siendo mayor que el valor deseable 4 con 19.77, esto indica una señal

adecuada, de esta forma se puede utilizar el modelo para navegar por el espacio de diseño experimental. Por otra parte, se denota el ajuste del modelo con un valor de  $R^2$  de 0.99 y una  $R^2$  ajustada de 0.97, lo que significa que este modelo puede explicar el 99.22% de las variaciones totales que ocurren con respecto a la  $D(4,3)$  (Chen *et al.*, 2016). Por otro lado, el modelo que se origina es un modelo cuadrático el cual demuestra que es adecuado para describir el espacio de diseño experimental (Ecuación 3.1).

$$D(4,3) = 877.41 + 474.25A + 112.68B + 45.42A * B - 48.76A^2 - 33.24B^2 \quad (3.1)$$

La superficie de respuesta que se muestra en la Figura 3.14 inciso a), indica un comportamiento de trayectoria de ascenso pronunciado, donde se muestra que la mejor trayectoria de la variable de respuesta  $D(4,3)$  fue de  $1466.85 \mu m$ , se obtiene a la presión de vacío de 24 InHg y una agitación de 300 RPM. Estos resultados óptimos corresponden a la corrida experimental 1.  $y_{max} = 1,466.85 \mu m$



**Figura 3.14. a) Superficie de respuesta y b) gráfico de contornos para la determinación de la  $D(4,3)$  de los cristales**

En la Figura 3.14 inciso b) se muestra el gráfico de contornos de la superficie que valida el comportamiento de ascensos pronunciado (Montgomery, 2013). De esta forma

con la superficie de respuesta podemos observar una perspectiva distinta que la mejor experimentación corresponde a la corrida 1 (ya comprobado mediante las micrografías).

El ANOVA con respecto a la variable de respuesta S(4,3) de los ocho experimentos proporcionados por el diseño de experimental (Tabla 3.5).

Tabla 3.5 ANOVA de los resultados experimentales con respecto a la S(4,3)

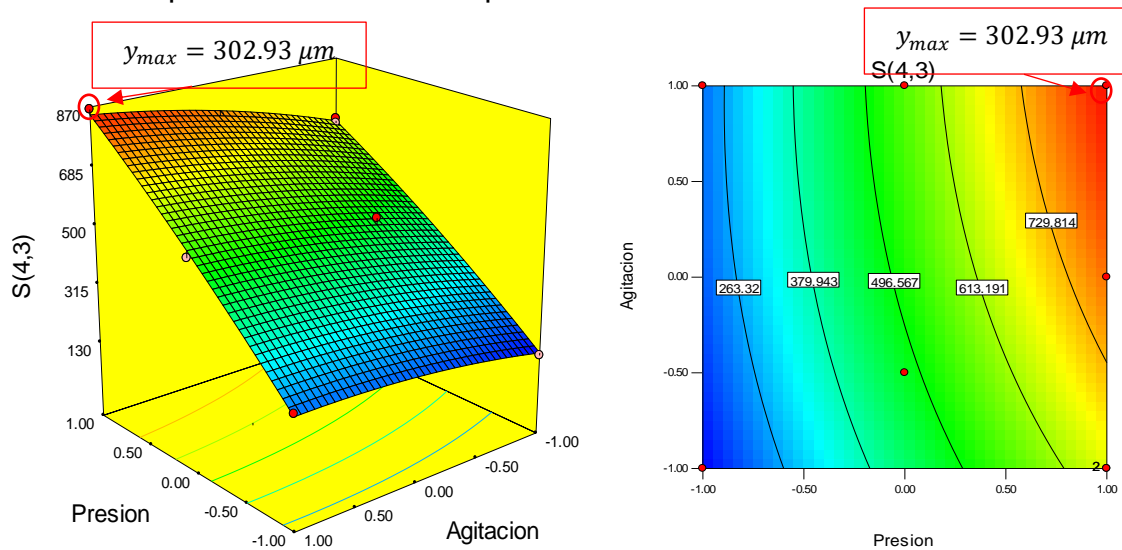
Fuente	suma de cuadrados	Grados de Liberta	Cuadrado medio	Prob>F
Modelo	4.36E+05	5	87171.06	0.0101
A (Presión)	3.85E+05	1	3.85E+05	0.0023
B (Agitación)	25008.07	1	25008.07	0.0336
A*B	3333.81	1	3333.81	0.1917
A^2	620.12	1	620.12	0.4906
B^2	553.1	1	553.1	0.512
Residual	1769.39	2	884.7	
Falta de ajuste	1647.09	1	1647.09	0.1694
Error Puro	122.3	1	122.3	
Total	4.38E+05	7		
R^2	0.996			
R^2 ajustada	0.9858			
adecuación de precisión	27.16503263			

De la Tabla 3.5, con un nivel de significancia de  $p = 0.05$  y un nivel de confianza del 95%, el modelo presenta un valor de “probabilidad>F” de 0.0101, siendo este valor inferior al de 0.05 (criterio de rechazo de la hipótesis alterna ( $H_1$ )), esto indica que el modelo es significativo. Por otra parte, se observa que la presión (A) es altamente significativo para modelo obtenido, en el caso de la agitación (B) se obtiene una significancia para el modelo, en el caso de la iteración doble y los efectos cuadráticos, muestran una tendencia de no significancia.

Se observa una falta de ajuste de 0.1694, siendo este valor no significativo, lo que quiere decir que las predicciones paran cerca de los promedios experimentales. También se observa la adecuación de precisión, siendo mayor que el valor deseable 4 con 27.16, esto indica una señal adecuada, de esta forma se puede utilizar el modelo para navegar por el espacio de diseño experimental. Por otra parte, se denota el ajuste del modelo con un valor de  $R^2$  de 0.99 y una  $R^2$  ajustada de 0.98, lo que quiere decir que este modelo puede explicar el 99.60% de las variaciones totales que ocurren con respecto a la S(4,3) (Chen *et al.*, 2016). Por otro lado, el modelo que se origina, es un modelo cuadrático demostrando ser adecuado para describir el espacio de diseño experimental (Ecuación 3.2).

$$S(4,3) = 515.16 + 283.25A + 66.62B + 27.01A * B - 22.04A^2 - 23.56B^2 \quad (3.2)$$

La superficie de respuesta que se muestra en la Figura 3.15 inciso a), indica un comportamiento de trayectoria de ascenso pronunciado, donde se muestra que la mejor trayectoria de la variable de respuesta S(4,3) fue de  $302.93 \mu\text{m}$ , se obtiene a la presión de vacío de 24 InHg y una agitación en el proceso de 300 RPM. Estos resultados óptimos corresponden a la corrida experimental 1.



**Figura 3.15. a) Superficie de respuesta y b) gráfico de contornos para la determinación de la S(4,3) de los cristales**

Por último, se procede a analizar el ANOVA con respecto a la variable de respuesta MCF de las ocho experimentaciones propuestas por el diseño de experimentos (Tabla 3.6).

Tabla 3.6 ANOVA de los resultados experimentales con respecto a la MCF

Fuente	suma de cuadrados	Grados de Liberta	Cuadrado medio	Prob>F
Modelo	1.65E+07	5	3.30E+06	0.0133
A	1.54E+07	1	1.54E+07	0.0029
B	3.78E+05	1	3.78E+05	0.0999
A*B	467.1	1	467.1	0.9276
A^2	4.82E+05	1	4.82E+05	0.081
B^2	27959.54	1	27959.54	0.5102
Residual	88586.97	2	44293.48	
Falta de ajuste	84178.36	1	84178.36	0.1432
Error Puro	4408.61	1	4408.61	
Total	1.66E+07	7		
R^2	0.994663503			
R^2 ajustada	0.981322262			
adecuación de precisión	22.47323975			

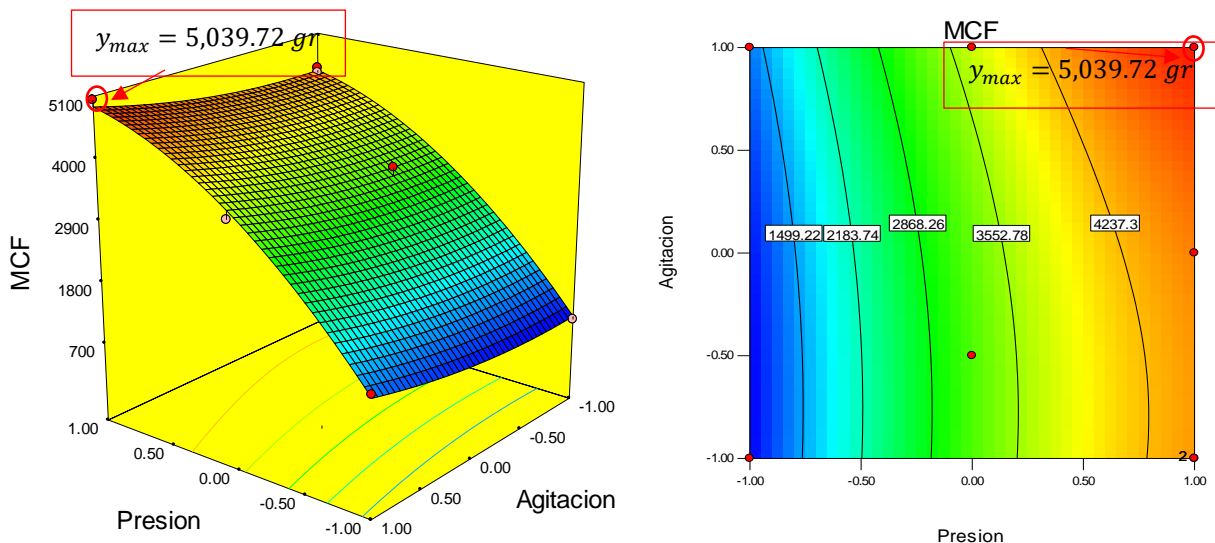
La Tabla 3.6, con un nivel de significancia de  $\alpha = 0.05$  y un nivel de confianza del 95%, se muestra un valor de “probabilidad>F” de 0.0133, siendo este valor inferior al de 0.05 (criterio de rechazo de la hipótesis alterna ( $H_1$ )), esto indica que el modelo es significativo. Por otra parte, se observa que la presión (A) es altamente significativo para modelo obtenido, en el caso de la agitación (B), iteración doble y los efectos cuadráticos, muestran una tendencia de no significancia (Montgomery, 2013).

Se observa una falta de ajuste de 0.1432, siendo este valor no significativo. lo que quiere decir que las predicciones paran cerca de los promedios experimentales. También podemos observar la adecuación de precisión, siendo mayor que el valor deseable 4 con 22.47, esto indica una señal adecuada, de esta forma se puede utilizar

el modelo para navegar por el espacio de diseño experimental. Por otra parte, se denota el ajuste del modelo con un valor de  $R^2$  de 0.99 y una  $R^2$  ajustada de 0.98, lo que quiere decir que este modelo puede explicar el 99.46% de las variaciones totales que ocurren con respecto a la MCF (Chen *et al.*, 2016). Por otra parte, modelo que se origina, es un modelo cuadrático demostrando ser adecuado para describir el espacio de diseño experimental (Ecuación 3.3).

$$MCF = 3310.27 + 1789.07A + 258.96B + 10.11A * B - 614.09A^2 + 167.50B^2 \quad (3.3)$$

La superficie de respuesta que se muestra en la Figura 3.16 inciso a), indica un comportamiento de trayectoria de ascenso pronunciado, donde se muestra que la mejor trayectoria de la variable de respuesta MCF fue de 5,039.72 gr, se obtiene a la presión de vacío de 24 InHg y una agitación en el proceso de 300 RPM. Estos resultados óptimos corresponden a la corrida experimental 1 (Montgomery, 2013).



**Figura 3.16. a) Superficie de respuesta y b) gráfico de contornos para la determinación de la MCF de los cristales**

Con los resultados obtenidos de los tres ANOVA's, se determina que la mejor corrida experimental, tanto para las variables de respuesta de D(4,3), S(4,3) y MCF es la corrida 1, teniendo como parámetros para su solución de una presión de 24 InHg y

una agitación de 300 RPM; de igual forma se analiza la peor corrida experimental para las tres variables de respuesta, siendo la corrida 5, la cual se efectuó con una presión 0 InHg y una agitación de 180 RPM.

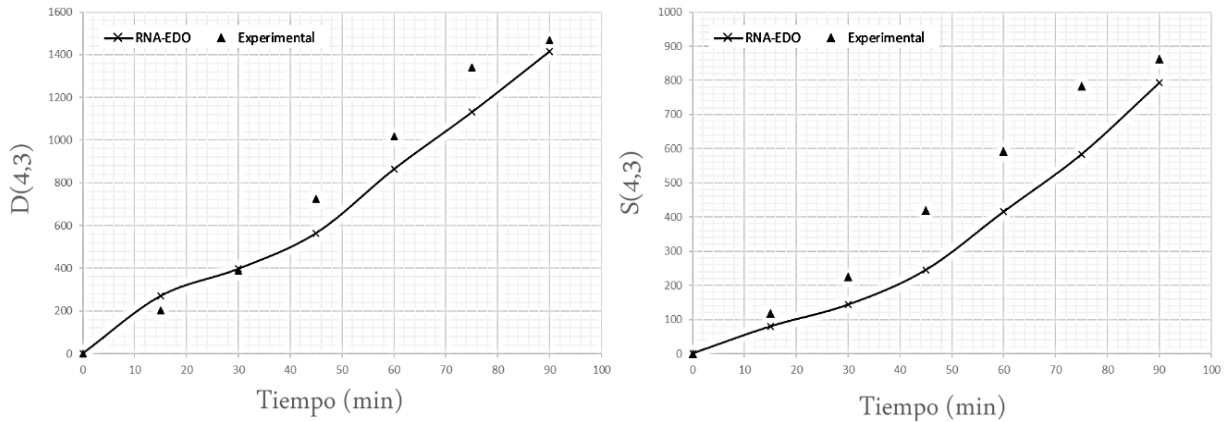
Lo anterior se puede corroborar con las investigaciones efectuadas en el equipo cristalización batch (Alvarado, 2009; Bastián, 2004; Benítez, 2007; Bolaños, 2000; Briseño, 2006; Cadeza, 2006; Carrillo, 2006; Castañeda, 2006; Córdova, 2004; Diaz, 2011; Espíndola, 2004; Martínez, 2006; Mendoza, 2004; Molina, 2011; Rodríguez, 2006; Román, 2005; Rosete, 2015; Solís, 2011; Vera, 2005; Xaca, 2006).

### **3.7 RNA-EDO Validada en un esquema experimental (diseño experimental)**

Se procede a analizar los comportamientos experimentales obtenidos con las predicciones que la RNA-EDO, para ello se acopla la información experimental con la estructura deseada para que pueda ser incrustada dentro de la RNA. Posteriormente, se analizan los comportamientos predictivos de la D(4,3) y S(4,3). En toda esta sección, se interpretarán con el uso de un triángulo para los valores obtenidos mediante el diseño experimental, mientras que los datos que se muestren con el uso de una equis y línea continua corresponden a datos obtenidos mediante las predicciones de la RNA-EDO.

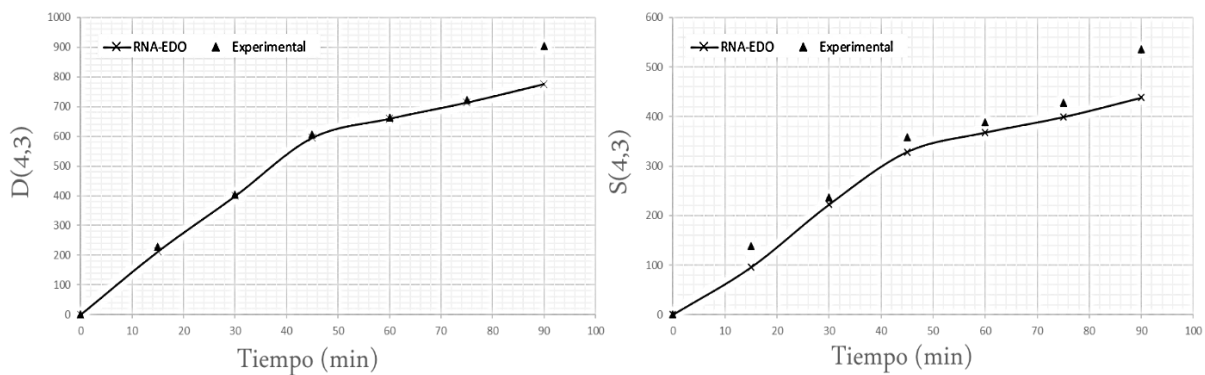
Se analiza la corrida experimental 1 (Figura 3.17) y se observa que tanto la información experimental como la predicha por la RNA-EDO tienden a tener un comportamiento muy similar, para ello se corrobora mediante el cálculo de  $R^2$  donde en el caso de la D(4,3), se obtiene un ajuste de 0.98 y para la S(4,3) un ajuste de 0.96, y para medir el rendimiento de éstas predicciones se usa el EPAM obteniendo para la D(4,3) un 13.10% y para la S(4,3) un 25.02%, ambos resultados aceptables como una predicción normal (Nahid *et al.*, 2013). Se determina que la corrida experimental 1 con respecto a la validación de la RNA-EDO es satisfactoria, obteniendo predicciones aceptables en un esquema de alta no linealidad.





**Figura 3.17. Corrida experimental 1 (24 InHg y 300 RPM)**

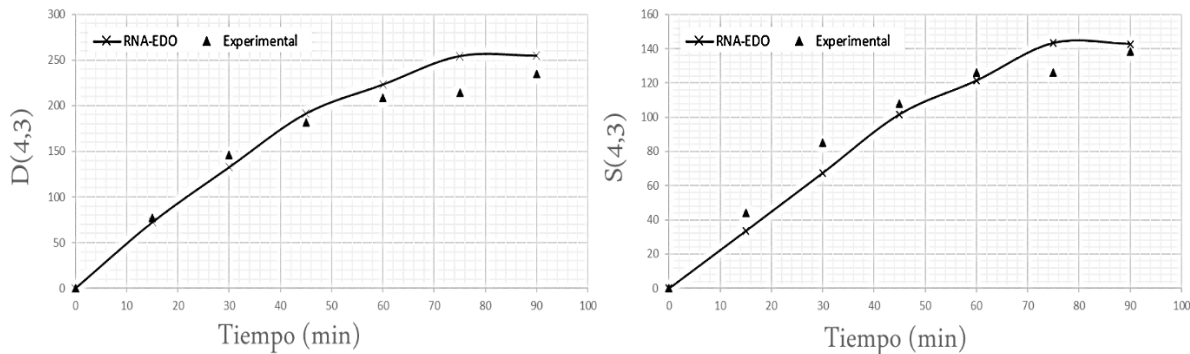
La corrida experimental 4 (Figura 3.18), muestran un comportamiento experimental contra el predicho por la RNA-EDO muy semejante. Se procede a calcular la  $R^2$ , obteniendo para la D(4,3) de 0.98 y la S(4,3) de 0.98, después se procede a calcular el EPAM obteniendo en el caso de la D(4,3) un 3.66% y para la S(4,3) un 10.81% estando en el rango de una excelente predicción (Nahid *et al.*, 2013).



**Figura 3.18. Corrida experimental 4 (12 InHg y 300 RPM)**

La corrida experimental 5 (Figura 3.19), donde se procede a determinar  $R^2$ , donde arroja como resultado para la D(4,3) de 0.98 y para la S(4,3) de 0.96, donde ambos resultados muestran un ajuste adecuado para el esquema experimental de no linealidad, en el caso del rendimiento el EPAM se obtuvo para la D(4,3) un 7.92% y

para la S(4,3) un 10.10%, donde para ambos resultados son una excelente predicción (Nahid *et al.*, 2013).



**Figura 3.19. Corrida experimental 5 (0 InHg y 180 RPM)**

El resto de corridas experimentales se encuentra en el Anexo B, con el fin de evitar una saturación de información y poder representar una parte significativa de los resultados obtenidos en esta fase de la investigación.

Observando los distintos comportamientos se deduce que la RNA-EDO logra predecir de manera adecuada el proceso tanto a presión atmosférica como a presión a vacío, y se establece que existe un incremento en la calidad de las predicciones cuando se encarga de procesos efectuados a presiones menores de 24 InHg, sin dejar de considerar las predicciones generadas a presiones elevadas como excelentes para un proceso altamente no lineal.

Con toda la información recabada se deduce que la RNA-EDO es capaz de predecir de manera adecuada el proceso de cristalización batch con regulación a vacío, en sus distintas facetas de comportamiento, obteniendo rendimientos globales para la corrida 1 del 19.05%, para la corrida 2 del 15.23%, para la corrida 3 del 16.54%, para la corrida 4 del 7.24%, para la corrida 5 del 9.01%, para la corrida 6 del 15.97%, para la corrida 7 del 10% y para la corrida 8 del 15.44%, siendo todos éstos rendimientos excelentes (<10%) a buenos (10% al 20%) todo ello reportado por Nahid *et al.* (2013).

Correspondiendo finalmente a una RNA-EDO capaz de predecir el comportamiento del crecimiento de los cristales en un proceso de cristalización de manera adecuada.

**CONCLUSIONES**  
**Y**  
**RECOMENDACIONES**

## CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

### Generación de una base de datos histórica

- Mediante la recolección de distintas investigaciones desarrolladas en el área de la cristalización de caña de azúcar y su debido análisis de forma individual y de una manera meticulosa, se logró estructurar una base de datos histórica que comprende 15 años de investigación enfocadas a las pruebas experimentales, donde tales pruebas están enfocadas al comportamiento de un equipo de cristalización batch ubicado en el Tecnológico de Orizaba en planta piloto en el laboratorio de cristalización y generación de biocombustibles, con el fin de estudiar los distintos comportamientos y mejorar el proceso, en este caso basándose en el crecimiento de los cristales.
- Generar una base de datos robusta para que pueda ser posible estudiar el comportamiento del cristalizador batch y de igual forma poder evaluarla, donde en este caso se optó por replicar y predecir el comportamiento de esta base de datos mediante el uso de la Red Neuronal Artificial (RNA), donde al ser una base de datos bastante extensa fue viable optar por este tipo de estudio predictivo.

### Red neuronal artificial para sistemas dinámicos

- Se desarrolló una RNA que se basa en sistemas dinámicos, en este caso mediante la solución de ecuaciones diferenciales ordinarias (EDO's), con el fin de predecir el comportamiento del proceso de cristalización batch con regulación a vacío.
- Por otra parte, las cuantificaciones que se logran obtener se deben transformar para explotar tales predicciones y poder ser comparables con los valores experimentales. Para ello se manejó la RNA-EDO incrustada en un esquema de

integración, para que de esta manera fuera posible analizar la información obtenida.

- De igual forma el segundo fin de ésta macrored de integración fue reducir el error predictivo generado por las EDO's. Finalmente se pudo observar una RNA-EDO incrustada en un método integrativo tipo Runge-Kutta de cuarto orden que fue capaz de predecir valores experimentales. En este caso predecir las variables de estado seleccionadas (temperatura, concentración, D(4,3) y S(4,3)) con el fin de mejorar la calidad del proceso de cristalización. Se obtuvieron predicciones con un ajuste superior al 90%, sin importar el comportamiento interno del proceso, en una área de investigación definida por la base de datos histórica experimental.
- La RNA-EDO obtenida tiene una estructura de [9 22 4], tal red tiene un flujo de alimentación hacia adelante, y con una conexión completa de todos sus nodos con las neuronas respectivamente, donde tal RNA es capaz de obtener rendimientos globales de un proceso experimental inferior del 20%, correspondiendo a rendimientos que van de excelentes a muy buenos. Tomando como consideración que esta RNA esta desarrollada para un proceso altamente no lineal, esto nos dice que los rendimientos son demasiado efectivos para un modelo predictivo de esta índole.
- Las condiciones de operación más viables para el proceso de cristalización batch para favorecer la D(4,3) la S(4,3) es manejando una presión de vacío a 24 InHg y una agitación de 300 RPM, logrando obtener una D(4,3) de  $1,466.85 \mu m$  y una S(4,3) de  $302.93 \mu m$ , todo ello se logró mediante el análisis de varianza mediante un diseño de experimentos ortogonal.
- Se desarrollo e implemento una RNA-EDO capaz de predecir los comportamientos del proceso de manera satisfactoria, dando lugar de esta forma a un nuevo método predictivo en el campo de la cristalización del azúcar de caña.

## Recomendaciones

- Controlar la temperatura del tanque de agua de circulación, manejando temperaturas que se encuentre en un rango de 6 a 25° C, con el fin de mejorar el rendimiento de la bomba de vacío y así poder alcanzar mayor presión de vacío en el proceso y de igual forma una mejor estabilidad de la misma.
- Efectuar un mantenimiento preventivo a las válvulas, debido a su constante uso pueden llegar a desgastarse y afectar su funcionalidad, pudiendo generar un mal rendimiento en el proceso de cristalización.
- Realizar mantenimiento preventivo en el software del equipo de cómputo, con el fin de evitar un mal control del equipo de cristalización que pueda afectar la obtención del producto final del proceso.
- Aumentar la cantidad de parámetros cuantificables en el proceso de cristalización batch, para aumentar la rigurosidad del proceso, con el fin de que en futuras investigaciones sea posible diseñar una RNA-EDO que se asemeje más a la realidad del proceso de cristalización batch.

## **REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS**



## REFERENCIAS BLIOGRÁFICAS

- Acuña, L. Espinoza, P., Moromi, I., Garcia, F. y Torre, A. (2015). Prediction of compression strength of high performance concrete using artificial neural networks. *VII international congress of engineering physics*, Merida, Yucatan.
- Aguilar, R. N. y Román, G. C. (2006). Aspectos teóricos y aplicaciones de la operación unitaria de cristalización. *Revista semestral de la Universidad de Costa Rica*, (1):121-131.
- Akrap, M., Kuzmanic y N. Kardum, P.J. (2010). Effect of mixing on the crystal size distribution of borax decahydrate in batch cooling crystallizer. *J. Crystal Growth*, (312); 3603-3608.
- Alvarado, J. (2009). Optimización de la operación del sistema presión de vapor del proceso de cristalización batch, empenado el método de superficie de respuesta. *Tesis de Maestría del Instituto Tecnológico de Orizaba*, Orizaba, Veracruz.
- Amira, A.A. (2011). Determinación experimental de las zonas de concentración de núcleos de azúcar de caña para su implementación a través de unstrumentos virtuales en un cristizador batch a vacío. *Tesis de Maestría del Instituto Tecnológico de Orizaba*, Orizaba, Veracruz.
- Arponwichanop, A., Thanasinthana, L. y Paengjuntuek, W. (2011). Neural network-based optimal control of a batch crystallizer. *Neurocomputing*, (83):158-164.
- Basogain, X. (2004). redes neuronales artificiales y sus aplicaciones. *Escuela superior de ingeniería de bilbao, EHU*.
- Bastian-Lima, V.A. (2004). Estrategia para controlar la sobresaturación en un cristizador batch por enfriamiento. *Tesis de Maestría del Instituto Tecnológico de Orizaba*, Orizaba, Veracruz.
- Benítez-Maceda, J. (2007). Diseño e implementación de un sistema de control digital regulatorio al proceso de cristalización por lotes. *Tesis de Maestría del Instituto Tecnológico de Orizaba*, Orizaba, Veracruz.
- Bhattacharjee, N.V. y Tollner, E.W. (2016). Improving management of windrow compositing systems by modeling runoff water quality dynamics using recurrent neural network. *Ecological Modelling*, (339):68-76.
- Bolaños R. E., Sanchez S. K. B., Urrea G. R. y Ricardez S. L. (2014). Dinamic modeling and optimization of batch crystallization of sugar cane under uncertainty. *American Chemical Society*, (53):13180-13194.
- Bolaños, R. (2000). Control y optimización de las condiciones de operación de cristalizadores batch por enfriamiento. *I.T. de Celaya*, Tesis de Doctorado en Ciencias en Ingeniería Química.
- Bolaños, R. E., Xaca, X. O., Álvarez, R. J. y López, Z. L. (2008). Effect analysis from dynamic regulation of vacuum pressure in an adiabatic batch crystallizer using data and image acquisition. *Ind. Eng. Chem. Res.*, (23):9426-9436.
- Briseño-Montiel, V.M. (2006). Contribución en el desarrollo e integración de programas e interfaces graficas para la simulación, control y análisis de resultados del proceso de cristalización batch por enfriamiento. *Tesis de Licenciatura del Instituto Tecnológico de Orizaba*, Orizaba, Veracruz.

- Cadeza-Merino, O.J. (2006). Rediseño de un cristizador batch para la implementación de perfiles de vacío con autorregulación. *Tesis de Maestría del Instituto Tecnológico de Orizaba*, Orizaba, Veracruz.
- Carrillo, A.J. (2006). Diseño y simulación de estrategias para el control no lineal de la sobresaturación en la cristalización por lotes a través de perfiles dinámicos de regulación de vacío y estimación de parámetros. *Tesis de Maestría en Ciencias en Ingeniería Química I.T. Orizaba. Mexico*.
- Castañeda-Matamoros, T.A. (2006). Estudio del tamaño de partículas y masa en línea durante el proceso de cristalización por lotes a nivel planta piloto. *Tesis de Maestría del Instituto Tecnológico de Orizaba*, Orizaba, Veracruz.
- Castañeda-Zaldivar, F., Reyes-Vidal, Y., Torres-Gonzales, J., Chavez-Ramirez, A.U., Vallejo-Becerra V. y Velasco-Mejia, A. (2016). Modeling and optimization of a pharmaceutical crystallization process by using neural networks and genetic algorithms. *Powder Technology*, (292):122-128.
- Cordova, N.M. (2004). Determinación de las condiciones de siembra para maximizar el crecimiento de partículas obtenidas mediante cristalización batch por enfriamiento. *Tesis de Maestría en Ciencias en Ingeniería Química*.
- Chabriat, J.P., Grodin-Perez, B., Benne, M. y Damour, C. (2010). Nonlinear predictive control based on artificial network model for industrial crystallization. *Journal of food engineering*, (99):225-231.
- Chen, J.C. (2000). Manual de azúcar de caña. *Editorial Limusa*, ISBN 9788427402805.
- Chen, Y., Sun, R., Gao, Y. Y Leopold, J. (2016). A nested-ANN prediction model for Surface roughness considering the effects of cutting forces and tool vibrations. *Measurement*, (98):25-34.
- Chianese, A., Kramer, M. J. H. (2012). Industrial crystallization process monitoring and control. *WILEY-VCH*, ISBN: 978-3-527-33173-4.
- Choong, K.L. y Chiu, Y.T. (2004). Optimization of batch cooling crystallization. *Chem. Eng. Sci.*, (59):313-327.
- Christofides, D. P. y Chiu, Y. T. (2000). Robust control of particulate processes using uncertain population balances. *AIChE*, (2):226-280.
- Cybenko, G. (1989). Approximation by superposition of a sigmoidal function. *Math. Control Signals Syst.*, (2):303.
- Diaz-Nicolas, R. (2011). Estudio comparativo del tamaño y masa de cristal formado provenientes del proceso de cristalización industrial (area de crudo y refinado) y una planta piloto. *Tesis de Maestría del Instituto Tecnológico de Orizaba*, Orizaba, Veracruz.
- Espíndola-González, A.M. (2004). Estudio del efecto de perfiles de enfriamiento y agitación en un cristizador batch con siembra. *Tesis de Maestría. Instituto Tecnológico de Orizaba, Veracruz, México*.
- Feyo de Azevedo, S. y Georgieva, P. (2006). Neural network-based control strategies applied to a batch a fed-batch crystallization process. *International journal of computation intelligence*, (3):1304-2386.
- Feyo de Azevedo, S., Georgieva, P. y Paz-Suarez, L.A. (2010). Nonlinear MPC for fed-batch multiple stages sugar crystallization. *Chemical engineering research and design*, (89):753-767.

- Friedrich, K., Zhang, Z. y Zhenyu, J. (2006). Prediction on wear properties of polymer composites with artificial neural networks. *Composites science and technology*, (67):168-176.
- Gerstlauer, A.S., Motz, A. y Mitrovic, A. (2002). Development, analysis and validation of population models for continuous and batch crystallizer. *AlchE J.*, (5):1123-1126.
- González-Gacía. R., León-Rodríguez, A., Rosu, H.C., Ibarra-junquera, V. y Escalante-Minakata, P. (2008). Online monitoring of mezcal fermentation based on redox potential measurements. *Bioprocess Biosys Eng*, (43):47-52.
- González-García, R., Rico-Martínez, R., Wolf, W. y Lübke, M. (2001). Characterization of a two-parameter mixed-mode electrochemical behavior regime using neural networks. *Physica D*, (151):27-43.
- Harrington, H. J., Tumay, K. (2001). Simulation modeling methods. To reduce risk and increase performance. Editorial McGraw Hill. ISBN: 978-0070271364
- Hayajneh, T.M., Alrashdan, A. y Hassan, M.A. (2008). Prediction of densitu, porosity and hardness in aluminum-copper-based composite materials using artificial neural network. *Materials preoessing technology*, (209):894-899.
- Hojjati, H. y Rohani, S. (2005). Cooling and seeding effect on supersaturation and final cristal size distribution (CSD) of ammonium sulphate in a batch crystallizer. *CHemical Engineering and Processing*, (44):949-957.
- Hornik, K., Stinchcombe, M. y White, H. (1989). Multilayer feedforward networks are universal approximators. *Neural Networks*, (2):359.
- Hu, Q., Rohani, S. Juta, A. (2005). Modelling and optimization of seeded batch crystallizers. *Computers & Chemical Engineering*, 29(4):911-918.
- Hulburtz, H.M. y Katz, S. (1964). Some problems in particle technology: A statical mechanical formulation. *Chemical Engineerin Science*, (19):555-574.
- Jahedsaravani, A., Marhaban, M.H. y Massinaei, M. (2014). Prediction of the metallurgical performances of a batch flotation system by image analysis and neural networks. *Minerals Engineering*, (69)137-145.
- Jones, A.G. (2002). Crystallization process systems. *Butterworth-Heinemann*, ISBN 9780750655200.
- Kardum, P. y Sander, A. (2012). Pentaerythritol crystallization. Influence of the process conditions on the granulometric properties of crystals. *Advanced Powder*, (23):191-198.
- Kashani, M.N. y Shahhosseini, S. (2010). A methodoly for modeling batch reactors using generalized dynamic neural networks. *Chemical Engineering Journal*, (159):195-202.
- Kim, Y.H., Lee, K., Koo, K.K., Shul, Y.G. y Haam, S. (2002). Comparison study of mixing effect on batch cooling crystallization of 3-Nitro-1,2,4-triazol-5 one (NTO) using mechanical stirrer and ultrasound irradiation. *Cryst. Res. Technol.*, (9): 928–944.
- Lang, Yi-dong, Arturo, M. C. y Lorenz, T.B. (1999). Dynamic Optimization of a Batch Cooling Crystallization Process. *Ind. Eng. Chem. Res.*, (38):1469-1477.
- Lapedes, A.S. y Farber, R. (1987). Nonlinear signal processing using neural networks: prediction and system modeling. *Los alamos Report LA-UR*, 87-2662.

- Leng, X., Wang, J., Ji, H., Wang, Q., Li, H., Qian, X., Li, F. y Yang, M. . (2016). Prediction of size fractionated airborne particle-bound metals using MLR, BP-ANN and SVM analyses. *Chemosphere*, (180):513-522.
- Ma., D.L., Tafti, D.K. y Baatz, R.D. (2002). Optimal control and simulation of multidimensional crystallization processes. *Computers and chemical Engineering*, (26):1103-1116.
- Martínez-Martínez, K. (2006). Estudio del comportamiento del flujo de vapor y evaporado en un cristalizador batch a vacío. *Tesis de Maestría del Instituto Tecnológico de Orizaba*, Orizaba, Veracruz.
- Matynia, A., Hutnik, N. y Piotrowski, K. (2012). Effect of sulphate(VI) ions on CSD of struvite-neural network model of continuous reaction crystallization process in a DT MSMPR crystallizer. *20 th International congress of chemical and process engineering CHISA 2012*, (42):573-584.
- Mendoza-Temis, J.J. (2004). Contribución en la determinación experimental de los coeficientes de transferencia de masa en el proceso de cristalización batch por enfriamiento. *Tesis de licenciatura del Instituto Tecnológico de Orizaba*, Orizaba, Veracruz.
- Mersmann, A. (2001). Crystallization technology handbook: Second Edition. *Marcel Dekker. Inc. New York*, ISBN-13: 978-0824705282.
- Miller, S.M. (1993). Modeling and Quality Control Strategies for Batch Cooling Crystallizer. *Tesis de doctorado universidad de Austin, Texas, USA*.
- Miranda-Castro, B. (2003). Planteamiento y solución del modelo matemático del proceso de cristalización batch por enfriamiento para el desarrollo de un simulador dinámico. *Tesis de Maestría. Instituto Tecnológico de Orizaba*.
- Mishournyi, V. A., Hernández, I. C., Gorbachev A. Y. y Martínez A. L. (2002). Equilibrios de fase y procesos de cristalización. *Instituto de investigación en Comunicaciones Ópticas de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí*, (21):205-211.
- Molina-Quintero, M. (2011). Caracterización físico-química de mieles y análisis de cristales (DTC) provenientes de un ingenio azucarero. *Tesis de licenciatura del Instituto Tecnológico de Orizaba*, Orizaba, Veracruz.
- Montgomery, D.C. (2013). Diseño y análisis de experimentos: segunda edición. Editorial LIMUSA S.A. de C.V. grupo noriega Editores. México, DF.
- Nahid, S. y Zoltan, K.N. (2013). Iterative learning control for the systematic design of supersaturation controlled batch cooling crystallisation process. *Comp. Chem. Eng.*, (59):111-121.
- Ozsahin, S., Varol, T. y Canakci, A. (2012). Prediction of effect of volume fraction, compact pressure and milling time on properties of Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> MMCs using neural networks. *Met. Mater. Int.*, (3):519-526.
- Ozsahin, S., Varol, T. y Canakci, A. (2013). Analysis of effect of a new process control agent technique on the mechanical milling process using a neural network model: measurement and modeling. *Measurement*, (46):1818-1827.
- Randolph, A.D. y Larson, M.A. (1988). Theory of particulate processes. *Editorial Academic Press, New York. USA*, ISBN-9780323161817.
- Rawlings, J.B., Miller, S.M. y Witkowski, W.R. (1993). Modeling identification and control of solution crystallization process. *A Review. Ind. Chem. Res.*, (7):1275-1296.

- Redman, T.R. (1997). Control of the crystal mean size in a plant potash crystallizer. *Tran. Ichem E.*, (75):183-192.
- Rodríguez-Reyes, M. (2006). Análisis de superficies de respuesta para la maximización de la DTC de azúcar de caña empleando el método de ascenso pronunciado en el proceso de cristalización por lotes. *Tesis de Licenciatura en Ingeniería Química, Instituto Tecnológico de Orizaba, Orizaba, Veracruz, México.*
- Rohani, S.M., Haeri, M. y Wood, H.C. (1999). Modeling and Control of a continuous crystallization process. Part 1: Linear and no linear modeling. Part 2: Model predictive control. *Comp. & Chem Eng.*, (23):273-286.
- Roman-Gamboa, C. (2005). Maximización del tamaño de cristal de azúcar de caña empleando la técnica de superficie de respuesta en un cristalizador batch por enfriamiento. *Tesis de Maestría de la Universidad Veracruzana, Amatlán de los Reyes, Veracruz.*
- Rosales-Colunga, L.M., González-García, R. y De León Rodríguez, A. (2010). Estimation of hydrogen production in genetically modified E. coli fermentations using an artificial neural network. *ScienceDirect*, (35):13186-13192.
- Rosete-Morales, I.Y. (2015). Estudio de superficies de respuesta para la optimización de la DTC y la MCF a partir de trayectorias programadas en un cristalizador por lotes. *Tesis de Maestría. Instituto Tecnológico de Orizaba.*
- Ruiz, C.A. y Basualdo, M.S. (2001). Redes neuronales: conceptos básicos y aplicaciones. *Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional Rosario, Departamento de Ingeniería Química.*
- Sanchez, K.B. (2013). Desarrollo de estrategias de control lógico difuso acopladas a modelos de predicción estocástica en un cristalizador batch a vacío. *Tesis de Maestría del Instituto Tecnológico de Orizaba.*
- Sarkar, D., Rohani, S. y Jutan, A. (2006). Multi-objetive optimization of seeded batch crystallization processes. *Chem. Eng. Sci.*, (61):5282-5295.
- Secretaría de Agricultura, Ganadería, Desarrollo Rural, Pesca y Alimentación (2016), Informe estadístico del sector agroindustrial de la caña de azúcar: Zafra 2008/09-2014/15.
- Sha, W. y Malinov, S. (2005). The neural network modeling of titanium alloy phase transformation and mechanical properties. *JOM*, 54-57.
- Shi, D., Farra, E. N. H., Li, M., Mhaskar, P. y Christofides, D. P. (2006). Predictive control of particle size distribution in particulate processes. *Chem. Eng. Sci.*, (61):268-281.
- Slmchi, A., Shokuhfar, A. y Dashtbayazi, M.R. (2007). Artificial neural modeling of mechanical alloying process for synthesizing of matrix nanocomposite powders. *Materials science and engineering*, (466):274-283.
- Simoglou A., Georgieva P., Martin E.B., Morris A. J. y Feyo de Azevedo S. (2005). On line monitoring of a sugar crystallization process. *Computer and Chemical Engineering*, (29):1411-1422.
- Simon, H. (1994). Neural networks: a comprehensive foundation. 1° Prentice Hall Upper River NJ, USA. ISBN 0023527617.

- Singh, I., Malik, J. y Mishra, R. (2009). Prediction of drilling-induced damage in unidirectional grass-fibre-reinforced plastic laminates using an artificial neural network. *Proc. IMechE.*, (224):733-738.
- Solis-Mendez, A. (2011). Análisis de sistema concentración-temperatura-agitación en un cristizador batch de vidrio tipo tanque agitado con chaqueta. *Tesis de licenciatura del Instituto Tecnológico de Orizaba*, Orizaba, Veracruz.
- Spencer, L. G. y Meade, P. G. (1963). Spencer-Meade cane sugar handbook: a manual for cane sugar manufacturers and their chemists. *John Wiley & Sons Inc*, ISBN 13: 9780471815785.
- Velazquez, C. O., Bolaños, R. E., Rodriguez, J. y Alvarez, R. J. (2010). Fractal analysis of crystallization slurry images. *journal of crystal growth*, (312):842-850.
- Vera-Callejas, N. (2005). Evaluación experimental de un simulador dinámico del proceso de cristalización batch por enfriamiento. *Tesis de Maestría del Instituto Tecnológico de Orizaba*.
- Verma, T.N., Nashine, P., Singh, V.D., Singh, S.T., Panwar D. (2017). ANN: Prediction of an experimental heat transfer analysis of concentric tube heat exchanger with corrugated inner tubes. *Powder Technology*, (292):122-128.
- Woranee, P., Linda, P. y Arponwichanop, A. (2012). Neural network-based optimal control of batch crystallizer. *Neurocomputing*, (83):158-164.
- Xaca-Xaca, O. (2006). Desarrollo de instrumentos virtuales para la adquisición de datos e implementación de perfiles de regulación de vacío en el proceso de cristalización por lotes. *Tesis de Maestría, Instituto Tecnológico de Orizaba, Orizaba, Veracruz, Mexico*.
- Ziegler, R.G. y Heinemann, P.H. (2007). Optimization of whole milk powder processing variables with neural networks and genetic algorithms. *IChemE*, (85):336-343.

# **ANEXOS**

---

## ANEXO A. Ejecución programa cristalización batch a vacío

A continuación, se muestra los pasos a seguir para la operación adecuado del programa cristalización batch a vacío de diseñado en LabVIEW.

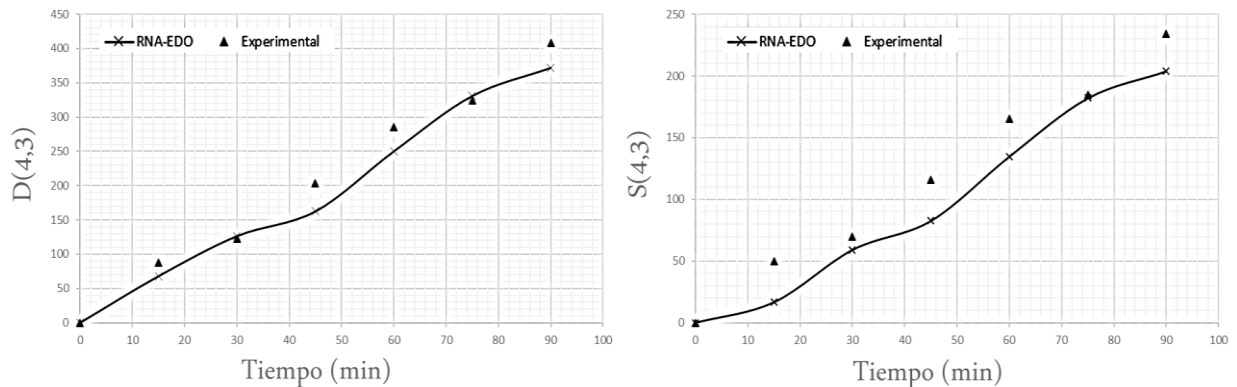
1. Presionar la flecha superior izquierda “run” del programa, lo cual dará inicio a la ejecución del mismo (No. 1).
2. Seleccionar el perfil de vacío a emplear (No. 3) y la manera de operación del generador de vapor: automático o manual (No. 6).
3. Oprimir el botón que indica “iniciar proceso” (No. 2) e inmediatamente se pedirá que le asigne un nombre a la corrida para que ésta se guarde en la computadora, una vez realizado esto, el programa comenzara a monitorear las temperaturas, la agitación y encenderá el generador de vapor.
4. Durante la etapa de disolución, se debe accionar el modo automático del generador de vapor (No. 6), con esto el programa realizara todo el procedimiento sin necesidad de interactuar con el panel, lo único que se debe tomar en cuenta es poner un valor en la válvula proporcional de 6 a 10 V para que se encuentre abierta durante todo este periodo (No. 9). La agitación se mantendrá durante todo el proceso, en el valor que se establezca.
5. Una vez que se llevó a cabo la disolución, se desactiva el modo automático hasta que la solución alcance los 70°C.
6. Para iniciar la segunda etapa del programa, se oprime el botón “iniciar perfil” (No. 5) e inmediatamente comienza a adquirir datos de la presión de vacío, así como ilustrar los valores en tiempo real en los gráficos correspondientes (en el momento de iniciar el perfil, se debe conectar la bomba de vacío a la corriente eléctrica, así como abrir lentamente la válvula de paso que conecta la bomba de vacío con la trampa de condensados, además de abrir la válvula que suministra agua al condensador).
7. Durante el tiempo de evaporación constante el operador tiene que abrir y cerrar la válvula proporcional y la válvula solenoide para controlar el paso de vapor a la chaqueta (No. 8).



8. Al término de la corrida experimental, se detendrá automáticamente el tiempo y la válvula de control del vacío se abrirá completamente para permitir la pérdida del mismo. Una vez que ocurra esto, se debe oprimir el botón “detener proceso” y se guardarán todos los datos adquiridos durante la corrida.

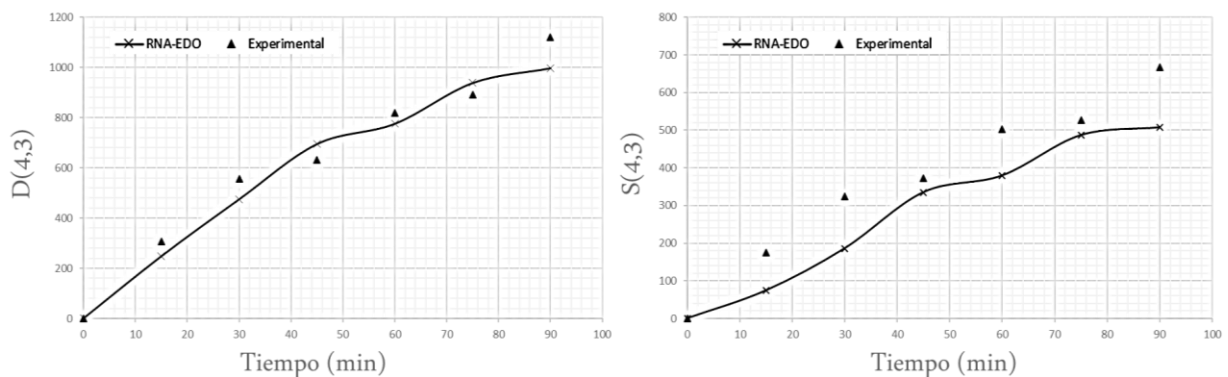
## ANEXO B. Validación de la RNA-EDO (información experimental)

Se analiza la corrida experimental 2 (Figura B.1), donde se muestra los comportamientos experimentales de la D(4,3) y la S(4,3) muy similar a los predichos por la RNA-EDO, se determinó la  $R^2$ , donde para la D(4,3), se obtuvo un 0.98 y para la S(4,3), se cuantificó un 0.97. Se procede a calcular el rendimiento de las predicciones, obteniendo para la D(4,3) un 9.93% y para la S(4,3) un 20.53%, donde ambos resultados corresponden a una buena predicción (Nahid *et al.*, 2013).



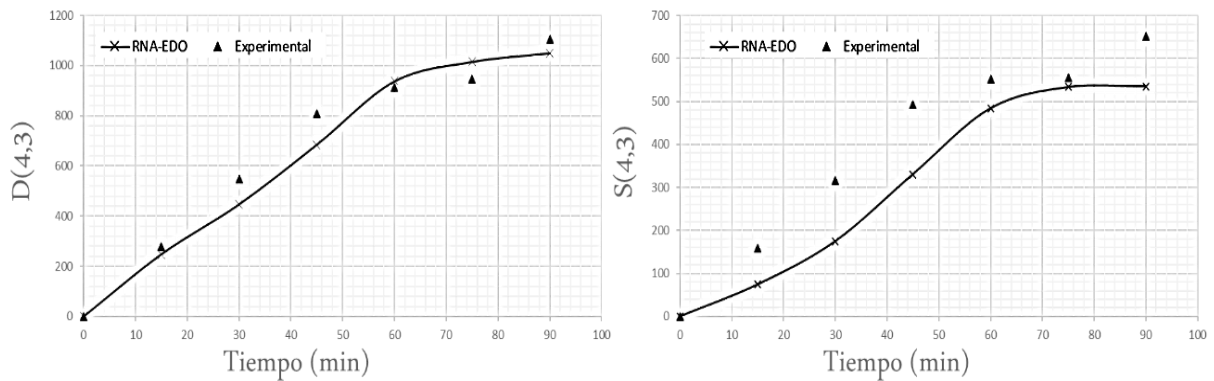
**Figura B.1. Corrida experimental 2 (0 InHg y 300 RPM)**

Para la corrida experimental 3 (Figura B.2), se muestra que tanto la información experimental como la predicha por la RNA-EDO tienen un comportamiento muy semejantes, se procede a determinar  $R^2$ , donde arroja como resultados en el caso de la D(4,3) de 0.97 y para la S(4,3) de 0.94, ahora se procede a cuantificar el EPAM, donde se obtuvo para la D(4,3) un 9.30% y para la S(4,3) un 23.78%, siendo ambos resultados de una predicción normal (Nahid *et al.*, 2013).



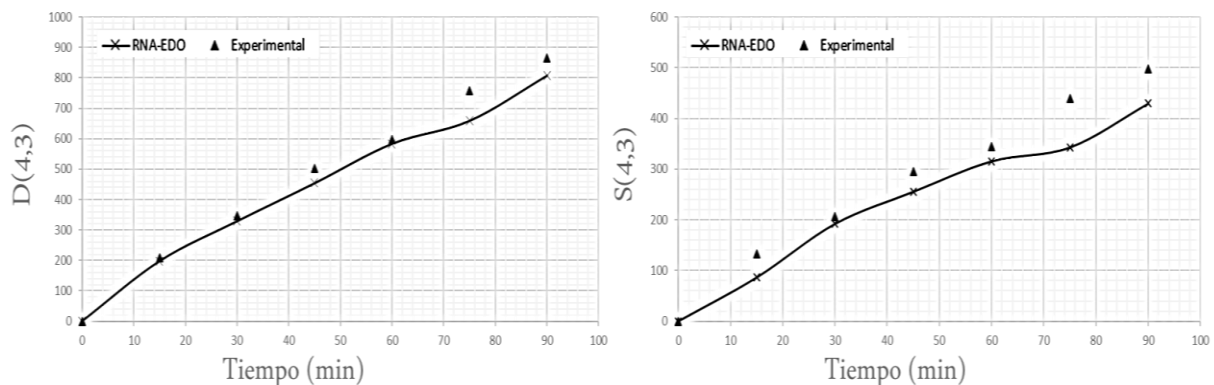
**Figura B.2. Corrida experimental 3 (24 InHg y 180 RPM)**

La corrida experimental 6 (Figura B.3), muestra un comportamiento de las predicciones muy semejantes a los experimentales, después se calcula la  $R^2$ , obteniendo para la D(4,3) de 0.97 y la S(4,3) de 0.94, después se procede a determinar el rendimiento mediante el EPAM obteniendo para la D(4,3) un 8.44% y para la S(4,3) un 23.50%, donde ambos resultados se encuentran en un rango de una predicción normal (Nahid *et al.*, 2013).



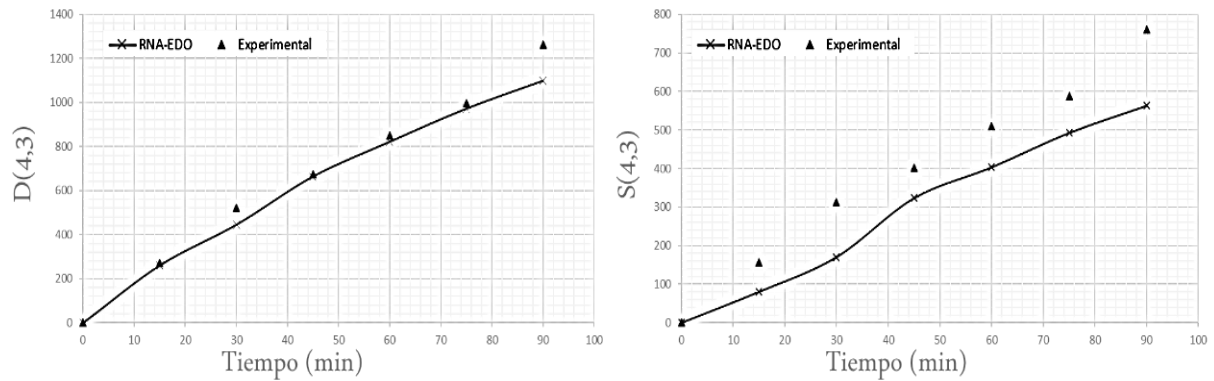
**Figura B.3. Corrida experimental 6 (24 InHg y 180 RPM)**

La corrida experimental 7 (Figura B.4), se procede a determinar  $R^2$ , donde se muestra como resultado para la D(4,3) de 0.99 y para la S(4,3) de 0.98, después se determina rendimiento por medio del EPAM, en el caso de la D(4,3) un 5.89% para la S(4,3) un 14.12%, donde ambos resultados se encuentran muestran una buena predicción (Nahid *et al.*, 2013).



**Figura B.5. Corrida experimental 7 (12 InHg y 210 RPM)**

Por último, se analiza la corrida experimental 8 (Figura B.6), donde muestra un comportamiento de las predicciones muy semejantes a los experimentales.



**Figura B.6. Corrida experimental 8 (24 InHg y 240 RPM)**

Se procede a calcular la  $R^2$ , obteniendo para la D(4,3) un 0.99 y la S(4,3) un 0.97, después se calcula el rendimiento mediante el EPAM obteniendo para la D(4,3) un 5.58% y para la S(4,3) un 25.30%, donde ambos resultados están en un rango de una predicción normal (Nahid *et al.*, 2013).