



Universidad Nacional de San Juan
Facultad de Ingeniería
Instituto de Automática

Modelado, estimación y control, aplicaciones en el proceso de cristalización en la industria azucarera

Tesis Doctoral de
Humberto MORALES GONZÁLEZ

Temas de Automática

Modelado, estimación y control, aplicaciones en el proceso de cristalización en la industria azucarera

Tesis doctoral de

Humberto Morales González

Aprobada por la
**Facultad de Ingeniería de la
Universidad Nacional de San Juan**
para el otorgamiento del grado académico de

Doctor en Ingeniería de Sistemas de Control

Dirección de Tesis:

Dra. Ing. Adriana N. Amicarelli	Instituto de Automática, Universidad nacional de San Juan, Argentina
Dr. Ing. Fernando di Sciascio	Instituto de Automática, Universidad Nacional de San Juan, Argentina

Jurado de Tesis:

Dr. MSc. Ing. Hernán Álvarez	Departamento de Procesos y Energía Facultad de Minas, Universidad Nacional de Colombia, Sede Medellín
Dr. Ing. Santiago Tosetti	Instituto de Automática, Universidad Nacional de San Juan, Argentina

Fecha de defensa oral: 26 de julio de 2024

Morales, Humberto

Modelado, estimación y control, aplicaciones en el proceso de cristalización en la industria azucarera / Humberto Morales. - 1a ed. - San Juan: Instituto de Automática, 2024.

204 p., 21 × 15 cm.



ISBN: 978-631-90150-8-9

1. Ingeniería Electrónica.

I. Título. CDD 621.3

**MODELADO, ESTIMACIÓN Y CONTROL, APLICACIONES EN
EL PROCESO DE CRISTALIZACIÓN EN LA INDUSTRIA AZUCARERA**

HUMBERTO MORALES

Tesis de doctorado

Temas de Automática

Primera edición: Agosto 2024

Impreso en Argentina

Queda prohibida la reproducción total o parcial de esta tesis, su almacenamiento o transmisión por cualquier medio, ya sea electrónico, mecánico, fotocopiado o de cualquier otra índole, sin la autorización previa y por escrito del autor o de la institución a la que pertenece.

©2024 HUMBERTO MORALES
Hecho el depósito que marca la ley.

*To make sugar is one of the most difficult things in the world. And to make
it right is next to impossible.*

Mark Twain, Life on the Mississippi, 1883.

Dedicatoria

A mis padres: Humberto Morales y Teresa González, a quienes debo todo lo que soy. Orgulloso de ser su hijo.

A mi hermanita Mariam y su familia.

A mi abuela Alba.

A Thelma, mi esposa y compañera.

A la memoria de los que ya no están, pero que también formaron parte de esto: Ricardo Morales, Crescencia Sarmiento, Jose Ramón Morales, Israel García.

Agradecimientos

A Dios padre, toda la gloria y honra.

El resultado de una tesis es sin duda la suma del esfuerzo personal, y el apoyo de muchos otros.

Quiero agradecer en primer lugar a mis tutores Adriana y Fernando por todo su apoyo, tanto profesional como personal. Gracias por guiarme en este largo camino, por sus consejos, por su amistad. Sin ustedes no hubiera sido posible este resultado. Más que tutores puedo decir que han sido grandes amigos. Gracias por todo, ha sido un honor ser su doctorando.

A este gran país: Argentina, mi segunda Patria.

Al CONICET y al DAAD por darme esta oportunidad profesional.

Al INAUT y sus autoridades, y en general a todo su personal.

A Flavio Roberti por toda su ayuda para llegar desde Cuba.

A mis compañeros de doctorado, ha sido una gran experiencia compartir con todos. En especial con los que arrancamos juntos esta página: Estefanía, Sebastián, Juanchi, Carlos, Fernando, Alejandro.

A todos los nos han impartido clases.

A los jurados de esta tesis: Dr. Msc. Ing. Hernán Álvarez y Dr. Ing. Santiago Tosetti, cuyos comentarios y sugerencias contribuyeron a mejorar su calidad.

A los amigos que me ayudaron para llegar desde Cuba: Reinier, Denis, Diana, Leo.

A la familia de Thelma, gracias por recibirme como uno más.

Gracias

RESUMEN

Modelado, estimación y control. Aplicaciones en el proceso de cristalización en la industria azucarera

Humberto Morales González

Esta tesis aborda los desafíos asociados al proceso de cristalización de sacarosa en la industria azucarera, con un enfoque particular en el monitoreo y control de la sobresaturación. Se estudian las principales variables del proceso y los desafíos relacionados con su medición. Se destaca la importancia de la sobresaturación y las dificultades para medirla directamente. Además, se realiza una revisión exhaustiva del estado del arte en modelado, monitoreo y control de la cristalización, evidenciando que, aunque el modelado del proceso está bien establecido, existen desafíos en la medición de variables clave, como la sobresaturación. Se discute la utilización de estimadores para abordar estas limitaciones.

La investigación se enfoca en tres áreas principales: el modelado del sistema, la estimación de variables y parámetros, y el control del proceso. En consecuencia, se desarrolló un modelo matemático simplificado para describir el proceso de cristalización C en la industria azucarera. Este modelo se basó en la estructura básica de un modelo previo, que se fundamenta únicamente en los balances de materia y energía, evitando la complejidad asociada a la solución del balance poblacional en esta etapa. Se adopta una ecuación alternativa para describir la tasa de cristalización, prescindiendo de las ecuaciones de momentos derivadas de la solución del balance poblacional. La estructura extendida del modelo se completa con las relaciones de equilibrio de fases, expresiones cinéticas y correlaciones necesarias. Además, se propone un modelo de sobresaturación para describir la evolución de esta variable en el proceso. Los parámetros de ambos modelos se estiman con datos reales tomados del caso de estudio.

Posteriormente, se diseña un estimador de sobresaturación basado en los modelos previamente desarrollados. Las estimaciones de la sobresaturación y sus errores se obtienen indirectamente en tres pasos. En primer lugar, se estiman los estados del modelo de cristalización y sus varianzas mediante un Filtro de Kalman Unscented. Luego, la sobresaturación estimada se obtiene sustituyendo los estados estimados en el modelo de sobresaturación. Por último, se calculan el sesgo y la varianza del estimador para obtener los límites de error de tres desviaciones estándar.

En el diseño del estimador se emplean herramientas clásicas bien establecidas, tales como el modelado basado en primeros principios, la teoría de control aplicada al análisis de observabilidad, la teoría estadística clásica aplicada a la estimación de parámetros del modelo, y técnicas de procesamiento estadístico de señales como: i) estimadores de estados no lineales, ii) propagación de incertidumbre y iii) un análisis exhaustivo de errores de estimación. Por consiguiente, la contribución principal no reside en las herramientas utilizadas, sino en la forma en que se aplicaron para abordar un problema específico y aún abierto en la industria azucarera. La utilización de estas técnicas y herramientas, en este contexto particular, resulta en un estimador adecuado y a medida para este proceso.

Finalmente, se exploran diversas estrategias para el control del proceso, resultando favorables aquellas que utilizan la sobresaturación como variable controlada. Con el objetivo de mejorar el control del proceso, se propone una referencia de sobresaturación variable, que incorpora la curva de ebullición en el control de la sobresaturación. En el seguimiento de la referencia variable, se utiliza un controlador PID y un controlador predictivo basado en modelo no lineal. La adopción de la referencia variable resulta en una reducción del tiempo de operación y una disminución del consumo de energía, lo que supone una mejora en la eficiencia del proceso.

ABSTRACT

Modeling, estimation, and control. Applications in the crystallization process in the sugar industry

Humberto Morales González

This thesis addresses the challenges associated with the sucrose crystallization process in the sugar industry, with a particular focus on monitoring and controlling supersaturation. The main process variables and the challenges related to their measurement are studied. The importance of supersaturation in the process and the difficulties in directly measuring it are highlighted. Furthermore, a comprehensive review of the state of the art in modeling, monitoring, and control of crystallization is conducted, showing that while process modeling is well established, there are challenges in measuring key variables, primarily supersaturation. The use of estimators to address these limitations is discussed.

This research explores three main areas: system modeling, variable and parameter estimation, and process control. Consequently, a simplified mathematical model was developed to describe the C crystallization process in the sugar industry. This model was based on the basic structure of a previous model, relying solely on material and energy balances, thus avoiding the complexity associated with solving the population balance in this stage. An alternative equation is adopted to describe the crystallization rate, bypassing moment equations derived from solving the population balance. The model is complemented with phase equilibrium relationships, kinetic expressions, and necessary correlations. Additionally, a supersaturation model is proposed to describe the evolution of this variable in the process. The parameters of both models are estimated using real data taken from the case study.

Subsequently, a supersaturation estimator based on the previously developed models was designed. Supersaturation estimates and their errors are obtained indirectly in three steps. Firstly, the states of the crystallization model and their variances are estimated using an Unscented Kalman Filter. Then, the estimated supersaturation is obtained by substituting the estimated states into the supersaturation model. Finally, the bias and variance of the estimator are calculated to obtain the error bounds of three standard deviations.

Classical, well-established tools are used in the estimator design, such as first-principles modeling (white-box and gray-box physical modeling), control theory applied to observability analysis, classical statistical theory applied to model parameter estimation, and signal processing techniques such as: i) nonlinear state estimators, ii) uncertainty propagation, and iii) exhaustive estimation error analysis. Therefore, the main contribution lies not in the tools used but in how they were applied to address a specific and still open problem in the sugar industry. The use of these techniques and tools, in this particular context, results in a suitable and tailor-made estimator for this process.

Finally, various strategies for process control were explored, with those using supersaturation as a controlled variable proving favorable. To improve process control, a variable supersaturation reference incorporating the boiling curve in supersaturation control is proposed. In tracking the variable reference, a PID controller and a model predictive controller based on a nonlinear model are used. The adoption of the variable reference results in a reduction in operating time and a decrease in energy consumption, leading to an improvement in process efficiency.

ÍNDICE GENERAL

1	Introducción	1
1.1	Motivación	1
1.2	Objetivo	4
1.3	Aportes y limitaciones de la Tesis	5
1.4	Difusión de los aportes de la Tesis	7
1.5	Organización de la Tesis	9
2	La industria azucarera	11
2.1	Introducción a la industria azucarera	11
2.1.1	Preparación de la caña	12
2.1.2	Molienda de la caña	13
2.1.3	Clarificación	14
2.1.4	Evaporación	15
2.1.4.1	Evaporadores	15
2.1.4.2	Proceso de evaporación	17
2.1.5	Cristalización	18
2.1.6	Centrifugación	18
2.2	Fundamentos del proceso de cristalización	18
2.2.1	Definición	18
2.2.2	Cinéticas de cristalización y eventos poblacionales	20
2.2.2.1	Nucleación	21
2.2.2.2	Crecimiento	21
2.2.2.3	Aglomeración	24
2.2.2.4	Ley de crecimiento de los cristales . . .	26
2.2.3	Rol de la sobresaturación	26
2.3	Descripción del proceso tecnológico de cristalización . .	30

2.3.1	Esquema de cocimiento	30
2.3.2	Cristalización en tres etapas	31
2.3.2.1	Primera etapa: Fabricación del grano fino	33
2.3.2.2	Segunda Etapa: Fabricación del pie de masa cocida C	36
2.3.2.3	Tercera etapa: Fabricación de la masa cocida C	36
2.4	Conclusiones del capítulo	37
3	Análisis de las principales variables del proceso de cristali- zación y de los sensores industriales más utilizados	39
3.1	Introducción	39
3.2	Principales variables del proceso	40
3.2.1	Sobresaturación del licor madre	40
3.2.2	Pureza del licor madre y pureza del magma . . .	41
3.2.3	Distribución del tamaño de los cristales (DTC) . .	42
3.2.4	Masa de cristales y contenido de cristales	42
3.2.5	Concentración del licor madre y concentración del magma	43
3.2.6	Temperatura	44
3.2.7	Nivel	44
3.3	Análisis de los sensores industriales más utilizados . . .	45
3.3.1	Sensores de sobresaturación	45
3.3.2	Sensores que miden parámetros eléctricos	46
3.3.3	Sensores basados en microondas	47
3.3.4	Sensores basados en viscosidad o consistencia . .	48
3.3.5	Sensores basados en la elevación del punto de ebullición (EPE) de las soluciones	48
3.3.6	Sensores basados en el índice de refracción de la solución	49
3.3.7	Sensores basados en reflectancia total atenuada (ATR)	49
3.3.8	Transmisor de semillamiento (SeedMaster Device)	50
3.3.9	Evaluación del rendimiento de los sensores . . .	50
3.4	Conclusiones del capítulo	52

4	Estado del arte	55
4.1	Introducción	55
4.2	Modelado del proceso de cristalización	56
4.2.1	Simplificaciones y suposiciones de modelado . .	57
4.2.2	Balances de masa y energía	57
4.2.3	Balance de poblacional de cristales	58
4.2.4	Modelado de la tercera etapa	59
4.2.5	Resumen de propuestas de modelado	61
4.3	Monitoreo y control del proceso	63
4.3.1	Prácticas industriales más comunes	65
4.3.2	Estimadores (Soft-sensors)	67
4.3.2.1	Resumen de las aplicaciones de los estimadores	68
4.3.2.2	Análisis de error en el diseño de estimadores	71
4.3.3	Resumen de estrategias de control propuestas . .	72
4.4	Conclusiones del capítulo	73
5	Modelos matemáticos de cristalización C y sobresaturación	75
5.1	Introducción	75
5.2	Caso de estudio: tacho cristizador N° 2 de la Empresa Azucarera Urbano Noris	77
5.3	Modelo del proceso de cristalización C (tercera etapa). . .	78
5.3.1	Simplificaciones y suposiciones de modelado . .	81
5.3.2	Balances de masa y energía	82
5.3.3	Correlaciones para propiedades físicas y termodinámicas	84
5.3.4	Formulación del modelo de espacio de estados en tiempo discreto	86
5.4	Modelo matemático de sobresaturación	88
5.4.1	Expresión matemática de la sobresaturación . . .	88
5.4.2	Modelo de sobresaturación en tiempo discreto . .	90
5.5	Estimación de los parámetros del modelo de cristalización C y del modelo de sobresaturación	91
5.5.1	Parámetros a estimar	91
5.5.2	Procedimiento de estimación de los parámetros de los modelos	92
5.6	Validación de los modelos. Resultados y discusión. . . .	97

5.7	Conclusiones del capítulo	101
6	Estimador de sobresaturación basado en modelo (ESBM)	103
6.1	Introducción	103
6.2	Observabilidad del proceso de cristalización C	104
6.2.1	Observabilidad local del modelo de cristalización C en tiempo continuo	105
6.2.2	Observabilidad local del modelo de cristalización C en tiempo discreto	107
6.2.3	Observabilidad y redundancia de salidas	108
6.2.4	Observabilidad en sistemas con más salidas que entradas	109
6.3	Diseño del Estimador de Sobresaturación Basado en Mo- delo (ESBM)	109
6.3.1	Selección del vector de medición libre de ruido para el estimador de estados del proceso	111
6.3.2	Estimación de los estados del proceso	113
6.3.3	Error del ESBM	115
6.3.3.1	Función de error cuadrático medio (FECM) del ESBM	116
6.3.3.2	Mejoras en el error de estimación	118
6.3.3.3	Varianza, desviación estándar y límites de error del estimador de sobresaturación	119
6.3.4	Modelo completo del estimador de sobresatura- ción y algoritmo de implementación.	121
6.4	Resultados y discusión	123
6.5	Conclusiones del capítulo	129
7	Estrategias de control con referencia de sobresaturación variable	131
7.1	Introducción	131
7.2	Análisis de estrategias de control	132
7.2.1	Control de la conductividad eléctrica de la masa cocida	132
7.2.2	Control mediante la curva de ebullición	133
7.2.3	Control de la masa de cristales	134
7.2.4	Control directo de la sobresaturación	136
7.2.4.1	Controlador PID	136

7.2.4.2	Controlador Predictivo basado en Modelo no Lineal (CPBMN)	138
7.2.4.3	Desempeño de los controladores	142
7.3	Estrategias de control con referencia de sobresaturación variable	143
7.3.1	Ecuación de la referencia de sobresaturación variable	144
7.3.2	Controladores con referencia variable	145
7.3.3	Desempeño de los controladores con referencia variable	148
7.3.4	Referencia de sobresaturación constante vs. referencia variable	150
7.4	Conclusiones del capítulo	152
8	Conclusiones	155
	Glosario	161
	Acrónimos	165
	Apéndices	167
A	Representación gráfica de los datos recopilados en la empresa azucarera Urbano Noris.	167
B	Filtro de Kalman Unscented	175
B.1	Algoritmo del Filtro de Kalman Unscented	175
C	Funciones de sesgo y varianza del ESBM	179
C.1	Análisis del error del estimador	179
C.1.1	Funciones de media, de sesgo y de varianza del estimador de sobresaturación	182
	Bibliografía	204

ÍNDICE DE FIGURAS

2.1	Diagrama de flujo del proceso de producción de azúcar [2].	13
2.2	Tándem en un ingenio azucarero.	14
2.3	Evaporador de tubos cortos o tipo Roberts [22].	16
2.4	Evaporadores de múltiple efecto [24].	17
2.5	Centrifuga de azúcar [24].	19
2.6	Representación simplificada del mecanismo de crecimiento de los cristales (Adaptado de [15]).	23
2.7	Modelo de difusión-reacción del crecimiento de los cristales (Adaptado de [25]).	25
2.8	Curva de solubilidad de la sacarosa (Adaptado de [25]).	28
2.9	Esquema de cocimiento de tres masas cocidas [23].	32
2.10	Cristalización en tres etapas [41].	33
2.11	Pasos u operaciones básicas que se ejecutan durante la primera etapa de la cristalización.	35
2.12	Pasos u operaciones básicas que se ejecutan durante la segunda y tercera etapa de la cristalización.	36
4.1	Curva de ebullición.	66
4.2	Errores en los estimadores de sobresaturación: al considerar un rango operativo de 0,25 unidades, un error de $\pm 0,1225$ abarca toda la zona de operación; en contraste, un error de $\pm 0,035$ es considerablemente más pequeño que la zona de operación.	73

5.1	Diagrama P&ID empleado en la automatización del tacho N° 2. Se detallan las variables medidas y los lazos de control empleados.	78
5.2	Esquema del procedimiento utilizado para la estimación de los parámetros del modelo de sobresaturación y del modelo de cristalización C.	93
5.3	Validación del modelo con datos del Lote 1. Los datos históricos se contratan con las predicciones del modelo: a) sobresaturación, b) contenido de cristales, c) pureza del licor madre, d) masa de cristales.	98
5.4	Validación del modelo con datos del Lote 2. Los datos históricos se contratan con las predicciones del modelo: a) sobresaturación, b) contenido de cristales, c) pureza del licor madre, d) masa de cristales.	99
6.1	Estructura preliminar del ESBM propuesto.	110
6.2	Propagación de la media y la varianza y mediante la aproximación lineal que utiliza el EKF y la TU que implementa el UKF respectivamente. La TU evidencia una mejor aproximación de la media y la varianza.	114
6.3	Estructura final del ESBM propuesto.	122
6.4	Desempeño del estimador de sobresaturación derivado del Diseño 2. La sobresaturación estimada se compara con la predicha por el modelo, con los datos reales y con la aproximación de Taylor de primer orden. La zona gris clara representa la banda de error calculada utilizando la varianza de la temperatura estimada, mientras que la zona gris oscura utiliza la varianza de la medición de temperatura.	126
6.5	Desempeño del estimador para ambos diseños posibles. Los índices obtenidos muestran que el Diseño 1 tiene un desempeño ligeramente más favorable; sin embargo, las diferencias no son significativas.	127
6.6	Desempeño del estimador para ambos diseños posibles. Tiempos 0-3 min y 45-51 min.	128
7.1	Curva Ebullición.	133
7.2	Esquema del CPBMN propuesto.	135

7.3	a) Estrategia de CPBMN, se utiliza la masa de cristales m_c como variable controlada siguiendo un perfil lineal creciente de 150 kg/min. b) Con este CPBMN, la sobresaturación sobrepasa el límite de nucleación (Ecuación 2.9).	136
7.4	Esquema del lazo de control propuesto. Se utiliza un controlador PID y el ESMB para estimar la sobresaturación. .	137
7.5	Estrategia de Control Predictivo	139
7.6	Esquema del CPBMN propuesto.	140
7.7	a) Desempeño del controlador PID utilizando la sobresaturación como variable controlada. b) El control de la sobresaturación facilita un crecimiento adecuado en la masa de cristales (m_c), que en este caso se incrementa aproximadamente 2,5 veces.	142
7.8	a) Desempeño del CPBMN utilizando la sobresaturación como variable controlada. b) El control de la sobresaturación facilita un crecimiento adecuado en la masa de cristales m_c , que en este caso se incrementa aproximadamente 2,5 veces.	143
7.9	Esquema del concepto de referencia de sobresaturación variable. La $Sp_v(k)$ se obtiene aplicando una función de corrección f_c , dependiente de la curva de ebullición, a un valor de referencia constante Sp_0	144
7.10	Esquema del lazo de control propuesto. Se utiliza un controlador PID y el ESMB para estimar la sobresaturación. .	146
7.11	Esquema del CPBMN propuesto. Se sigue la referencia de sobresaturación variable $Sp_v(k)$	147
7.12	a) Despeño del controlador PID siguiendo la referencia de sobresaturación variable Sp_v . La línea negra discontinua representa el Sp_v , la línea azul continua representa la sobresaturación b) Evolución de la concentración. La línea discontinua representa la concentración de referencia $B_{m,g}^d$ a partir de la curva de ebullición propuesta inicialmente; la línea continua representa los valores reales obtenidos.	149

7.13	a) Despeño del CPBMN siguiendo la referencia de sobresaturación variable. b) Evolución de la concentración. La línea discontinua representa la concentración de referencia B_{mg}^d a partir de la curva de ebullición propuesta inicialmente; la línea continua representa los valores reales obtenidos.	150
7.14	a) Comparación de las curvas de ebullición obtenidas en el seguimiento de una referencia de sobresaturación constante de $Sp_0 = 1,25$ unidades (curvas PID, CPBMN), con las obtenidas en el seguimiento de la referencia de sobresaturación variable (curvas PID-SPv, CPBMN-SPv). El seguimiento de la referencia variable permite obtener concentraciones superiores, lo que representa disminuir el tiempo de operación y reducir el consumo de energía en el proceso. b) Evolución de la concentración con los distintos controladores utilizados.	151
A.1	Datos Lote 1. Fecha: 22 de noviembre de 2018	168
A.2	Datos Lote 2 Fecha: 24 de noviembre de 2018	169
A.3	Datos Lote 3. Fecha: 28 de noviembre de 2018	170
A.4	Datos Lote 4. Fecha: 1 de diciembre de 2018	171
A.5	Datos Lote 5. Fecha: 4 de diciembre de 2018	172
A.6	Datos Lote 6. Fecha: 7 de diciembre de 2018	173
A.7	Datos Lote 7. Fecha: 15 de diciembre de 2018	174
C.1	Funciones de Sensibilidad del Estimador.	181

ÍNDICE DE TABLAS

2.1	Valores de operación experimentales propuestos por diferentes autores.	30
2.2	Especificaciones técnicas de los materiales utilizados en la cristalización.	31
2.3	Crecimiento del grano a partir del pie de cristalización concentrado para un desarrollo volumétrico $d_v = 8$	34
2.4	Especificaciones técnicas a obtener en cada masa cocida [23].	37
3.1	Variables significativas relacionadas con el magma/licor madre y su medición directa en la industria [43].	40
3.2	Instrumentos más utilizados, variables medidas, variables relacionas, y parámetros que influyen en la medición . .	41
4.1	Resumen de trabajos dedicados al modelado de la cristalización en la industria azucarera.	64
4.2	Concentración para diferentes niveles de sobresaturación en soluciones de 80 % de pureza [23].	66
4.3	Resumen de estimadores utilizados.	70
5.1	Descripción de los elementos presentes en el diagrama P&ID	79
5.2	Descripción de las variables medidas y de los instrumentos de medición utilizados en el proceso.	80
5.3	Condiciones de operación típicas del proceso.	81

5.4	Valores de los parámetros a, b, c reportados por diferentes autores.	92
5.5	Resumen de las variables de entrada-salida, parámetros operativos, constantes y parámetros a estimar de los modelos.	96
5.6	Parámetros estimados.	96
5.7	Resumen de los indicadores de rendimiento utilizados para evaluar el ajuste del modelo	100
6.1	Algoritmo del ESBM.	123
7.1	Índices de desempeño y parámetros de ajuste de los controladores propuestos.	149

INTRODUCCIÓN

1.1. Motivación

La industria azucarera es una actividad agroindustrial con alto impacto económico y social en muchos países [1], [2]. En la campaña azucarera 2020/2021, la producción mundial superó los 170 millones de toneladas [3]. Según las proyecciones, se espera que el consumo de azúcar aumente en los próximos años [4]. Existen dos materias primas principales utilizadas en el proceso industrial: la caña de azúcar y la remolacha azucarera. Esta tesis se enfoca específicamente en la industria azucarera a partir de la caña de azúcar, que representa más del 70 % de la producción total [5]. No obstante, las diferencias en el proceso industrial entre ambas materias primas son mínimas.

La fabricación industrial del azúcar abarca múltiples subprocesos consecutivos, siendo la cristalización uno de los más significativos. La cristalización se clasifica como una operación unitaria cuyo objetivo es extraer, en forma de cristales, el soluto disuelto en una solución. Durante este proceso, la sacarosa disuelta en los jugos obtenidos de la caña de azúcar o la remolacha se extrae en forma de cristales. La calidad de estos se mide en términos de pureza, forma y distribución de tamaño de los cristales obtenidos (DTC) [6], [7].

La cristalización es un proceso por lotes que, en la industria azucarera,

se desarrolla en varias etapas secuenciales bajo condiciones operativas diversas. Su correcto desarrollo impacta significativamente la eficiencia y calidad final del azúcar. Desafíos inherentes a este proceso incluyen la incertidumbre sobre los mecanismos precisos de crecimiento de los cristales de azúcar y la dificultad para obtener mediciones precisas de las variables claves involucradas [8]

Desde el punto de vista tecnológico, el proceso de cristalización se lleva a cabo en evaporadores de vacío conocidos como tachos en América o tachas en Europa. Resulta sorprendente que muchos de los miles de evaporadores al vacío diseñados décadas atrás continúen en uso en la actualidad. Incluso la introducción de los agitadores a mediados del siglo pasado, considerados un gran avance para mejorar la circulación en el interior del evaporador, sigue estando ausente en numerosos evaporadores destinados a la cristalización [9], [10].

Hace más de medio siglo, el Dr. Pieter Honig, un pionero en la industria azucarera, planteó la necesidad de métodos y herramientas científicas e ingenieriles para monitorear y controlar la cristalización, reduciendo la intervención de operadores en la gestión del proceso [11]. Los primeros instrumentos diseñados para asistir a los operadores, como la sonda de conductividad, surgieron alrededor de mediados del siglo pasado. Con el tiempo, estos dispositivos se han complementado con otras herramientas innovadoras, tales como sondas de consistencia, sensores de capacitancia/conductividad (RF), sensores de microondas y medidores de contenido de sólidos [9].

Aunque en la actualidad existen medios técnicos avanzados para el control de procesos industriales, como los instrumentos inteligentes, sistemas de control distribuido (DCS), y controladores lógicos programables (PLC), la automatización sigue siendo un desafío pendiente, especialmente en América Latina[2]. La selección de instrumentos y las estrategias de control son asuntos complejos. En muchos casos, el software de los PLC refleja prácticas desactualizadas, imitando efectivamente las acciones de los operadores [9], [10].

La motivación de esta tesis emana de la identificación de un problema actual en las fábricas de azúcar. Lograr una cristalización eficiente demanda el monitoreo y control en tiempo real de variables cruciales como

la sobresaturación del licor madre, la concentración, la temperatura del magma, la pureza del licor madre, la masa de cristales, el contenido de cristales, el tamaño medio y el coeficiente de variación de la distribución del tamaño de los cristales, entre otras [7].

Sin embargo, una de las principales dificultades en este proceso radica en la dificultad para obtener mediciones en línea de algunas de estas variables, lo que requiere estimarlas o inferirlas a través de otras variables medibles [7]. En particular, la sobresaturación emerge como la variable principal del proceso. La sobresaturación debe operar en un rango estrecho, específicamente en la zona metaestable del diagrama de solubilidad de la sacarosa. Esto es crucial para evitar pérdidas económicas y complicaciones en las etapas posteriores del proceso [12].

A pesar de la aplicación generalizada de la cristalización en diferentes industrias, la incertidumbre en el conocimiento de los mecanismos exactos de crecimiento de los cristales, sus no linealidades y fundamentalmente la dificultad para medir en línea las principales variables del proceso, hacen que su monitoreo y control permanezcan como un desafío interesante tendiente a mejorar su calidad y eficiencia global [13], [14].

Numerosas investigaciones han dedicado sus esfuerzos al desarrollo de nuevas tecnologías y conocimiento científico para mejorar la calidad y los rendimientos en la industria azucarera, así como para caracterizar minuciosamente todos los procesos que tienen lugar dentro de la industria del azúcar, buscando mejorar y optimizar las soluciones tecnológicas aplicadas en cada etapa de este ciclo productivo [15].

El autor de esta tesis posee una trayectoria de ocho (8) años como ingeniero de proyectos y puesta en marcha en la industria azucarera en Cuba, labor que desempeñó en la Empresa de Servicios Técnicos Industriales (Zeti), sucursal Holguín. A lo largo de esta experiencia, el autor se ha enfrentado de manera práctica a los desafíos inherentes al monitoreo y control del proceso de cristalización.

La industria azucarera es la principal actividad industrial en Cuba, y el azúcar constituye uno de los principales productos de exportación de la isla. Para mantener rentable la producción, resulta esencial incorporar las últimas tecnologías, avances científicos y técnicas avanzadas de monitoreo y control en la línea productiva

Con base en este contexto y como parte del Programa de Doctorado en Ingeniería en Sistemas de Control de la Universidad Nacional de San Juan, se desarrolló esta tesis doctoral.

1.2. Objetivo

La presente investigación tiene como objeto de estudio el proceso de cristalización en la industria azucarera, tomando como caso particular el Tacho Cristalizador N° 2 de la Empresa Azucarera Urbano Noris en Holguín, Cuba.

El objetivo principal de esta investigación es generar nuevos conocimientos en el área del modelado, estimación y control, con aplicación en el proceso de cristalización de la sacarosa en la industria azucarera. La tesis se enfoca específicamente en la tercera etapa o cristalización C. Los aportes realizados en esta investigación están destinados a mejorar el monitoreo y el control del proceso.

Para alcanzar dicho objetivo, se han definido las siguientes acciones:

1. Análisis bibliográfico: Revisión de la literatura relacionada con la cristalización industrial de la sacarosa, así como con el modelado, monitoreo y control de este proceso.
2. Caracterización del Caso de Estudio: Tacho Cristalizador N° 2 de la Empresa Azucarera Urbano Noris, Holguín, Cuba.
3. Análisis de datos de entrada/salida: Análisis de los datos obtenidos y utilizados para identificar parámetros, validar modelos y evaluar los estimadores propuestos en esta investigación.
4. Estudio de los fenómenos característicos inherentes al proceso de cristalización industrial de la sacarosa, con el objetivo de introducir un modelo de sobresaturación y un modelo matemático de la cristalización C. Estos modelos tienen como propósito describir la dinámica del proceso y el comportamiento de las variables principales como la sobresaturación, la pureza, la masa de cristales, contenido de cristales, entre otros.

5. Revisión de herramientas matemáticas disponibles: Evaluación de las herramientas matemáticas disponibles para el diseño de estimadores y su aplicabilidad al proceso. Esto incluye teoría de control, teoría estadística clásica y diversas técnicas de procesamiento estadístico de señales, como estimadores de estado, modelado de propagación de incertidumbre y análisis de errores. Esta revisión tiene como objetivo definir las herramientas más apropiadas para diseñar estimadores de sobresaturación con errores de estimación adecuados para su implementación en un proceso real.
6. Estudio de estrategias de control disponibles: estudio comparativo entre las estrategias convencionales de la industria y diferentes alternativas propuestas, considerando tanto aquellas que no toman en cuenta la sobresaturación como las que la incorporan. El objetivo principal es comprobar las ventajas de integrar el control de la sobresaturación y proponer mejoras que tengan un impacto positivo en el proceso de control.
7. Evaluación de resultados: Análisis de los resultados obtenidos tras la implementación de los estimadores y las mejoras en las estrategias de control propuestas. Este análisis se centra especialmente en identificar posibles beneficios, como la reducción del tiempo de operación del proceso y la disminución del consumo energético.

1.3. Aportes y limitaciones de la Tesis

Esta tesis se enfoca en tres áreas principales: el modelado de los procesos de cristalización en la industria azucarera, la estimación de estados y variables, y finalmente, el control del proceso. Es importante destacar que estos temas están interrelacionados. El modelado proporciona una representación matemática del proceso de cristalización; el diseño de estimadores basados en modelo aborda las dificultades para medir en línea variables claves del proceso como la sobresaturación; y los controladores basados en modelo, que depende del conocimiento del proceso y la calidad del modelo disponible, apuntan a mejorar la eficiencia del proceso.

Los aportes de esta tesis son del tipo teórico y teórico/prácticos, y pueden resumirse en:

- **Modelo matemático de cristalización C y modelo matemático de sobresaturación:** Se desarrolla un modelo matemático simplificado dedicado a la tercera etapa de la cristalización. El modelo toma su estructura básica de una propuesta previa en la literatura, que se basa en los balances de masa y energía. Este enfoque evita la solución del balance poblacional, que podría tornarse compleja en la tercera etapa del proceso debido a la alta presencia de impurezas. En consecuencia, se utiliza una ecuación alternativa para describir la tasa de cristalización J_c en lugar de utilizar las ecuaciones de momento derivadas de la solución del balance poblacional. La estructura extendida del modelo se completa con las relaciones de equilibrio de fases, expresiones cinéticas y correlaciones necesarias para describir completamente el proceso. Adicionalmente, se introduce un modelo matemático destinado a describir la evolución de la sobresaturación del licor madre en el proceso. Ambos modelos se formulan en el dominio de espacio de estados de tiempo discreto y comparten la ecuación de estado. Los parámetros de ambos modelos se identifican con datos reales de la planta industrial en estudio.
- **Estimador de sobresaturación basado en modelo (ESBM):** Se diseñó un ESBM para obtener información en tiempo real sobre la sobresaturación en la última etapa de la cristalización del azúcar. El estimador propuesto se basa en los modelos de cristalización C y de sobresaturación previamente establecidos. La estimación se realiza en tres pasos. (i) Se utiliza un Filtro de Kalman no lineal para estimar los estados no medibles del modelo de cristalización y su varianza. (ii) La sobresaturación estimada se obtiene reemplazando los estados estimados en el modelo de sobresaturación. (iii) Se calculan el sesgo y la varianza del estimador para establecer límites de error. El estimador se diseñó utilizando de herramientas matemáticas clásicas bien establecidas. Por lo tanto, la contribución principal no reside en las herramientas utilizadas, sino en la forma en que se han aplicado para resolver un problema específico. Este enfoque de diseño clásico, conduce a un estimador con propiedades ventajosas en comparación con propuestas previas: prácticamente insesgado, varianza casi mínima, robustez y de implementación sencilla. Un aspecto a destacar en el diseño del estimador es el cálculo de las cotas de error, un aspecto poco tratado en propuestas previas, pero

que resulta esencial para evaluar la viabilidad de la aplicación de cualquier estimador en un entorno de proceso real.

- Referencia de Sobresaturación Variable: Se propuso una referencia de sobresaturación variable para mejorar el control del proceso. Esta referencia posibilita controlar tanto la sobresaturación como la evolución del proceso al incorporar información de la curva de ebullición. Dicha curva relaciona el nivel de la masa cocida en el evaporador con su concentración, por lo que se puede asumir como un modelo de referencia para la evolución proceso. La referencia de sobresaturación variable se obtiene aplicando una función de corrección a un valor de referencia constante. La función de corrección se obtiene a partir de la curva de ebullición. Para el seguimiento de la referencia variable se utilizó un PID industrial y un Controlador Predictivo Basado en Modelo no Lineal (CPBMN). El seguimiento de la referencia variable permite reducir el consumo energético y el tiempo de ejecución del proceso.

Las limitaciones de esta tesis pueden resumirse como:

- Las propuestas se enfocan directamente en la cristalización C, aunque pueden extenderse a la primera etapa del proceso considerando las modificaciones necesarias.

1.4. Difusión de los aportes de la Tesis

A continuación se enumerarán los artículos publicados en revistas internacionales con referato y los trabajos publicados en congresos nacionales:

1. **Morales, H.**, di Sciascio, F., Aguirre-Zapata, E., Amicarelli, A. N. Crystallization Process in the Sugar Industry: A Discussion On Fundamentals, Industrial Practices, Modeling, Estimation and Control. Food Eng Rev (2024). <https://doi.org/10.1007/s12393-024-09377-3>
2. **Morales, H.**, di Sciascio, F., Aguirre-Zapata, E., Amicarelli, A. N. (2023). A model-based supersaturation estimator (inferential or

- soft-sensor) for industrial sugar crystallization process. *Journal of Process Control*, 129, 103065.
3. **Morales, H.**, Aguirre-Zapata, E., di Sciascio, F., Amicarelli, A. N. (2022). Estrategias de control con referencia variable aplicadas al proceso de Cristalización C en la industria azucarera. *Revista Iberoamericana de Automática e Informática industrial*, 20(1), 81-92. DOI: <https://doi.org/10.4995/riai.2022.17096>
 4. **Morales, H.**, Aguirre Zapata, E., di Sciascio, F. y Amicarelli, A. Control strategies for the C Crystallization process in the sugar industry, Argentina. Buenos Aires. 2021. Congreso. IEEE RPIC 2021 - XIX Reunión de trabajo en Procesamiento de la Información.
 5. **Morales, H.**, Aguirre Zapata, E., di Sciascio, F. y Amicarelli, A. Purity and Supersaturation model-based estimators for sugar crystallization last stages. Argentina. Buenos Aires. 2020; 27° Congreso Argentino de Control Automático. AADECA.
 6. **Morales, H.**, Aguirre Zapata, E., di Sciascio, F. y Amicarelli, A. On line Supersaturation monitoring in crystallization process. Argentina. Buenos Aires. 2019, RPIC -2019 XVIII Reunión de trabajo en Procesamiento de la Información y Control. Universidad Nacional del Sur.
 7. **Morales, H.**, Aguirre Zapata, E., di Sciascio, F. y Amicarelli, A. Estimación de la Sobresaturación en el Proceso de Cristalización de la Industria Azucarera. Argentina. Buenos Aires. 2018. 26° Congreso Argentino de Control Automático. AADECA.
 8. **Morales, H.**, di Sciascio, F., Amicarelli, A., Estimation of Supersaturation in the Crystallization Process of the Sugar Industry. En: 2018 Argentine Conference on Automatic Control (AADECA). IEEE. 2018, págs. 1-6. <https://ieeexplore.ieee.org/abstract/document/8577381> DOI: 10.23919/AADECA.2018.8577381

En el desarrollo de este trabajo, no solo se han incorporado los aportes derivados de la investigación individual en el área de la industria azucarera, sino que también se han establecido colaboraciones significativas con otros autores en el campo del modelado de procesos y bioprocesos. Estas

sinergias han enriquecido la perspectiva de la tesis al integrar conocimientos diversos y experiencias especializadas. La colaboración con otros autores ha resultado fructífera, ya que se han compartido ideas innovadoras y enfoques avanzados que han fortalecido tanto la fundamentación teórica como la aplicabilidad práctica de la investigación. Como resultado de estas colaboraciones, se han publicado los siguientes artículos en revistas internacionales con referato y en congresos nacionales:

1. Aguirre-Zapata, E., **Morales, H.**, Dagatti, C. V., Di Sciascio, F., Amicarelli, A. N. (2022). Semi physical growth model of Lobesia botrana under laboratory conditions for Argentina's Cuyo region. *Ecological Modelling*, 464, 109803.
2. Aguirre Zapata, E., García Tirado, J. F., **Morales González, H.**, Di Sciascio, F. A., Amicarelli, A. N. (2022). Metodología para el modelado y la estimación de parámetros del proceso de crecimiento de Lobesia botrana. *Revista Iberoamericana de Automática e Informática industrial*, 20(1), 68-79.
3. Aguirre Zapata, E., García-Tirado, J., **Morales, H.**, di Sciascio, F. y Amicarellia, A. N. Identificabilidad estructural y estimación de parámetros para el modelo de crecimiento de Lobesia Botrana. Argentina. Buenos Aires. 2021, RPIC 2021 - XIX Reunión de trabajo en Procesamiento de la Información y Control.
4. Aguirre Zapata, E., **Morales, H.**, Dagatti, C., di Sciascio, F., Amicarelli, A. Optimal growth rate control strategy for endo-endotoxins production. Argentina. Buenos Aires. 2020; 27° Congreso Argentino de Control Automático. AAECA.

1.5. Organización de la Tesis

Esta tesis está organizada en dos partes. La primera, que comprende los Capítulos 2, 3 y 4, que se enfocan en generalidades, conceptos preliminares y aspectos teóricos esenciales para comprender el trabajo. En el Capítulo 2, se brinda una introducción a la industria azucarera, seguida de un análisis detallado de los fundamentos del proceso de cristalización y una descripción del proceso tecnológico, abordando su operación en distintas

etapas. En el Capítulo 3 se examinan las variables clave del proceso, resaltando el papel fundamental de la sobresaturación. Además, se evalúan los sensores industriales más utilizados y sus respectivas limitaciones. Finalmente, en el Capítulo 4, se presenta el estado del arte del modelado, monitoreo y control del proceso.

La segunda parte, comprende los Capítulos 5, 6 y 7, y abarca las contribuciones fundamentales de esta tesis. En el Capítulo 5, se introducen el modelo de cristalización C y el modelo de sobresaturación propuestos. Los parámetros de ambos modelos se identifican a partir de datos reales del proceso y se validan con un juego de datos adicionales. En el Capítulo 6, se diseña un estimador de sobresaturación basado en los modelos propuestos. Inicialmente, se examina la observabilidad del proceso considerando las mediciones disponibles. Luego, se aborda el diseño del estimador, que implica varios aspectos como la selección de un vector de mediciones adecuado, la estimación de estados no medibles del proceso y el cálculo de las cotas de error del estimador. Por último, se analiza del desempeño del estimador y los resultados obtenidos.

En el Capítulo 7, se analizan estrategias de control enfocadas en la cristalización C, comparando aquellas que utilizan la sobresaturación como variable controlada con otras que emplean variables alternativas. Se destacan las ventajas del control directo de la sobresaturación. Para mejorar el control del proceso, se propone una referencia de sobresaturación variable, que posibilita controlar tanto la sobresaturación como la evolución del proceso al incorporar información de la curva de ebullición. Se utiliza un controlador PID industrial y un CPBMN para el seguimiento de la referencia variable. Finalmente, en el Capítulo 8, se presentan las conclusiones de esta tesis.

LA INDUSTRIA AZUCARERA

2.1. Introducción a la industria azucarera

La caña de azúcar (*Saccharum officinarum* L) es una gramínea tropical que contiene en el jugo de su tallo esencialmente sacarosa ($C_{12}H_{22}O_{12}$) y agua. La sacarosa es un disacárido de glucosa y fructosa que se sintetiza en plantas y es extraída y cristalizada industrialmente en los ingenios para obtener el azúcar comercial [16].

Hay evidencias de que hace miles de años los chinos ya extraían sacarosa de la caña de azúcar y la almacenaban cuidadosamente. Alrededor del año 510 antes de Cristo, los persas descubrieron el azúcar proveniente de la miel de abejas. Más tarde, aproximadamente en el año 300 a.C., los griegos (gracias a Alejandro Magno) y, posteriormente, los romanos conocieron la existencia del azúcar. Siendo un producto escaso y costoso, se convirtió en un condimento y medicamento muy apreciado [15].

En el siglo XVI, los colonizadores españoles tomaron la decisión de comenzar el cultivo de caña de azúcar en la isla La Española (hoy República Dominicana). En esa época se instalaron los primeros trapiches y año tras año se mejoraron los procedimientos de extracción y procesamiento. En el siglo XVIII el azúcar ya era verdaderamente accesible. En el siglo XIX terminó de popularizarse, convirtiéndose en una de las industrias más importante del continente.

En la actualidad, el azúcar se produce en más de 130 países. Alrededor del 70 % de la producción mundial es a partir de caña de azúcar y aproximadamente un 29 % a partir de remolacha azucarera, aunque también existen producciones comerciales a menor escala obtenidas del sorgo y el maíz. Según estadísticas de la Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura (FAO), la caña de azúcar ocupa actualmente un área cultivable de más de 26 millones de hectáreas en todo el mundo, generando una producción anual de más de 1900 millones de toneladas de azúcar. Entre los principales productores mundiales se encuentran Brasil, India, China, Estados Unidos. En nuestra región geográfica destacan México, Colombia, Cuba, y Argentina [17]. En particular, Cuba y Argentina ocupan los puestos del 20-30, con una producción entre 1 – 2 millones de toneladas anualmente. La industria azucarera juega un papel muy importante desde el punto de vista agrícola, industrial y social en América Latina y el Caribe, ya que en casi todos los países de la región se cultiva caña de azúcar [16].

El proceso de producción industrial del azúcar comercial se divide en varios subprocesos. La Figura 2.1 muestra un diagrama de flujo genérico del proceso en un ingenio azucarero. A continuación se describe brevemente cada subproceso involucrado.

2.1.1. Preparación de la caña

Luego de la cosecha, manual o mediante máquinas, la caña se traslada al ingenio azucarero. La preparación es el primer proceso de una fábrica de azúcar. Se inicia limpiando la caña con agua o en seco para eliminar sólidos como tierra, sales o piedras. Luego, las cañas son procesadas por equipos especializados para picarlas, trocearlas y desfibrarlas sin extraer el jugo. Todo esto se realiza con el propósito de lograr un flujo constante y uniforme de caña debidamente preparada a los molinos, asegurando así una extracción óptima del jugo en los molinos [18].

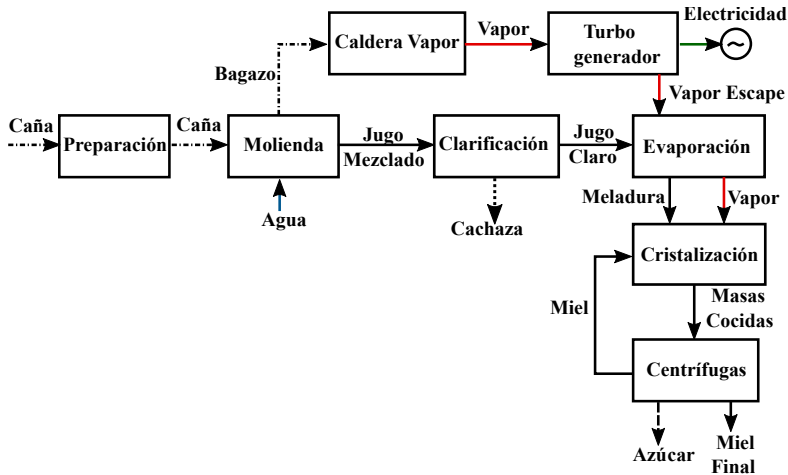


Figura 2.1: Diagrama de flujo del proceso de producción de azúcar [2].

2.1.2. Molienda de la caña

La molienda se efectúa en el Tándem, un juego de 4 a 6 molinos dispuestos en serie, donde se extrae de la caña el jugo mezclado que contiene sacarosa, agua y otras impurezas. La caña preparada se descarga en la tolva de alimentación del primer molino. El bagazo resultante del primer molino es alimentado al siguiente mediante un transportador que funciona a una velocidad fija, y así sucesivamente hasta el último. El bagazo que sale del último molino es conducido a las calderas como combustible para generar vapor que se emplea para accionar los turbogeneradores y producir energía, etc., [19].

A la entrada del último molino se adiciona agua de imbibición para diluir el jugo y extraer la sacarosa que contiene el material fibroso; el jugo extraído en cada molino se envía al molino anterior y así sucesivamente hasta el segundo. El contenido de jugo extraído por el primero y segundo molino se denomina jugo mezclado y es enviado a la siguiente etapa de proceso [19]. La Figura 2.2 muestra un esquema del Tándem.

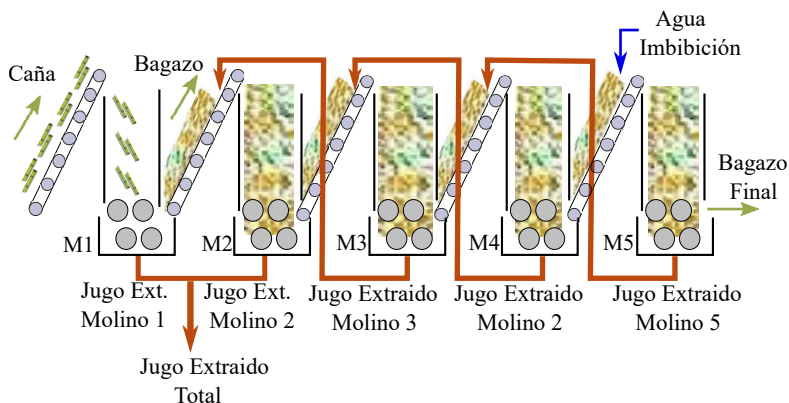


Figura 2.2: Tándem en un ingenio azucarero.

2.1.3. Clarificación

El jugo mezclado es espumoso, turbio y puede presentar un color gris o verde pardo. Contiene una serie de impurezas que deben ser eliminadas antes de continuar con el proceso. Estas impurezas pueden ser tanto sólidas como disueltas en el jugo y varían dependiendo de la región, las condiciones agrícolas y las prácticas de cultivo. Entre las impurezas más comunes se encuentran tierra, arena, fibras vegetales y bagacillo. Además, el jugo puede contener sustancias orgánicas e inorgánicas en estado coloidal, como proteínas, sustancias colorantes, componentes de silicio, hierro, aluminio, arcilla, ceras, pigmentos y sales inorgánicas etc., [20].

La clarificación tiene dos objetivos que pueden resumirse de la siguiente manera: (i) eliminar la mayor cantidad posible de impurezas, tanto suspendidas, coloidales como solubles; y (ii) ajustar el grado de acidez (pH) para minimizar la descomposición de azúcares durante la clarificación y operaciones posteriores en el área de calderas.

El punto (i) involucra la precipitación de impurezas como flóculos grandes que arrastrarán partículas finas suspendidas y coloidales. En el segundo punto se somete el jugo mezclado a un proceso de alcalización

adicionándole $Ca(OH)_2$, lo que permite controlar su grado de acidez. Después del alcalizado, se produce la decantación del jugo en los clarificadores, logrando una perfecta separación en dos fases: jugo clarificado, libre de materia suspendida, y la cachaza, que contiene gran parte de las impurezas separadas [21].

2.1.4. Evaporación

La evaporación es una operación unitaria en la que se extrae el agua contenida en una solución mediante la aplicación de calor. En la industria azucarera, tanto la evaporación como la cristalización se llevan a cabo en equipos tecnológicos conocidos como evaporadores. Estos equipos operan al vacío para disminuir la energía utilizada en el proceso

2.1.4.1. Evaporadores

Los evaporadores de tubos cortos verticales, también conocidos como tipo Robert o de calandria (ver Figura 2.3), son los más utilizados en la industria azucarera. Este tipo de evaporadores consiste en un haz de tubos verticales cortos que se replican en las bridas del cuerpo del evaporador, formando un conjunto conocido como calandria.

De manera general, la operación de un evaporador sigue estos pasos. Primero, se carga la solución a concentrar. Luego, se aplica vapor de calefacción para vaporizar el agua contenida en la solución e incrementar su concentración. El vapor de calefacción fluye por fuera de los tubos de la calandria, creando un amplio paso circular de derrame en el centro del haz de tubos, donde la solución más fría re-circula hacia la parte inferior del tacho. Dentro de los tubos, se produce la evaporación parcial de la solución, que permanece en íntimo contacto con el vapor generado como resultado de la evaporación. El vapor generado se envía al condensador barométrico acoplado al evaporador en un evaporador de simple efecto, o se utiliza como vapor de calefacción para el próximo evaporador en el caso de los evaporadores de múltiple efecto.

Un evaporador de múltiple efecto (ver Figura 2.4) consta de 3-5 evaporadores conectados en serie; los evaporadores individuales se llaman

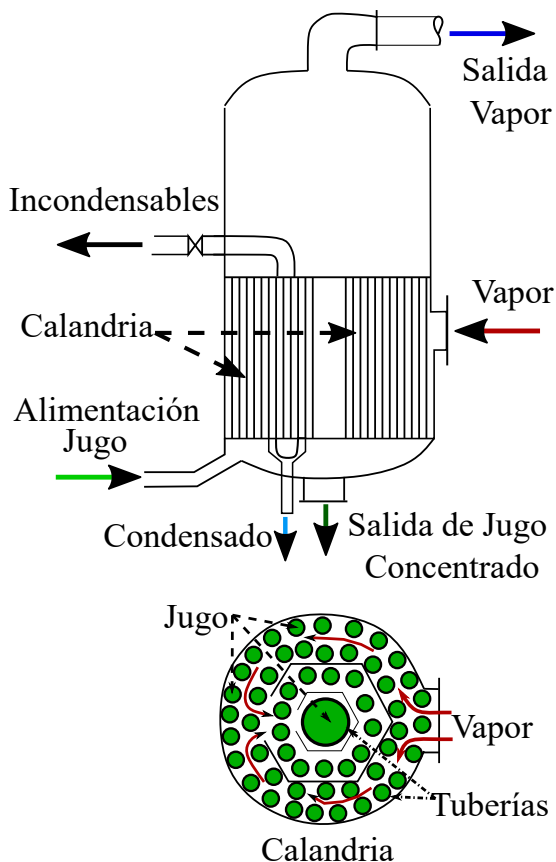


Figura 2.3: Evaporador de tubos cortos o tipo Roberts [22].

efectos, cuerpos, celdas o unidades. El principio del múltiple efecto fue descubierto en el siglo XIX por el norteamericano Robert Rillieux. Este principio permite un considerable ahorro de energía en la industria azucarera al aprovechar eficientemente el calor residual. Al primer efecto se aplica el vapor de escape de los turbogeneradores. El vapor vegetal producido en el primer efecto se utiliza como vapor de calefacción del siguiente, y así sucesivamente. Solo se necesita reducir la presión de cada

evaporador adicional, y así se establecerá una diferencia de temperatura adecuada que permitirá el funcionamiento adecuado del sistema [23].

2.1.4.2. Proceso de evaporación

El jugo clarificado procedente de la clarificación tiene una concentración aproximada de 15°Bx [18]. El objetivo de la evaporación es concentrar el jugo clarificado desde 15°Bx hasta aproximadamente 65°Bx . Para evitar la degradación de la sacarosa debido a reacciones químicas con el agua, la temperatura no debe exceder los $125 - 130^{\circ}\text{C}$, y es recomendable que el proceso se realice en el menor tiempo posible [24].

La evaporación se realiza haciendo circular el jugo clarificado por evaporadores de múltiple efecto que operan al vacío y utilizan como agente calefactor los vapores de escape de los turbogeneradores. En esta etapa, se evapora aproximadamente del 73 al 75 % del agua contenida en el jugo clarificado. El producto resultante a la salida de la evaporación se denomina meladura[18].

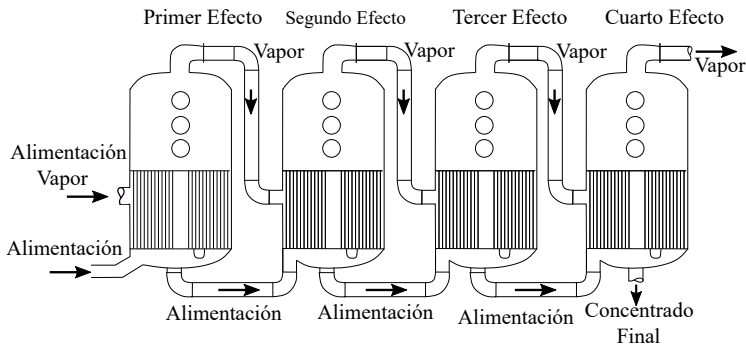


Figura 2.4: Evaporadores de múltiple efecto [24].

2.1.5. Cristalización

La cristalización marca un cambio en el proceso industrial, pasando de ser continuo a semi-batch. Este proceso se efectúa en evaporadores de simple efecto, comúnmente llamados tachas en Europa o tachos en América. Los tachos se cargan con el licor madre, una mezcla de la meladura procedente de la evaporación y de mieles reincorporadas al proceso a partir de la centrifugación. A través de una serie de pasos u operaciones básicas de ingeniería, se extrae la sacarosa disuelta en el licor madre en forma de cristales. Al final de este subproceso, se obtiene la masa cocida, una solución que contiene los cristales de sacarosa formados. La cristalización es crucial en el proceso industrial, ya que implica la transición del azúcar de la fase líquida a la sólida [23], [25]. Este subproceso se analiza en detalle en la Sección 2.2.

2.1.6. Centrifugación

Los cristales de azúcar se separan de la masa cocida mediante máquinas centrífugas. Las centrífugas (Figura 2.5) son equipos provistos de una cesta perforada suspendida en la parte inferior de un eje vertical giratorio cubierto por un medio filtrante. La cesta gira a gran velocidad, permitiendo la salida de la miel por entre la malla, mientras que los cristales de azúcar quedan dentro de las centrífugas. Las mieles vuelven a los tachos, o bien se utilizan como materia prima para la producción de alcohol etílico en una destilería [26].

2.2. Fundamentos del proceso de cristalización

2.2.1. Definición

La cristalización es el proceso de formación de partículas sólidas a partir de una fase homogénea (solución homogénea). Involucra un fenómeno de transferencia de masa desde la solución hacia los cristales,

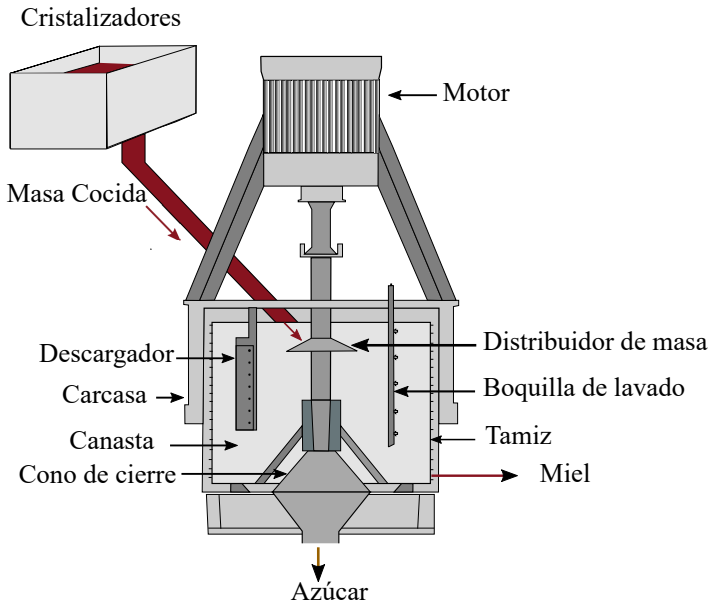


Figura 2.5: Centrífuga de azúcar [24].

resultando principalmente de la diferencia de potencial químico entre la solución sobresaturada y la superficie del cristal [27]. Por lo tanto, cierto grado de sobresaturación es un requisito indispensable para la ocurrencia de la cristalización y, por ende, para la formación y crecimiento de los cristales [28].

La cristalización es una de las operaciones unitarias más antiguas y se utiliza ampliamente en la industria para la producción de diversos materiales, como cloruro de sodio, sulfatos de sodio y aluminio, y sacarosa, entre otros. Para alcanzar la sobresaturación se pueden utilizar métodos como el enfriamiento o la adición de un solvente, que son comúnmente empleados en la industria farmacéutica, o la evaporación, utilizado en las fábricas de azúcar [28].

En el contexto de la industria azucarera, el objetivo de la cristalización es extraer, en forma de cristales, la sacarosa contenida en el licor madre

[18]. Los procesos que involucran fenómenos de transferencia de masa tienden al equilibrio. Para el caso de la cristalización, luego de inducir la sobresaturación, la solución tiende a un estado de saturación a partir de la disminución de concentración del soluto en solución, transfiriéndolo a la fase sólida.

2.2.2. Cinéticas de cristalización y eventos poblacionales

En una solución sobresaturada, se forman constantemente embriones cristalinos. Sin embargo, solo aquellos que alcanzan un tamaño crítico y superan la barrera energética crítica se convierten en núcleos efectivos [29]. Estos núcleos cristalinos pueden originarse a partir de diferentes tipos de partículas, ya sean moléculas, átomos o iones. Debido a su movimiento aleatorio, varias de estas partículas pueden asociarse en un volumen reducido para formar lo que se conoce como un racimo: una agregación inestable que generalmente desaparece rápidamente.

En ocasiones, un número adecuado de partículas se agrupan para formar un embrión, dando inicio a una estructura reticular y al surgimiento de una nueva fase independiente. Aunque la mayoría de estos embriones tienen una vida breve y regresan a su estado de partículas individuales o racimos, una sobresaturación suficientemente alta puede llevar a un embrión a alcanzar el equilibrio con la solución circundante, transformándolo en un núcleo estable: la agrupación mínima de partículas con el potencial de crecer y formar un cristal.

El número de partículas necesario para establecer un núcleo estable puede variar desde unas pocas hasta varias centenas. Los núcleos existen en un estado de equilibrio inestable: si pierden partículas, se disuelven, mientras que si ganan partículas crecen, transformándose en cristales completamente desarrollados. La evolución de un cristal puede resumirse de la siguiente manera [30]:

Racimo $\rightarrow$ Embrión $\rightarrow$ Núcleo $\rightarrow$ Cristal

Los fenómenos involucrados en el proceso de cristalización son la nucleación, crecimiento y aglomeración de los cristales.

2.2.2.1. Nucleación

La nucleación se define como el proceso mediante el cual se forma la entidad cristalina más pequeña y estable en el interior de una fase (solución) homogénea sobresaturada. Este proceso se genera como consecuencia de las rápidas fluctuaciones locales a escala molecular en la fase homogénea sobresaturada. La velocidad de nucleación cuantifica el número de nuevas partículas formadas por unidad de tiempo y unidad de volumen de licor madre exento de sólidos. Se definen dos mecanismos de nucleación [30]:

1. Nucleación primaria: Tiene lugar en ausencia de cristales de soluto cuando la sobresaturación es alta. La nucleación primaria puede ser homogénea, cuando no hay partículas extrañas presentes, o heterogénea cuando es inducida por la presencia de partículas ajenas al sistema cristalino. En términos industriales, la nucleación espontánea (hace referencia a la nucleación primaria, homogénea o heterogénea) se refiere a la formación de cristales debido a valores elevados de sobresaturación. Este fenómeno es altamente indeseable en la industria, ya que conduce a la creación de cristales con formas y tamaños inapropiados, afectando negativamente la calidad del proceso y causando pérdidas económicas.
2. Nucleación secundaria: Se refiere al proceso de formación cristalina catalizado por la presencia de cristales preexistentes. En una solución sobresaturada, la existencia previa de cristales a menudo induce la formación de nuevos. Este tipo de nucleación es comúnmente empleada en la industria azucarera. Cuando la solución alcanza niveles apropiados de sobresaturación, se agrega un polvo de cristales de sacarosa, conocido como semilla. Estas semillas actúan como núcleos, estimulando la formación de nuevos cristales [15], [30].

2.2.2.2. Crecimiento

Tras la formación de núcleos, comienza la transferencia de masa desde la solución (licor madre) hacia la fase sólida (los núcleos). La teoría de difusión-reacción proporciona una explicación fundamental para entender

el crecimiento de cristales en la cristalización [29]. Las teorías de difusión se remontan al trabajo de Noyes y Whitney [31], quienes propusieron que la deposición sólida en la superficie de los cristales en crecimiento era principalmente un proceso de difusión. La teoría de difusión-reacción abarca dos pasos clave:

- **Difusión:** En un proceso de cristalización, los iones, átomos o moléculas de sacarosa presentes en la solución se transfieren a la estructura cristalina en crecimiento. Para que estos componentes se añadan a la superficie del cristal, deben difundir desde la solución hacia la superficie del cristal. La difusión es el movimiento de estas partículas desde regiones de mayor concentración hacia regiones de menor concentración, impulsadas por gradientes de concentración. A medida que estas partículas llegan a la superficie del cristal, se incorporan a la estructura cristalina y contribuyen al crecimiento.
- **Reacción:** Se refiere al proceso mediante el cual las partículas que alcanzan la superficie del cristal se incorporan a la estructura cristalina en crecimiento. Los iones o moléculas se unen a sitios específicos en la superficie del cristal. Esto implica la formación de enlaces químicos entre las partículas de la solución y los átomos en la estructura cristalina en crecimiento. La reacción en la superficie es crucial para que las partículas se adhieran e integren en la estructura cristalina en crecimiento.

La teoría de difusión-reacción postula que el crecimiento del cristal es una combinación de estos dos pasos interconectados. Las partículas deben difundir a través de la solución hacia la superficie del cristal y luego reaccionar en la superficie para incorporarse al crecimiento del cristal. Ninguno de los dos pasos tiene lugar si la solución no está sobresaturada [29], [30].

La Figura 2.6 muestra una representación simplificada del mecanismo de crecimiento cristalino. Así, en el crecimiento de los cristales ocurren tres procesos cinéticos:

1. Transporte de materia desde la solución sobresaturada hacia el cristal por fenómenos de difusión y/o convección.

2. Incorporación de las moléculas o iones en disolución al cristal, el cual es un proceso denominado reacción superficial.
3. Transferencia de energía desde el cristal hacia el seno de la disolución.

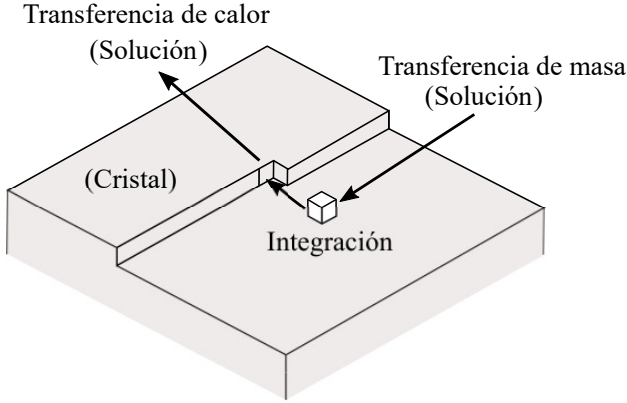


Figura 2.6: Representación simplificada del mecanismo de crecimiento de los cristales (Adaptado de [15]).

La Figura 2.7 muestra un esquema del modelo de difusión-reacción. La difusión ocurre principalmente a través de una capa límite delgada e inmóvil de ancho δ que rodea el cristal. Este paso es impulsado por la diferencia de concentración entre la solución (c) y la existente en la vecindad inmediata de la superficie del cristal (c_i), la cual es desconocida. El paso de difusión está representado por la siguiente ecuación:

$$R_g = \frac{\varphi}{\delta}(c - c_i) = k_d(c - c_i) \quad (2.1)$$

donde R_g (kg/s.m²) es la tasa de transferencia de masa por unidad de área superficial del cristal, y k_d (m/s) es el coeficiente de transferencia de masa por difusión, el cual se define como la relación entre el coeficiente de difusión φ (m²/s) y el ancho de la capa a través de la cual ocurre el proceso δ (m). La φ depende de la temperatura de la solución y de su viscosidad η , que a su vez depende de la sobresaturación.

Por otro lado, el paso de integración en la superficie es más complejo y puede subdividirse en varios sub-pasos. Por ejemplo, la difusión de la unidad de crecimiento en la superficie del cristal hasta que encuentra un centro activo, y luego la integración de esta unidad en el sitio correspondiente de la estructura cristalina. La integración está impulsada por la diferencia de concentración entre la concentración en las inmediaciones de la superficie del cristal c_i y la concentración en el cristal c^* , que se considera igual a la solubilidad y, por lo tanto, conocida. Este paso complejo suele representarse mediante la expresión:

$$R_g = k_r(c_i - c^*)^n \quad (2.2)$$

donde k_r (m/s) es el coeficiente del paso de integración en la superficie, y n es el orden del paso de reacción. Desde una perspectiva cinética, la difusión y la reacción superficial son procesos consecutivos. Por lo tanto, el paso que ocurra a una velocidad más lenta determinará la velocidad global del proceso [25], [29].

2.2.2.3. Aglomeración

La aglomeración es un fenómeno observado con frecuencia en los procesos de cristalización industrial. Resulta de la fusión de dos o más núcleos cristalinos, que colisionan. Si debido a fuerzas de cohesión, estos núcleos permanecen unidos durante cierto tiempo, comienzan a crecer como una única entidad estable, con una forma y propiedades irregulares. Este fenómeno afecta negativamente a los parámetros de la distribución del tamaño de los cristales, por lo que es un fenómeno que debe evitarse [15], [30].

Los factores que más contribuyen a la ocurrencia de la aglomeración son los siguientes [15]:

- Un alto contenido de cristales en la solución aumenta la frecuencia de colisiones entre los núcleos cristalinos, lo que favorece la aglomeración.
- La temperatura tiene un efecto indirecto, ya que un aumento de la misma disminuye la viscosidad de la suspensión, permitiendo

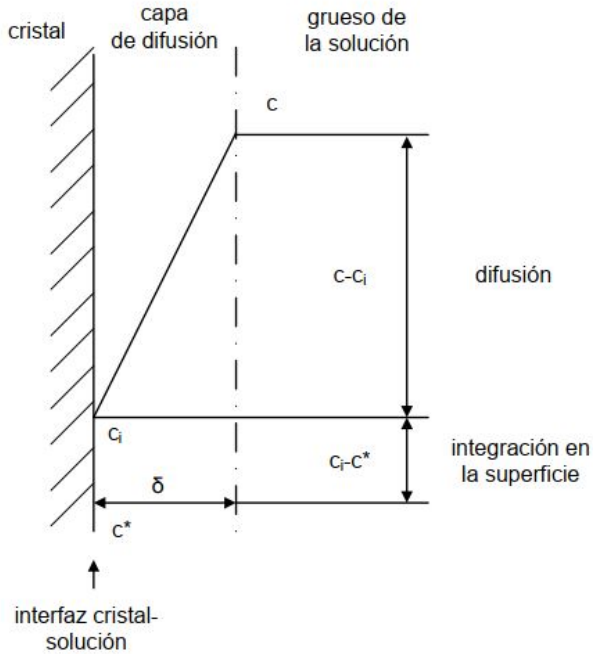


Figura 2.7: Modelo de difusión-reacción del crecimiento de los cristales (Adaptado de [25]).

una mayor movilidad de las partículas cristalinas, lo que favorece la aglomeración.

- El tiempo de permanencia en el cristalizador proporciona un mayor número de colisiones y favorece el fenómeno de la aglomeración.
- La presencia de impurezas o la introducción de aditivos en la solución disminuye la aglomeración [32].
- La sobresaturación también influye en el fenómeno de aglomeración, con más posibilidades de tener lugar en la zona lábil de la curva de solubilidad [33].

2.2.2.4. Ley de crecimiento de los cristales

La ley ΔL de crecimiento de los cristales, también conocida como Ley de McCabe [30], propone que todos los cristales geoméricamente similares de un mismo material en una misma solución crecen a la misma velocidad. El crecimiento se mide como el aumento de longitud ΔL (mm) en la dimensión lineal de un cristal. Si todos los cristales contenidos en la masa crecen en un campo de sobresaturación uniforme y a la misma temperatura, entonces todos los cristales tendrán la misma velocidad de crecimiento independiente de su tamaño. Esta ley se expresa mediante la siguiente expresión:

$$\Delta L = G \Delta t \quad (2.3)$$

donde ΔL es el aumento de longitud (mm), G es la velocidad de crecimiento de los cristales (mm/s), Δt es el intervalo de tiempo $t_2 - t_1$. Si D_1 es la dimensión lineal de cierto cristal al tiempo t_1 y D_2 corresponde al tiempo t_2 :

$$\Delta L = D_2 - D_1 = G(t_2 - t_1) = G \Delta t \quad (2.4)$$

Aunque muchos sistemas cristalinos obedecen a la ley de McCabe, se ha observado que, para algunos sistemas, la velocidad de crecimiento aumenta con el tamaño de los cristales [34]. En este caso se dice que el crecimiento es dependiente del tamaño. Sin embargo, la ley ΔL es suficientemente precisa para muchas situaciones, lo cual simplifica el cálculo de los procesos industriales [30].

2.2.3. Rol de la sobresaturación

Una solución está saturada cuando se encuentra en equilibrio termodinámico con la fase sólida de su soluto a una temperatura y pureza dada. Es decir, una solución está saturada cuando ha disuelto todo el soluto posible a una temperatura y pureza determinada. En cambio, si la solución contiene más soluto disuelto de lo que permite el valor de saturación, se dice que está sobresaturada [28].

La sobresaturación puede generarse mediante varios métodos. Si la solubilidad del soluto aumenta considerablemente con la temperatura, como es el caso de muchas sales inorgánicas y sustancias orgánicas, una solución saturada se convierte en sobresaturada simplemente reduciendo su temperatura. Por otro lado, si la solubilidad es relativamente independiente de la temperatura, como sucede con la sacarosa, una solución saturada se convierte en sobresaturada evaporando parte de su solvente. En casos donde el enfriamiento o la evaporación no son viables, la sobresaturación puede lograrse mediante la adición de un tercer componente [30]. Los métodos de enfriamiento y adición de aditivos se utilizan comúnmente en la industria farmacéutica, mientras que en la industria azucarera, la sobresaturación se logra mediante la evaporación del agua contenida en el licor madre.

Existen varias formas de expresar la sobresaturación [35]. En términos de concentraciones, se puede expresar como la diferencia entre la concentración de la solución sobresaturada y la concentración de la solución saturada correspondiente [30]:

$$\Delta c = c - c_{sat} \quad (2.5)$$

El coeficiente de sobresaturación SS y la sobresaturación relativa ϕ se pueden expresar como [28]:

$$SS = \frac{c}{c_{sat}} \quad (2.6)$$

$$\phi = \frac{\Delta c}{c_{sat}} = SS - 1 \quad (2.7)$$

En el sector azucarero se prefiere representar la sobresaturación según la expresión (2.8), donde las concentraciones pertinentes se expresan como la razón de la masa de sacarosa entre la masa de disolvente [18], [25]:

$$SS = \frac{q_{s/w}}{q_{s/w,sat}} \quad (2.8)$$

donde $q_{s/w} = m_s/m_w$ representa la razón de la masa de sacarosa entre la masa de agua contenida en la solución sobresaturada y $q_{s/w,sat}$ representa la razón entre la masa de sacarosa y la masa de agua contenida en una

solución saturada con la misma pureza y a la misma temperatura que la solución sobresaturada [36].

La sobresaturación del licor madre es una condición necesaria para que tenga lugar la cristalización. En una solución no saturada ($SS < 1$) o saturada ($SS = 1$), no ocurre ni la nucleación ni el crecimiento de los cristales, ya que la sobresaturación debe ser mayor que la unidad ($SS > 1$) para que se produzca la formación de nuevos cristales o el crecimiento de los ya existentes [25], [30].

Al considerar el estado de sobresaturación, Ostwald [37] introdujo los términos lábil y metastable para describir las condiciones de sobresaturación bajo las cuales ocurriría o no ocurriría la nucleación espontánea (primaria), y Miers e Isaac [38] representaron estas zonas mediante un diagrama de solubilidad. La Figura 2.8 muestra la curva o diagrama de solubilidad de la sacarosa. En este diagrama se distinguen varias zonas o regiones.

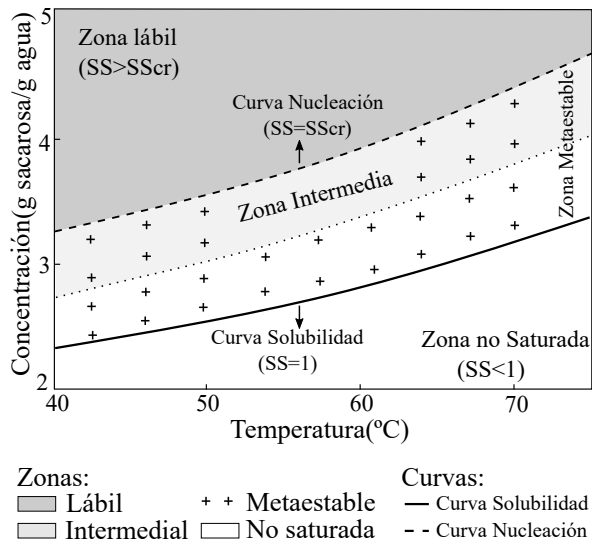


Figura 2.8: Curva de solubilidad de la sacarosa (Adaptado de [25]).

En la región sobresaturada ($SS > 1$) existen infinitas curvas, cada

una caracterizada por un valor de sobresaturación definido. La zona metaestable corresponde a valores moderados, superiores a la unidad pero inferiores a la sobresaturación crítica SS_{cr} ($1 < SS \leq SS_{cr}$). En la zona metaestable se propicia el crecimiento y la formación de los cristales de sacarosa, sin embargo, la probabilidad de nucleación espontánea es mínima. Algunos autores sitúan en la última franja de la zona metaestable una llamada zona intermedia (aproximadamente $1,15 < SS \leq SS_{cr}$), donde aumenta la probabilidad de nucleación en una solución que contenga cristales previamente. Esta es la zona de operación del proceso [18], [23].

En la zona lábil ($SS > SS_{cr}$) la nucleación espontánea es altamente probable, pero no inevitable. Los cristales formados por nucleación espontánea se denominan falso grano en la jerga de la industria azucarera. Los altos valores de sobresaturación también favorecen la formación de conglomerados. Como resultado de ambos fenómenos, la nucleación espontánea y los conglomerados, se forman cristales de sacarosa que no poseen los parámetros de calidad requeridos. Esto afecta negativamente la distribución del tamaño de los cristales (DTC) y puede ocasionar pérdidas productivas en la centrifugación [28].

La curva de solubilidad de la sacarosa ($SS = 1$) es conocida y puede ser determinada con precisión. Sin embargo, la curva de nucleación o sobresaturación crítica ($SS = SS_{cr}$) es menos precisa, ya que está influenciada por factores como la velocidad a la que se genera la sobresaturación, el grado de agitación y la presencia de cristales o impurezas. Por lo tanto, las zonas intermedia, metaestable y lábil no están definidas con exactitud [28].

A menudo se pueden encontrar en la literatura datos contradictorios sobre la sobresaturación crítica por encima de la cual ocurre la nucleación espontánea. La Tabla 2.1 cita algunos valores de operación propuestos por diferentes autores. La Ecuación (2.9) se utiliza a menudo para determinar el límite de nucleación o sobresaturación crítica [39], [40]:

$$S_{cr} = 1,1289 - 0,284 \frac{m_i}{m_s + m_i} \quad (2.9)$$

$$+ [2,33 - 0,0709(T_{mg} - 60)] \left(\frac{m_i}{m_s + m_i} \right)^2 \quad (2.10)$$

donde m_i es la masa de impurezas, m_s es la masa de sacarosa, T_{mg} es la

temperatura del magma.¹

Tabla 2.1: Valores de operación experimentales propuestos por diferentes autores.

Autor	Valor de SS	Año
Hugot	< 1,40	1960
Jenkins	1,10 – 1,25	1963
Irima	1,10 – 1,25	1964
West	1,10 – 1,30	1965
Falcon	1,15 – 1,25	1979
Georgieva	1,10 – 1,35	2003
Damour	1,10 – 1,35	2010

2.3. Descripción del proceso tecnológico de cristalización

2.3.1. Esquema de cocimiento

Los tachos operan con mieles recirculadas al proceso desde la centrifugación, y con meladuras concentradas por los evaporadores. Estos materiales están libres de cristales sólidos y contienen agua, sacarosa disuelta y sustancias no azucaradas o impurezas. Las especificaciones técnicas de estos materiales se detallan en la Tabla 2.2.

En los tachos, se lleva a cabo una secuencia de pasos u operaciones básicas para extraer, en forma de cristales sólidos, la sacarosa disuelta en los materiales suministrados. Este conjunto de operaciones tiene un tiempo de duración que oscila entre 24 y 32 horas, vinculado a las condiciones de operación y a la destreza del personal del área. Por estas razones, el área es tecnológicamente compleja, pues a pesar de que las operaciones a realizar son cíclicas, deben ejecutarse en una forma tal, que el resultado

¹Magma: es una mezcla densa compuesta por cristales de azúcar embebidos en su licor madre. Se forma durante el proceso de cristalización, cuando los cristales de sacarosa crecen y se mezclan con el licor madre.

Tabla 2.2: Especificaciones técnicas de los materiales utilizados en la cristalización.

Materiales	Concentración (°Bx)	Pureza (%)	Etapas
Meladura	60 – 65	84 – 88	1ra
Miel A	60 – 70	60 – 70	1ra
Miel B	55 – 60	55 – 60	1ra-3ra
Mezcla	60 – 65	78 – 82	1ra

final sea la continuidad del flujo de producción.

Cada ingenio establece su esquema básico de operación basándose en las condiciones técnicas de sus instalaciones y las características de la materia prima que procesa. En esta Tesis Doctoral, se trabajó con datos del ingenio Urbano Noris, ubicado en la provincia de Holguín, Cuba. En este ingenio se emplea el esquema de cocimiento de tres masas cocidas (Figura 2.9), que es ampliamente utilizado en la industria azucarera.

Dicho esquema de cocimiento comprende dos fases: (i) la formación y crecimiento de los cristales de sacarosa mediante la cristalización, en la que se enfoca esta tesis, (ii) la fabricación de las masas comerciales A y B a partir de los cristales de sacarosa obtenidos (semilla) en la cristalización. Las masas comerciales A y B son sometidas a centrifugación, obteniéndose lo que conocemos como azúcar comercial. Las mieles A y B resultantes de la centrifugación se reincorporan al proceso.

2.3.2. Cristalización en tres etapas

La cristalización en la industria azucarera se desarrolla gradualmente en tres etapas secuenciales. La operación en etapas tiene como objetivo asegurar un crecimiento adecuado de los cristales de sacarosa y facilitar la reducción de la pureza de las masas cocidas desde la primera hasta la última etapa, así como el agotamiento de las mieles finales. Los términos agotamiento de las mieles y reducción de la pureza se refieren a lograr la máxima transferencia posible de la sacarosa disuelta en el licor madre hacia los cristales [25].

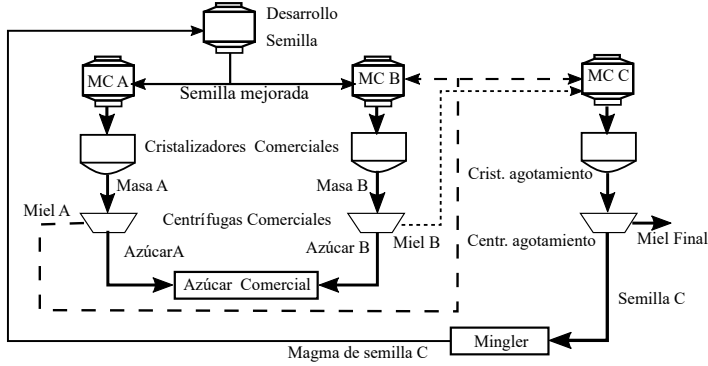


Figura 2.9: Esquema de cocimiento de tres masas cocidas [23].

En la primera etapa se procura la formación de los cristales de sacarosa. En las etapas dos y tres, se promueve el crecimiento de los cristales mediante la migración de la sacarosa disuelta en el licor madre hacia su superficie. En cada etapa se procesa un número específico de lotes. El procesamiento de cada lote comienza llenando el tacho con un volumen inicial (pie) tomado de la etapa anterior, aproximadamente equivalente al 50 % de su volumen. La Figura 2.10 ilustra el esquema de cristalización de tres etapas, donde se establece la producción de 4 lotes de masa cocida tipo C por cada pie de cristalización. Esto asegura un desarrollo volumétrico (d_v) igual a 8 veces el volumen del pie de cristalización concentrado.

Mediante la Ecuación (2.11) propuesta por Thieme [23], se puede estimar el tamaño final de los cristales de sacarosa (τ_f) a partir de un tamaño inicial (τ_i) y de un determinado d_v :

$$\tau_f = \tau_i (d_v)^{\frac{1}{3}} \quad (2.11)$$

En la Tabla 2.3 se presentan valores calculados a partir de la ecuación 2.11 para un desarrollo volumétrico $d_v = 8$. Para obtener un cristal de tamaño medio adecuado en la masa cocida C, entre 0,26 – 0,34 mm, es necesario obtener un cristal entre 0,13 y 0,17 mm en el pie de cristalización ya concentrado.

Es importante señalar que el cálculo basado en la ecuación 2.11 presu-

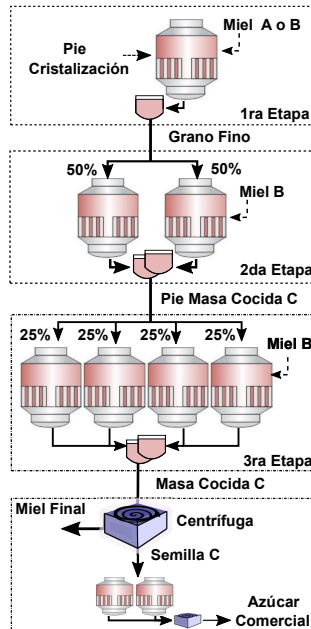


Figura 2.10: Cristalización en tres etapas [41].

pone el uso de materias primas adecuadas y un procesamiento teóricamente correcto para cada lote. Sin embargo, en la práctica, los tamaños de los cristales obtenidos pueden diferir significativamente de los valores predichos por el cálculo debido a factores como un rendimiento deficiente en la formación de cristales, un exceso de sobresaturación en el licor madre, desviaciones en la concentración de la masa, entre otros.

2.3.2.1. Primera etapa: Fabricación del grano fino

En la primera etapa, se procura la formación de los cristales de sacarosa. Los pasos u operaciones ejecutadas en esta etapa se ilustran en la Figura 2.11. A continuación, se describen estos pasos:

1. Carga: El tacho se carga con el licor madre, una mezcla compuesta

Tabla 2.3: Crecimiento del grano a partir del pie de cristalización concentrado para un desarrollo volumétrico $d_v = 8$.

Cristal en el pie (mm)	Cristal en la masa C (mm)
0,09	0,18
0,10	0,20
0,13	0,26
0,15	0,30
0,16	0,32
0,17	0,34

de meladura y mieles, hasta que el nivel de líquido supere la altura de la calandria en 30 – 50 cm, lo que equivale aproximadamente al 40 – 45 % del nivel de operación. A esta carga inicial se le denomina pie de cristalización [23].

2. Concentración: Tras la carga, se introduce vapor de calefacción a través de la calandria del tacho para concentrar el pie de cristalización mediante evaporación al vacío, reduciendo parcialmente su contenido de agua. Este paso continúa hasta que el licor madre alcanza una sobresaturación de alrededor de $1,15 < SS < 1,20$ unidades [23].
3. Siembra o semillamiento: Una vez alcanzada la sobresaturación requerida, se procede con la siembra. Este proceso implica la introducción de semillas en el tacho. En la industria azucarera cubana se utiliza como semilla el Cristal 600, una mezcla de agua, alcohol y azúcar refinada finamente triturada que actuará como núcleos para inducir la formación y crecimiento de nuevos cristales [23].
4. Formación del grano: La formación de los granos o cristales constituye un momento crítico debido al diminuto tamaño de estos. Cualquier variación local en la sobresaturación podría resultar en la disolución de los cristales o en la nucleación espontánea. Después de la siembra, se procura mantener el proceso en un estado estable para propiciar el crecimiento de los cristales. Con este fin, se minimiza el flujo de vapor de calentamiento y se controla la sobresaturación mediante la adición de cantidades pequeñas de agua.

Estas condiciones se mantienen hasta que los cristales formados adquieren la definición y la solidez adecuadas, lo cual suele requerir de 15 a 30 minutos. El producto resultante en el tachó se conoce como pie de cristalización concentrado, y se espera que los cristales formados tengan un tamaño de 0,13 a 0,15 mm [23], [25].

5. Cocción: Una vez formado el grano, se restablecen las condiciones de evaporación. A medida que tiene lugar la evaporación del agua contenida en el licor madre, se alimenta miel A o B al tachó para controlar la sobresaturación y e incrementar el volumen. Este paso finaliza cuando la masa cocida (licor madre más cristales) alcanza el nivel final de operación en el tachó [15], [23].
6. Apretado: Este paso implica una concentración final de la masa cocida para los valores requeridos (89 – 91°Bx). El producto obtenido en esta primera etapa se denomina grano fino
7. Descarga: Se descarga el grano fino hacia el granero primario.

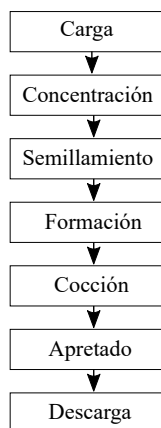


Figura 2.11: Pasos u operaciones básicas que se ejecutan durante la primera etapa de la cristalización.

2.3.2.2. Segunda Etapa: Fabricación del pie de masa cocida C

En las etapas dos y tres, el objetivo es promover el crecimiento de los cristales existentes mediante la migración de sacarosa disuelta en el licor madre hacia los cristales, lo que resulta en una reducción de la pureza de las masas [23]. Ambas etapas implican un menor número de pasos, como se ilustra en la Figura 2.12.



Figura 2.12: Pasos u operaciones básicas que se ejecutan durante la segunda y tercera etapa de la cristalización.

El grano fino obtenido en la primera etapa se divide en dos porciones (50 % cada una, Figura 2.10) que se utilizan como pie para esta etapa. Cada porción se procesa de manera idéntica, lo que resulta en un total de dos lotes procesados en esta etapa. Cada lote comienza cargando el tachó con la porción de grano fino correspondiente. Luego, se inicia el paso de cocción, durante el cual se aplica vapor de calentamiento a través de la calandria y se alimenta el tachó con miel B para mantener la tasa de evaporación y controlar la sobresaturación. Una vez alcanzado el volumen final, generalmente se lleva a cabo un paso de apretado para lograr la concentración requerida. El producto resultante se conoce como pie de masa cocida C y representa el doble del volumen del grano fino [23], [41].

2.3.2.3. Tercera etapa: Fabricación de la masa cocida C

El pie de masa cocida C se divide en cuatro porciones (25 % cada una, Figura 2.10) que se utilizan como base para la tercera etapa. Cada porción se procesa de manera idéntica, lo que resulta en un total de cuatro lotes

procesados en esta etapa. Cada lote comienza cargando el tacho con la porción correspondiente del pie de masa cocida. Luego, se procede con la cocción, aplicando vapor de calentamiento a través de la calandria y alimentando el tacho con miel B para mantener la tasa de evaporación y controlar la sobresaturación. Una vez alcanzado el volumen final, generalmente se lleva a cabo un paso de ajuste para lograr la concentración requerida. El producto obtenido se denomina masa cocida C y representa el doble del volumen del pie de masa cocida C, cuatro veces el volumen del grano fino y ocho veces el volumen del pie de cristalización, lo que equivale a un desarrollo volumétrico de ocho veces el pie de cristalización, $d_v = 8$ [23], [41].

La masa C se somete a centrifugación para separar los cristales de sacarosa del licor madre. Estos cristales se utilizan posteriormente como semillas para la producción del azúcar comercial A y B, mientras que la miel final puede emplearse como materia prima para la producción de alcohol o alimento animal. La cristalización C constituye la última etapa en la que se puede extraer sacarosa del licor madre, por lo tanto, su eficiencia es de gran interés [42]. La Tabla 2.4 muestra las especificaciones técnicas a obtener en cada masa cocida.

Tabla 2.4: Especificaciones técnicas a obtener en cada masa cocida [23].

Masa	Concent. (°Bx)	Pureza masa(%)	Caída pureza: masa-l. madre(°Bx)
Grano fino	86 – 88	71 – 74	10 – 12
Pie masa cocida C	89 – 91	65 – 68	10 – 12
Masa cocida C	93 – 96	60 – 65	20 – 25

2.4. Conclusiones del capítulo

En este capítulo se abordaron los subprocesos fundamentales que se llevan a cabo en un ingenio azucarero, incluyendo la preparación de la caña, molienda, clarificación, evaporación, cristalización y centrifugación. Cada uno de estos procesos es esencial para garantizar la eficiencia y calidad en la producción de azúcar.

Se dedicó especial atención a los fundamentos del proceso de cristalización. Se exploraron en detalle los aspectos teóricos de la cristalización, como los mecanismos de nucleación, crecimiento y aglomeración de los cristales. Además, se analizó el papel crucial de la sobresaturación en la cristalización, identificándola como una condición indispensable para la formación de cristales. Se discutieron las diferentes zonas que se pueden definir en función del grado de sobresaturación de las soluciones, destacando que la zona intermedia es la más adecuada para la operación del proceso.

El capítulo también incluye una descripción exhaustiva del proceso tecnológico de cristalización en la industria azucarera. Se examinó en profundidad la operación en tres etapas del proceso de cristalización, detallando las características y particularidades de cada una de estas etapas.

Este capítulo proporciona un marco conceptual para comprender el proceso de cristalización en la industria azucarera. La cristalización se toma como caso de estudio para la aplicación de técnicas de modelado, estimación y control que serán exploradas en los capítulos siguientes.

ANÁLISIS DE LAS PRINCIPALES VARIABLES DEL PROCESO DE CRISTALIZACIÓN Y DE LOS SENSORES INDUSTRIALES MÁS UTILIZADOS

3.1. Introducción

La cristalización es un proceso complejo que requiere una ejecución precisa, así como el monitoreo y control de múltiples variables. En el Capítulo 2, se discutió el papel crucial de la sobresaturación en este proceso. La Tabla 3.1 muestra otras variables significativas relacionadas con el magma/licor madre que pueden proporcionar información relevante para el monitoreo y control del proceso. Sin embargo, solo la temperatura, la concentración del licor madre y la concentración (o contenido de sólidos) del magma pueden medirse directamente [9].

Debido a las dificultades para obtener mediciones en línea de las principales variables del proceso, es común recurrir a otras variables medibles que tienen alguna correlación con estas variables principales para el monitoreo y control del proceso [12], [25]. La Tabla 3.2 detalla variables alternativas utilizadas y los instrumentos correspondientes. Sin embargo, las mediciones de estos instrumentos suelen verse afectadas por diversos parámetros, como el contenido de cristales, la viscosidad, el contenido de cenizas (desconocido) y la temperatura, entre otros. Estas influencias inevitablemente afectan la calidad de la información proporcionada por

Tabla 3.1: Variables significativas relacionadas con el magma/licor madre y su medición directa en la industria [43].

Variables del magma/licor madre	Medición directa
Sobresaturación del licor madre	No
Pureza del licor madre	No
Pureza del magma	No
DTC	No
Contenido de cristales	No
Masa de cristales	No
Concentración del licor madre	Sí
Concentración del magma	Sí
Temperatura del magma	Sí
Otras Variables	
Nivel del magma	Sí
Presión de Vacío Tacho	Sí
Flujo	Sí

los instrumentos [43]-[45].

En las secciones siguientes se analizan las principales variables del proceso y se revisan los principales instrumentos industriales utilizados en la cristalización del azúcar.

3.2. Principales variables del proceso

3.2.1. Sobresaturación del licor madre

La sobresaturación del licor madre es una condición necesaria para que ocurra la cristalización [28]. En la Sección 2.2.3, se discutió el papel fundamental de esta variable en el proceso. Para lograr una cristalización eficiente, es necesario que la sobresaturación opere en la zona intermedia de la curva de solubilidad ($1,15 < SS \leq SS_{cr}$), como se muestra en la Figura 2.8. La sobresaturación puede considerarse como la variable más importante en el proceso, y, por lo tanto, su monitoreo y control son de suma importancia en el contexto de la cristalización.[46].

Tabla 3.2: Instrumentos más utilizados, variables medidas, variables relaciones, y parámetros que influyen en la medición

Instrumento	Variable Medida	Var. Relac.	Parametros. gob. medición
1. Miden V. Eléctricas:			
1a) S. Conductividad	κ	SS	$f(B_{ml}, T_{mg}, cc, q_{n/s})$
1b) Sonda de RF:			
-Resistencia	R	B_{mg}	$f(B_{ml}, T_{mg}, cc, A)$
-Capacitancia	Cap	B_{ml}	$f(B_{ml}, T_{mg}, cc, A)$
2. Sonda consistencia	B_{mg}	SS, c	$f(\eta, cc)$
3. EPE	T_{mg}, T_{vp}	SS	$f(T_{mg}, cc, q_{n/s})$
4. Sensor microondas	B_{mg}	B_{mg}	$f(B_{ml}, cc)$
5. Refractómetro	B_{ml}	B_{ml}	$f(B_{ml})$
B_{ml}	Concentración licor madre	B_{mg}	Concentración magma
T_{mg}	Temperatura	κ	Conductividad
A	Contenido cenizas	$q_{n/s}$	Impurezas
cc	Contenidos cristales	Cap	Capacitancia
R	Resistencia	η	Viscosidad
SS	Sobresaturación	EPE	Elev. Punto Ebullición

3.2.2. Pureza del licor madre y pureza del magma

La pureza se define como la cantidad de sacarosa presente en cien partes de sólidos, expresada como un porcentaje. En este contexto, la pureza del licor madre (P_{ml}) indica el porcentaje de sacarosa disuelta en él, mientras que la pureza del magma (P_{mg}) refleja el porcentaje de sacarosa más cristales presentes en el magma.

Las bajas purezas en el licor madre indican que la mayor parte de la sacarosa disuelta en este se ha transferido a los cristales. Por otro lado, las altas purezas sugieren un alto contenido de sacarosa en el licor madre y cristales de baja calidad, lo que indica una menor eficiencia del proceso. En este sentido, las purezas proporcionan información fundamental sobre la eficiencia del proceso. Sin embargo, no es posible medir directamente ni la pureza del licor madre ni la pureza del magma, lo que requiere el muestreo de las masas y su análisis en laboratorio.

En la Tabla 2.4 se mostraron las especificaciones técnicas relacionadas con las purezas que deben cumplir cada masa cocida.

3.2.3. Distribución del tamaño de los cristales (DTC)

La producción de materiales sólidos cristalinos a granel genera una amplia variedad de formas y tamaños en la fase sólida resultante. Esta diversidad se puede caracterizar mediante la Distribución del Tamaño de Cristales (DTC). En el contexto de la industria azucarera, la DTC se refiere a la diversidad de tamaños de cristales presentes en una muestra de azúcar. Los principales parámetros de la DTC incluyen el tamaño medio del cristal (AM) y el coeficiente de variación de la distribución (CV).

La DTC es un parámetro crucial para evaluar la calidad del azúcar. Una DTC homogénea, caracterizada por un tamaño promedio adecuado y un bajo coeficiente de variación, indica cristales de sacarosa uniformes y de alta calidad. Esto facilita la centrifugación, previene pérdidas económicas y mejora la textura y el sabor del azúcar final. Por el contrario, una DTC amplia puede resultar en pérdidas económicas durante la centrifugación y afectar negativamente la textura, el sabor y la solubilidad del azúcar final. Muchos países productores establecen valores específicos para la DTC en sus regulaciones de calidad alimentaria [47], [48].

En la industria cubana, que se enfoca principalmente en la producción de azúcar crudo, se busca obtener un grano fino con un AM entre 0,164 – 0,21 mm y un CV entre 30 – 40 % [23]. La DTC no se mide directamente en línea, sino que generalmente se determina en el laboratorio mediante pruebas de tamizado.

3.2.4. Masa de cristales y contenido de cristales

El contenido de cristales (cc) representa la fracción de la masa de cristales (m_c) en la masa total (m_t):

$$cc = \frac{m_c}{m_t} \quad (3.1)$$

También puede expresarse como el porcentaje (%) de cristales presentes en la masa total:

$$cc(\%) = \frac{m_c}{m_t} \times 100 \quad (3.2)$$

Después de la siembra, se espera que los cristales de sacarosa crezcan, y este crecimiento se evalúa a través del aumento de la m_c y el cc . Se espera que al final de la cristalización el cc alcance aproximadamente entre 35 – 40 %. Ambas variables son importantes para determinar el rendimiento final del proceso, sin embargo, no pueden medirse directamente. Un enfoque alternativo implica obtener una medición indirecta de cc a partir de mediciones directas de la concentración del licor madre $B_{ml}^{\%}$ (°Bx) y del contenido de sólidos del magma $B_{mg}^{\%}$ (°Bx) [49]:

$$cc(\%) = \frac{B_{ml}^{\%} - B_{mg}^{\%}}{100 - B_{mg}^{\%}} \times 100 \quad (3.3)$$

3.2.5. Concentración del licor madre y concentración del magma

La concentración es una propiedad química que se refiere a la cantidad de una sustancia presente en relación con la cantidad total del sistema en el que está disuelta o presente. Se define como la cantidad de una sustancia presente en relación con el volumen o masa total del sistema. En la industria azucarera, términos como fracción másica, contenido de sólidos o concentración se utilizan para cuantificar la cantidad de sólidos en relación con la masa total. El grado brix (°Bx) es la unidad de concentración comúnmente utilizada en la industria azucarera y representa la cantidad de sólidos solubles presentes en una solución. La concentración constituye una variable crucial para entender y describir las composiciones del licor madre y el magma. Tanto la concentración del licor madre ($B_{ml}^{\%}$) como la concentración del magma ($B_{mg}^{\%}$) pueden medirse directamente utilizando refractómetros y sensores de microondas, respectivamente.

3.2.6. Temperatura

En el proceso de cristalización al vacío, la temperatura está directamente determinada por la presión de vacío bajo la cual opera el proceso y, en menor medida, por la composición de la solución. El vacío garantiza la evaporación a temperaturas inferiores a 100°C, un requisito crítico para evitar la descomposición térmica de la sacarosa y la formación de colorantes, que ocurre a temperaturas superiores a 80°C. El rango de temperatura de operación adecuado para el proceso es aproximadamente entre 60 – 75°C.

La medición de la temperatura resulta sencilla, gracias a la confiabilidad y precisión de los sensores de resistencia de platino (RTD-Pt100). La única complicación reside en la ubicación adecuada del sensor dentro del cristalizador. Estos sensores deben estar siempre cubiertos, evitando colocarlos demasiado por encima de la calandria, ya que no son efectivos para niveles bajos. Tampoco es recomendable situarlos cerca de la calandria para evitar la influencia del vapor de calentamiento. Debido a estas consideraciones, el punto óptimo para su colocación es en el centro del cristalizador, a la misma altura que la calandria.

3.2.7. Nivel

El volumen o nivel del magma es una de las variables más observadas dentro del proceso. Su evolución depende en gran medida de la estrategia de alimentación seguida por el operador del proceso (modo manual) o por el controlador (en el caso de automatización). La medición del nivel es necesaria para el monitoreo del proceso y para la implementación de un sistema de control automático. Afortunadamente, el nivel puede medirse fácilmente utilizando diferentes tipos de instrumentos industriales [15], [50].

3.3. **Análisis de los sensores industriales más utilizados**

Consciente de la necesidad de obtener datos sobre la sobresaturación, J.G. Ziegler, un pionero en la automatización de procesos y su aplicación en la cristalización de azúcar, desarrolló un dispositivo capaz de proporcionar estimaciones aproximadas de la sobresaturación. Este dispositivo funcionaba midiendo el aumento del punto de ebullición (EPE) del licor madre, el cual está relacionado con su concentración [51].

En la Tabla 3.1 se presentaron las principales variables del proceso. Tal como se discutió, la mayoría de estas no pueden medirse en línea. La Tabla 3.2 destaca las variables alternativas más utilizadas en el ámbito industrial, junto con los instrumentos de medición correspondientes. En esta sección, examinaremos brevemente los principales instrumentos y sus características.

3.3.1. **Sensores de sobresaturación**

Un aspecto que tiende a confundir en la literatura científica es la referencia a “sensores” de sobresaturación. Es común encontrar numerosas menciones de sensores de conductividad, consistencia, densidad o concentración, etc., como si fueran sensores de sobresaturación. Es esencial aclarar que, en su mayoría, estas afirmaciones son confusas o engañosas y pueden llevar a una interpretación errónea. Estos instrumentos no están diseñados para medir la sobresaturación, sino que miden otras variables que, por sí solas, no proporcionan información suficiente para determinar la sobresaturación con la precisión requerida [43].

Es importante entender que la sobresaturación no puede determinarse a partir de una sola medición, ya que es una función multivariable, y su cálculo se basa en varios factores, como la concentración del licor madre, la temperatura, la pureza y los parámetros de calidad del licor madre (consulte las Ecuaciones (5.40)-(5.43)). No existe un único sensor que pueda proporcionar una medición directa y precisa de la sobresaturación [10]. Por lo tanto, es crucial no confundir la medición de otras variables

con la inferencia de la sobresaturación a partir de ellas [12].

3.3.2. Sensores que miden parámetros eléctricos

Los parámetros eléctricos del magma y del licor madre que se pueden medir incluyen resistencia, conductancia y capacitancia. Entre los sensores más utilizados para medir estos parámetros se encuentran las sondas de conductividad y las sondas de radiofrecuencia [25]:

1. Sondas de Conductividad: La conductividad eléctrica (κ) es una propiedad natural de las sustancias que les permite conducir calor o electricidad. La aplicación del principio de conductividad eléctrica para monitorear el proceso de cristalización fue concebida y desarrollada originalmente por el Dr. P. Honig [11]. Las sondas de conductividad generalmente operan en el orden de unos pocos kHz [52], [53]. El valor de la conductividad está directamente relacionado con la presencia de iones inorgánicos o cenizas que forman parte de las impurezas presentes en la solución [25]. Se puede establecer una relación entre la conductividad (κ) y la viscosidad (η) de la masa [11]:

$$\kappa * \eta^{\iota} = const. \quad (3.4)$$

donde ι depende de las características de la miel madre: su pureza y la composición de no azúcares, por ejemplo.

La conductividad disminuye con un aumento en la sobresaturación o contenido de cristales, pero aumenta con la temperatura. Estos sensores funcionan mejor en la tercera etapa del proceso debido a los bajos niveles de pureza que aseguran una alta presencia de iones, pero son menos precisos en la primera etapa. Taylor enumeró algunas limitaciones de estos instrumentos, como la necesidad de calibración frecuente y la susceptibilidad a la contaminación [25], [52].

2. Sondas de Radiofrecuencia (RF): Se basan en la medición de una onda de radiofrecuencia (en el valor de los MHz) a través de la masa cocida dentro del tacho. Estas sondas generalmente proporcionan dos señales de salida: una asociada con la resistencia óhmica (o

conductividad) de la masa y la otra con la capacitancia eléctrica. Las señales de salida pueden correlacionarse con el contenido de sólidos de la masa y la concentración del licor madre, respectivamente. La influencia de la temperatura y la pureza en las mediciones debe ser compensada mediante una calibración cuidadosa. Este tipo de sensor se considera relativamente económico; sin embargo, ha sido en gran medida reemplazado por sondas de microondas debido a la falta de precisión en las mediciones [25], [52], [53].

Según Rosza [9], [43], cualquier parámetro eléctrico medido se ve significativamente influenciado por las variaciones en el contenido de cristales, cenizas (de composición desconocida) y temperatura. Por lo tanto, estos sensores no son adecuados para proporcionar información satisfactoria sobre la concentración de la fase líquida y, en consecuencia, la sobresaturación.

3.3.3. Sensores basados en microondas

Los dispositivos de microondas utilizados en la industria azucarera operan generalmente a una frecuencia de 2.5 GHz [54]. Estas sondas miden la atenuación y el cambio de fase de una señal de microondas al atravesar el magma, lo que proporciona una correlación entre el contenido de agua y la sustancia seca. Esto permite una medición precisa de la concentración y densidad del magma. La principal desventaja de estos sensores es su sensibilidad a las incrustaciones, lo que requiere una limpieza frecuente para evitar afectaciones en las mediciones [52].

Rozsa [43] señala que cualquier medición de densidad o contenido de sólidos, incluso si es lo suficientemente precisa, solo puede emplearse para determinar el punto de siembra. A medida que la masa de cristales aumenta, los datos de densidad o contenido de sólidos se vuelven menos precisos para obtener información sobre la sobresaturación del licor madre.

3.3.4. Sensores basados en viscosidad o consistencia

Estos sensores se basan en la medición del consumo de energía de un pequeño motor eléctrico que impulsa una hélice insertada en el evaporador al vacío, operando a una velocidad constante [55]. La viscosidad de la solución está estrechamente relacionada con su concentración, lo que motiva intentos de utilizar datos de viscosidad para obtener información sobre la sobresaturación. Sin embargo, la viscosidad también depende de la temperatura y del contenido de impurezas. Un aumento de 5°C reduce la viscosidad en un 50 %. Una viscosidad más alta indica una pureza más baja del licor madre, ya que ciertas impurezas contribuyen a la viscosidad. En resumen, el parámetro medido es una función multivariable que no proporciona una correlación precisa con la sobresaturación [43], [53].

3.3.5. Sensores basados en la elevación del punto de ebullición (EPE) de las soluciones

Este fue el primer sistema utilizado en la industria azucarera para la estimación de la sobresaturación. Se basa en la propiedad de las soluciones de elevar su punto de ebullición en función de la concentración de sólidos disueltos. El punto de ebullición de las soluciones de azúcar es más alto que el del agua pura a la misma presión. Esta elevación del punto de ebullición es proporcional a la concentración de la solución, lo que permite proporcionar una estimación en línea de la sobresaturación [23], [43].

La EPE se determina por la diferencia entre la temperatura del magma T_m y la temperatura del vapor del agua T_{vap} que se evapora de este:

$$EPE = T_m - T_{vap} \quad (3.5)$$

Esto significa que, si el vacío permanece inalterable, para cada densidad de la solución se tiene un valor dado de EPE que puede correlacionarse con la sobresaturación [23]. Sin embargo, la EPE no depende solo de la concentración del jarabe o licor madre, sino también de su pureza y de la composición de sus azúcares que son difíciles o incluso imposibles de compensar. Además, la EPE de las mieles de alta pureza es bastante pequeño, lo que hace que su medición precisa sea muy difícil. Debido a estas razones, los dispositivos para monitorear la sobresaturación basados en

la elevación del punto de ebullición no tiene gran utilización actualmente [43], [53].

3.3.6. Sensores basados en el índice de refracción de la solución

Los refractómetros operan basados en la Ley de Snell [56], que rige la refracción de la luz en medios con diferentes índices de refracción. Estos dispositivos miden los índices de refracción de las soluciones, los cuales varían según la concentración y la temperatura. Los primeros intentos de diseñar refractómetros de proceso para la medición en línea de la concentración comenzaron en la década de 1950. En la actualidad, los refractómetros son instrumentos robustos, con una buena precisión, inmunes a la presencia de cristales y burbujas de vapor, y cuentan con compensación de temperatura incorporada. Como resultado, el refractómetro de proceso se ha convertido en un equipo confiable ampliamente utilizado para la medición de la concentración del licor madre [43].

3.3.7. Sensores basados en reflectancia total atenuada (ATR)

Las sondas ATR se basan en la presencia de una onda evanescente en un medio ópticamente raro (la muestra) en contacto con un medio ópticamente más denso (el cristal) dentro del cual la radiación se propaga debido a la reflexión interna. Combinada con la espectroscopía de infrarrojos por transformada de Fourier (FTIR), la técnica ATR-FTIR permite la medición de la concentración de soluto en la suspensión sin ser perturbada por partículas sólidas. El uso de estas técnicas incluye procedimientos de calibración específicos para los sistemas en los que se aplican.

Desde un punto de vista industrial, surgen varias preocupaciones derivadas del uso de sondas ATR. Por ejemplo, cualquier condición de funcionamiento que permita una distribución no uniforme de la composición química en las cercanías del cristal, como la adhesión, la mezcla imperfecta o la incrustación de la sonda, puede conducir a mediciones inexactas. Además, debido a razones desconocidas, posiblemente debido

a esfuerzos mecánicos y/o térmicos, la corta vida útil de las sondas de inmersión ATR a veces es incompatible con aplicaciones industriales [57], [58]. La espectroscopía ATR-FTIR se utiliza principalmente en la cristalización por enfriamiento por lotes y no se emplea comúnmente en la industria azucarera.

3.3.8. Transmisor de semillamiento (SeedMaster Device)

Según el conocimiento del autor de esta tesis, los transmisores de la serie SeedMaster son los únicos instrumentos industriales que proporcionan información de sobresaturación en línea. La primera versión de este instrumento fue desarrollada en 1998 por la empresa finlandesa K-Patens Oy. Estos transmisores se desarrollaron a partir de los resultados de investigación sobre sobresaturación del Dr. Lajos Rozsa [59], quien en 2014 cofundó Zutura, una empresa que se convirtió en el distribuidor exclusivo de K-Patents. El modelo más reciente del instrumento, SeedMaster-4, fue introducido en 2021.

Los transmisores de la serie SeedMaster son sensores inferenciales, puesto que no miden directamente la sobresaturación, sino que la calculan. El software de estos instrumentos se basa en el uso de un conjunto de ecuaciones (modelo matemático, no se especifican las ecuaciones en el manual del instrumento) obtenidas a partir de datos de solubilidad colectados por Grut [60] y Vavrinecz [61]. Los SeedMaster requieren, como entrada, mediciones en línea de la concentración del licor madre, la temperatura del magma, y el contenido de sólidos o la densidad del magma. Además, se requiere conocer los valores de los parámetros de calidad del licor madre a , b y c , que deben determinarse en los laboratorios locales. Sin embargo, esto no siempre es posible, por lo que podrían utilizarse valores típicos para los parámetros de calidad del licor madre [62].

3.3.9. Evaluación del rendimiento de los sensores

Las preferencias por los sensores varían, y las experiencias reportadas con su uso son a menudo contradictorias. Umo [53] señala que no existe

un consenso sobre cuál sonda de medición es la más adecuada. Por su parte, Rozsa [43], [45] considera que esta diversidad de criterios se debe a los diferentes métodos de evaluación del desempeño de los sensores.

Radford [44] recomienda los sensores que miden las propiedades eléctricas del magma. Sin embargo, Rozsa [45] reconoce la utilidad de los resultados obtenidos por Radford, pero discrepa con sus conclusiones. Argumenta que la naturaleza multivariable de las propiedades eléctricas, junto con cambios no compensados en al menos algunas de ellas, genera una gran dispersión en los datos medidos.

Saska [63] considera que el método de EPE es simple y adecuado para obtener información sobre la sobresaturación. Sin embargo, tanto Umo [53] como Rozsa [43] señalan desventajas de este método y destacan que los sensores basados en el EPE son poco utilizados actualmente. Por su parte, Taylor y Getaz [52] también recomiendan sensores que miden las propiedades eléctricas del magma.

En un estudio citado por Rozsa [43], se evaluó el rendimiento de varios sensores, incluidas sondas de RF, sondas Ziegler (basadas en EPE) y un refractómetro. Al ajustar ecuaciones de regresión con los datos recopilados por estos instrumentos y relacionarlos con la sobresaturación obtenida experimentalmente, se determinó que la concentración del licor madre medida por el refractómetro (marca K-PATENTS) proporcionaba los resultados más precisos.

Rozsa [12] enfatiza que la sobresaturación es una función multivariable que depende de la concentración, temperatura y pureza del licor madre, así como de los parámetros de calidad asociados. Por lo tanto, la medición de una única variable es insuficiente para determinar con precisión la sobresaturación. De hecho, incluso si dos licores madre tienen idéntica concentración, pureza y temperatura, podrían presentar sobresaturaciones diferentes debido a las variaciones en los valores de los parámetros de calidad del licor madre en cada caso particular [46], [64].

En opinión del autor de esta tesis, aunque no existe un criterio unificado respecto al uso de instrumentos, los dispositivos de la serie SeedMaster parecen ser los más adecuados para monitorear la sobresaturación y, por ende, el proceso de cristalización. Estos instrumentos tienen en cuenta todas las variables que influyen en la sobresaturación y calculan otras

variables como la pureza del licor madre y el contenido de cristales. Una limitación de estos dispositivos es su dependencia de sensores externos, como el refractómetro de proceso, lo que aumenta los costos operativos.

3.4. Conclusiones del capítulo

En este capítulo, se estudiaron las principales variables involucradas en el proceso de cristalización de la sacarosa en la industria azucarera, y se revisaron los sensores disponibles a nivel industrial para su supervisión y control.

Se destacaron las dificultades inherentes a la medición en línea de la mayoría de las variables clave del proceso. Estas variables incluyen la sobresaturación, la pureza del licor madre, la pureza del magma, la concentración del licor madre, la DTC, la masa de cristales y el contenido de cristales. En particular, la sobresaturación desempeña un papel fundamental, ya que impulsa la formación y el desarrollo de los cristales de sacarosa. No obstante, no existe un método directo ni un único instrumento capaz de medir la sobresaturación de forma precisa. Esta magnitud solo puede ser calculada o inferida a partir de otras mediciones, teniendo en consideración todas las variables y parámetros involucrados que la condicionan.

Debido a la carencia de instrumentación adecuada, la supervisión y control del proceso de cristalización generalmente se realizan mediante variables alternativas que ofrecen cierta información sobre la sobresaturación y/o demás variables claves del proceso. Sin embargo, la salida de los sensores industriales utilizados para medir estas variables alternativas está condicionada por uno o más parámetros del magma, lo que afecta su precisión y limita su capacidad para proporcionar información confiable sobre la sobresaturación. Incluso en el caso de mediciones más fiables, como las realizadas por sensores de microondas y refractómetros, la medición de una sola variable no es suficiente para determinar la sobresaturación con la precisión y repetibilidad requeridas.

Las dificultades para medir en línea las principales variables del proceso, especialmente la sobresaturación, representa un desafío importante para el monitoreo y control de la cristalización. Tanto los operadores como

los sistemas automatizados rara vez supervisan estas variables en tiempo real. Esta situación resalta la necesidad de desarrollar nuevas tecnologías y enfoques para abordar esta limitación y mejorar la eficiencia del proceso de cristalización en la industria azucarera.

ESTADO DEL ARTE

4.1. Introducción

La literatura científica sobre la producción industrial de azúcar es extensa. Numerosos volúmenes proporcionan una descripción detallada de los aspectos técnicos, químicos y operativos de la industria azucarera. Entre los volúmenes más completos se encuentran los trabajos de Honig [11], Jenkins [21], Hugot [18], Chen y Chou [65], y Van der Pol [66]. Otros volúmenes tratan de manera específica el proceso de cristalización, entre los más relevantes se encuentran los trabajos de Tiller [67], Mullin [29], Myerson [35], Beckmann [68], etc.

Esta tesis doctoral se centra en tres temas de estudios que constituyen su núcleo fundamental de desarrollo: (i) el modelado de los procesos de cristalización; (ii) la estimación de variables no medibles; (iii) y la aplicación de estrategias de control avanzadas.

Estos temas han sido objeto de estudio durante muchos años por parte de ingenieros y científicos de todo el mundo. La amplia literatura científica existente, el aumento en las aplicaciones reportadas por la industria y la constante presencia de estos temas en congresos científicos de control automático en los últimos años respaldan su importancia y relevancia.

En este capítulo, se llevará a cabo una revisión del estado del arte

en relación con estos temas, proporcionando así una sólida base para el desarrollo posterior de esta tesis.

4.2. Modelado del proceso de cristalización

El modelado de los procesos de cristalización se remonta a varias décadas atrás [69]. A lo largo de los últimos años, se han desarrollado modelos cada vez más precisos. El desarrollo de los modelos abarca generalmente los siguientes aspectos [70]:

1. Balances de masa:
 - a) Agua, impurezas, cristales y sacarosa.
2. Balance de energía:
 - a) Temperatura.
3. Balance de población de cristales:
 - a) Los momentos de la DTC relacionados con el número, área, volumen y masa de los cristales.
 - b) Parámetros de la DTC: AM , CV .
4. Relaciones de equilibrio de fase:
 - a) Sobresaturación.
 - b) Solubilidad de a sacarosa.
5. Expresiones cinéticas:
 - a) Velocidad de nucleación.
 - b) Tasa de crecimiento de cristales.
 - c) Velocidad de aglomeración.
 - d) Cambios en la DTC.
6. Correlaciones para propiedades físicas:
 - a) Densidad.

b) Capacidad calorífica específica

c) Entalpía específica

d) Calor latente específico

7. Relaciones de transferencia de calor y masa.

4.2.1. Simplificaciones y suposiciones de modelado

El modelado del proceso generalmente implica las siguientes simplificaciones y suposiciones: (i) mezcla homogénea del magma en todo el volumen del tacho de vacío; (ii) temperatura uniforme; (iii) se desprecian los retrasos termodinámicos debido a la capacidad térmica unitaria; (iv) forma constante de los cristales durante la cristalización; (v) todo el vapor suministrado se condensa; (vi) la composición y concentración del jarabe de alimentación son constantes, sin presencia de cristales; (vii) no hay entrada ni salida de magma durante el lote; (viii) se desprecian los eventos de nacimiento y muerte de cristales en la solución; (ix) se asume que la tasa de crecimiento de los cristales es independiente de su tamaño, siguiendo la Ley de McCabe [30].

4.2.2. Balances de masa y energía

La aplicación de los balances de masa y energía conduce a cinco ecuaciones diferenciales ordinarias [6], [49]:

$$\frac{dm_w(t)}{dt} = \rho_f F_f(t) (1 - B_f) + \rho_w F_w(t) - \dot{m}_{vap}(t) \quad (4.1)$$

$$\frac{dm_i(t)}{dt} = \rho_f F_f(t) B_f (1 - P_f) \quad (4.2)$$

$$\frac{dm_c(t)}{dt} = J_c(t) \quad (4.3)$$

$$\frac{dm_s(t)}{dt} = \rho_f F_f(t) B_f P_f - J_c(t) \quad (4.4)$$

$$\frac{dT_{mg}(t)}{dt} = A_T J_c(t) + B_T F_f(t) + C_T \dot{m}_{vap}(t) + D_T \quad (4.5)$$

donde m_w es la masa de agua, m_i es la masa de impurezas, m_c es la masa de cristales, m_s es la masa de sacarosa disuelta, T_{mg} es la temperatura del magma, J_c es la velocidad de cristalización, F_f es el flujo volumétrico de alimentación, B_f es la concentración (fracción másica de sacarosa) de la alimentación, P_f es la pureza de la alimentación y ρ_f su densidad, F_w es el flujo volumétrico de agua de alimentación y ρ_w su densidad, $\dot{m}_{vap}$ es flujo másico de vapor emitido, A_T, B_T, C_T, D_T términos que dependen de las propiedades físicas de la solución [6].

Las principales no linealidades del proceso se encuentran incorporadas en la tasa de cristalización J_c , ecuación (4.3). La metodología más utilizada para estimar la J_c involucra la solución del balance poblacional de cristales [34], que debe resolverse en conjunto con los balances de masa y energía durante la solución del modelo.

4.2.3. Balance de poblacional de cristales

La densidad de población de cristales, n , se define como la relación entre el número de cristales, N , y su tamaño, L , en un volumen dado de solución, para un rango infinitesimal de L [34]:

$$n(L) = \lim_{L \rightarrow 0} \frac{\Delta N}{\Delta L} = \frac{dN}{dL} \quad (4.6)$$

El balance poblacional, despreciando los fenómenos de nacimiento y muerte de cristales, está dado por [34]:

$$\frac{\partial n(L)}{\partial t} + G \frac{\partial n(L)}{\partial L} - D_g \frac{\partial^2 n(L)}{\partial L^2} = 0 \quad (4.7)$$

donde G es la tasa de crecimiento lineal de los cristales y D_g es la dispersión de la tasa de crecimiento. Se asume que la tasa de crecimiento de los cristales es independiente del tamaño del cristal, Ley de McCabe, ecuación 2.3 [30].

La ecuación 4.7 no tiene una solución analítica simple. Para abordar este problema, comúnmente se recurre al método de los momentos, basado en la teoría desarrollada por Hulburt y Katz [71] y Randolph y Larson [34]. La solución del balance poblacional mediante este método genera

un conjunto de j ecuaciones diferenciales ordinarias que representan los momentos de la distribución del tamaño de los cristales:

$$\frac{d\mu_0(t)}{dt} = B_E^0 \quad (4.8)$$

$$\frac{d\mu_1(t)}{dt} = G\mu_0(t) + D_g \frac{B_E^0}{G} \quad (4.9)$$

$$\frac{d\mu_j(t)}{dt} = jG\mu_{j-1}(t) + j(j-1)D_g\mu_{j-2}(t) \quad (4.10)$$

donde B_E^0 es la velocidad de nucleación, con $n(0) = B_E^0/G$. La tasa de cristalización J_c se obtiene a partir del tercer momento de la distribución:

$$J_c(t) = \rho_c k_v \frac{d\mu_3(t)}{dt} \quad (4.11)$$

donde k_v representa es el factor de forma del cristal y ρ_c es la densidad de los cristales. Los parámetros principales de la DTC, el tamaño medio AM y el coeficiente de variación CV , se obtiene a partir de los momentos de la distribución:

$$AM = \frac{\mu_4}{\mu_3} \quad (4.12)$$

$$CV = \sqrt{\frac{\mu_3\mu_5}{\mu_4^2}} - 1 \times 100 \quad (4.13)$$

Además, los modelos del proceso de cristalización suelen incorporar relaciones de equilibrio de fase, expresiones cinéticas y correlaciones para describir las propiedades físicas de las sustancias, así como relaciones de transferencia de calor y masa necesarias para completar la descripción del proceso.

Este enfoque, basado en los balances de material, energía y población de cristales (Ecuaciones (4.1)-(4.5), (4.8)-(4.10), ha sido ampliamente utilizado en la literatura científica, con algunas adaptaciones, para abordar el modelado de la primera etapa de la cristalización en la industria azucarera.

4.2.4. Modelado de la tercera etapa

El modelado de la tercera etapa de la cristalización (ver Sección 2.3.2) ha sido menos explorado en la literatura científica. Hasta donde el autor

de esta tesis conoce, existen pocas investigaciones centradas en esta etapa final del proceso. Según Damour y colaboradores [72], [73], los métodos tradicionales basados en balances de masa, energía y población son efectivos para modelar la primera etapa de cristalización, en la que se utilizan soluciones de sacarosa de alta pureza (ver Tablas 2.2 y 2.4). En dicha etapa, es esencial describir la Distribución del Tamaño de Cristales (DTC) en términos de forma y tamaño, como parámetros de calidad del proceso [72].

Sin embargo, en la tercera etapa del proceso se emplean soluciones de sacarosa con bajos niveles de purezas. La presencia significativa de impurezas dificulta la identificación de los parámetros convencionales del balance poblacional y, por lo tanto, el uso de las ecuaciones de momentos de la distribución. Esto complica adaptar los modelos dedicados a la primera etapa del proceso al modelado de la última etapa. Además, las técnicas de monitoreo y control basadas en la DTC no resultarían adecuadas para la tercera etapa del proceso [72]. Adicionalmente, en la tercera etapa se utiliza la masa de cristales m_c , como variable de calidad del proceso, midiéndose por su incremento adecuado durante el procesamiento del lote [72], [74].

En consecuencia, Damour y sus colaboradores [13], [72]-[76] proponen un modelo simplificado para la tercera etapa de cristalización (cristalización C), basado en balances de masa y energía, y evitando la solución del balance poblacional. En este enfoque, la tasa de cristalización J_c se calcula mediante la siguiente expresión:

$$J_c(t) = cc(t) (\rho_f F_f(t) - \dot{m}_{vap}(t)) + \alpha_c \quad (4.14)$$

donde cc representa el contenido de cristales y α_c es un parámetro que debe ajustarse en función de la cinética de crecimiento de los cristales.

La simplificación propuesta se basa en la premisa de que la tasa de cristalización puede ser descrita adecuadamente mediante la ecuación anterior, utilizando balances de masa y energía, sin necesidad de seguir en detalle los cambios de los momentos y los aspectos complejos de la distribución del tamaño de cristales.

Por su parte, Consuegra [77], [78] propone un enfoque similar para el modelado de la cristalización C, considerando los cristales de sacarosa

como esféricos y de tamaño uniforme. En este contexto, se calcula J_c utilizando la siguiente expresión:

$$\frac{dm_c(t)}{dt} = J_c(t) = \frac{\pi}{2} N \rho_c D(t)^2 \frac{dD(t)}{dt} \quad (4.15)$$

donde N es el número de cristales en la masa, ρ_c es la densidad de los cristales, y D es el diámetro de los cristales, que se obtiene resolviendo la ecuación:

$$\frac{dD(t)}{dt} = 0,011(SS - 1)/(e^{-1,75q_{ns/w}}) \quad (4.16)$$

Este enfoque asume que la velocidad de crecimiento de los cristales dD/dt a temperatura constante está influenciada por la sobresaturación y la proporción de impurezas y agua:

$$q_{ns/w} = \frac{m_i(t)}{m_w(t)} \quad (4.17)$$

Dado que esta tesis se centra en la cristalización C, se toma como punto de partida la estructura básica del modelo simplificado propuesto por Damour y colaboradores [73]. El modelado del proceso se estudia en detalle en el Capítulo 5.

4.2.5. Resumen de propuestas de modelado

En uno de los primeros estudios sobre control de cristalización, Frew [40] propuso un modelo matemático basado en balances de masa y población. En este modelo, se asumió que la temperatura del proceso permanece constante cuando se opera bajo un vacío constante. El autor consideró cinco componentes en el vector de estado: la masa de agua, la masa de impurezas, la masa de sacarosa, la masa de cristales y el radio equivalente de los cristales. El estudio enfatizó la importancia de medir la sobresaturación del licor madre, la masa de cristales, la pureza del licor madre y determinar los límites de nucleación.

Wright [70] propuso un modelo basado en los balances de materia, energía y población para predecir la masa de cristales y la DTC. El modelo

también incorporaba la sobresaturación del licor madre como una de sus variables de salida.

Feyo de Azevedo y colaboradores [79], [80] propusieron un modelo basado en balances de masa, energía, población y las correspondientes expresiones cinéticas para describir el proceso de cristalización del azúcar refino. Para describir la DTC, se utilizaron los primeros cinco momentos de la distribución.

Georgieva y sus colaboradores [6] proponen un modelo híbrido basado en conocimientos (KBH, por sus siglas en inglés) para la cristalización del azúcar refino. Los autores argumentaron que, si bien los modelos basados en primeros principios generalmente describen bien el proceso de cristalización, enfrentan desafíos para predecir la DTC debido a dificultades para expresar con precisión las tasas de nucleación y crecimiento de los cristales, especialmente el fenómeno complejo de aglomeración en el balance de población. El modelo híbrido propuesto aborda estas limitaciones al combinar un modelo basado en los balances generales de masa, energía y población con una red neuronal artificial (RNA) que describe la tasa de crecimiento, la cinética de nucleación y los fenómenos de aglomeración. De acuerdo a los autores, el modelo híbrido propuesto muestra un mejor desempeño que modelo tradicional basado en primeros principios.

Meng y sus colegas [14] adoptan un enfoque híbrido que combina un modelo basado en los balances generales de masa, energía y población con un modelo basado en la técnica de Regresión de Vectores de Soporte Gemelos (RVSG). Estos modelos se combinan en serie. La sobresaturación y la pureza del licor madre se estiman a través del modelo basado en RVSG. Junto con las mediciones de la temperatura y el volumen de la masa, estas estimaciones se utilizan como entradas para el modelo basado en primeros principios a fin de predecir tanto la masa de los cristales como los parámetros de la DTC.

Damour y sus colaboradores [73] proponen un soft-sensor basado en modelo para mejorar la supervisión de la cristalización C en la industria azucarera. Este soft-sensor se basó en un modelo simplificado diseñado para la última etapa de la cristalización, evitando la necesidad de resolver el balance de población. Además, se utilizó la ecuación (4.14) como variante

para calcular la tasa de cristalización J_c .

Otros modelos propuestos se centran en la modelización de variables específicas. Por ejemplo, Rozsa [46] desarrolló un modelo matemático que calcula la sobresaturación utilizando la pureza del licor madre, la temperatura, la concentración y la ecuación de saturación de Wiklund-Vavrinecz. Los resultados de este estudio se presentaron en forma gráfica

Laurent y Gatina [81] modelaron la tasa de crecimiento de los cristales de sacarosa según dos enfoques. El primer enfoque es clásico y consiste en determinar los parámetros de las expresiones empíricas de la tasa de crecimiento mediante el uso de una técnica de optimización de programación no lineal. El segundo es una estrategia de modelado que combina una RNA como aproximador de la tasa de crecimiento con el balance de masa de los cristales de sacarosa. Los resultados mostraron que el primer tipo de modelo realiza un ajuste local, mientras que el segundo ofrece una mayor flexibilidad.

Umo y Alabi [82], [83] presentaron modelos de regresión que permiten predecir explícitamente la sobresaturación en función de variables que pueden medirse en línea. En [82], el modelo se limita a la situación previa a la siembra, mientras que en [83] se enfoca en el periodo posterior a la siembra. Los autores reportaron un error relativo máximo de 4,7 %.

Otros estudios se centran en modelar la integración de la cristalización con otros procesos, como la evaporación [8], [84].

La literatura sobre el modelado es amplia y diversa. En la Tabla 4.1 se presenta un resumen de trabajos significativos que ilustran las principales metodologías utilizadas. Se incluyen trabajos centrados en el modelado del proceso de cristalización, así como el modelado de variables específicas y la integración de la cristalización con otros procesos, como por ejemplo la evaporación.

4.3. Monitoreo y control del proceso

Las dificultades para medir en línea la sobresaturación y otras variables clave del proceso han generado diversas propuestas alternativas para

Tabla 4.1: Resumen de trabajos dedicados al modelado de la cristalización en la industria azucarera.

Autor	Metodología	Cálculo. de J_c
[49], [69], [79], [80], [85]-[92]	MEP	MoEq
[70], [93]	MEP	MoEq ²
[40]	MP	MoEq ³
[94]	MP	MoEq
[15], [95], [96]	MEP ¹	MoEq ⁴
[6], [14], [97], [98]	MEP ¹ -KBH	MoEq ⁴
3rd Stage		
[13], [41], [72]-[76], [99]	ME	Eq ⁵
[77], [78]	ME	Eq ⁶
Modelado de otras variables		Variables
[12], [46], [82], [83], [100], [101]	BM	SS, G, AM
[81]	KBH	G
Mod. integración		
[8], [84]	MEP	
<hr/>		
Balances:	Cálculo J_c , a partir de:	
MEP: Masa, energía y población	MoEq: Ecuaciones de momentos	
MP: Masa y población	Eq: Ecuaciones alternativas	
ME: Masa y energía		
BM: Basado en Modelo	KHB: Modelado híbrido	
¹ : El balance de población se expresa en coordenadas de volumen y considera la nucleación, crecimiento y aglomeración de cristales.		
² : J_c se calcula a partir del número y densidad de los cristales (N , ρ_c) y del tercer momento de la distribución μ_3 .		
³ : J_c se calcula a partir de N , ρ_c , μ_3 y del radio los cristales r .		
⁴ : Tomando la nota ¹ , J_c se calcula a partir de ρ_c y los primeros momentos de la distribución.		
⁵ : J_c se calcula a partir del contenido de cristales cc (Ecuación (4.14)).		
⁶ : J_c se calcula a partir de N , ρ_c , D , y dD/dt , (Ecuación (4.15)).		

monitorear y controlar el proceso de cristalización [99]. En las siguientes secciones se examinan las principales propuestas y variantes utilizadas para estos fines.

4.3.1. Prácticas industriales más comunes

El uso de una u otra alternativa a nivel industrial depende en gran medida del nivel de automatización implementado en cada planta de procesamiento de azúcar. En las plantas europeas, típicamente se implementan los niveles cero al dos de la pirámide de automatización, que comprenden la instrumentación de campo, el control básico y el nivel de supervisión, respectivamente [102]. Sin embargo, en muchas plantas azucareras latinoamericanas, la automatización sigue siendo un desafío pendiente a pesar del amplio reconocimiento de su importancia [2]. En los ingenios con instrumentación limitada, el control del proceso aún depende en gran medida de la experiencia de los operadores. Incluso hoy en día, muchos sistemas de control replican los métodos heurísticos utilizados por los operadores [10].

En el Capítulo 3, se estudiaron las variables más importantes del proceso. Como se discutió, la dificultad para obtener mediciones en línea ha llevado al uso de otras variables e instrumentos alternativos, con resultados diversos.

Una alternativa comúnmente empleada para el monitoreo y control del proceso implica el uso de sensores de microondas, sondas de conductividad o refractómetros, junto con tablas y gráficos de solubilidad que, a menudo, están desactualizados. Sin embargo, este enfoque suele ser más un proceso de prueba y error que un control en tiempo real del proceso [12].

Por ejemplo, el punto de siembra suele determinarse a partir de valores de pureza obtenidos en el laboratorio, y mediciones de vacío y concentración del licor madre. El valor de sobresaturación correspondiente se obtiene utilizando estas mediciones y consultando, por ejemplo, la Tabla 4.2 [23]. Sin embargo, este método es impracticable para el resto del proceso, ya que, después de la siembra, la pureza del licor madre no permanece constante y, como se discutió anteriormente, no puede medirse en línea [12].

Una práctica común después de la siembra es implementar la curva de ebullición, ilustrada en la Figura 4.1. Esta curva establece una relación entre la concentración deseada ($^{\circ}\text{Bx}$) y el nivel (%) de la masa en el tacho, y sirve como un modelo de referencia para la evolución del proceso. Por lo

Tabla 4.2: Concentración para diferentes niveles de sobresaturación en soluciones de 80 % de pureza [23].

Vacío (inHg)	Concentración (°Bx)			
26	77,0	88,0	81,0	82,0
25	78,0	81,0	82,0	83,0
24	79,0	82,0	83,0	84,0
	1,10	1,20	1,30	1,40
	Sobresaturación			

general, se utilizan controladores PID independientes para ajustar tanto el flujo de vapor de calefacción como el flujo de alimentación al tachó, y garantizar que la concentración siga la curva de ebullición deseada [8], [88].

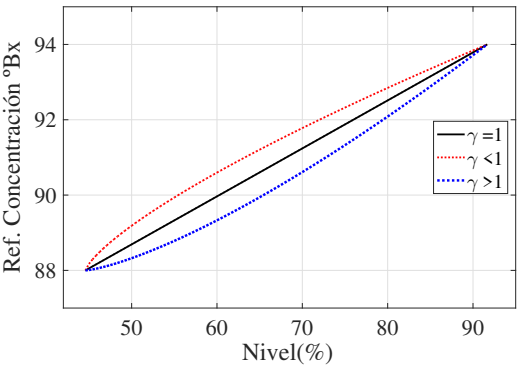


Figura 4.1: Curva de ebullición.

Otra estrategia empleada, especialmente en la cristalización C, es utilizar la conductividad eléctrica de la masa (κ) como indicador de la supersaturación. La κ se utiliza como variable controlada y sigue un perfil

lineal decreciente mediante un controlador PID. Sin embargo, investigaciones experimentales han señalado las deficiencias de esta estrategia de control, incluso si κ sigue el punto de ajuste deseado [42], [73].

4.3.2. Estimadores (Soft-sensors)

El monitoreo de los procesos de cristalización se ha abordado mediante el diseño de estimadores, también conocidos como sensores virtuales, sensores blandos, etc. Los estimadores son modelos inferenciales que utilizan variables medibles para estimar variables que son difíciles de medir debido a limitaciones tecnológicas, retrasos en la medición o altos costos de inversión [103], [104].

Los estimadores constituyen herramientas informáticas que ofrecen una alternativa económica a los sensores físicos para el monitoreo de los procesos industriales [103], [104]. Un estudio significativo sobre el uso de sensores virtuales en la industria de procesos fue presentado por Kadlec y colaboradores [104].

A nivel general, se pueden distinguir dos tipos de estimadores: basados en modelos (EBM), y basados en datos (EBD). Los primeros se basan en las ecuaciones que describen los principios químicos y físicos subyacentes. Los EBD se fundamentan en observaciones empíricas del proceso. Existen muchas combinaciones posibles de estos dos enfoques, comúnmente llamados híbridos (EH)[104].

Los EBM se han aplicado ampliamente en la industria de procesos [105]-[107], siendo populares como soporte para el control inferencial [108]. Una herramienta ampliamente utilizada en estos estimadores son los distintos algoritmos de la familia de los filtros de Kalman [109].

Los EBD y los EH han ganado auge en las últimas décadas y se han aplicado ampliamente en los más diversos procesos industriales [110]-[113]. En la actualidad, los métodos de modelado de EBD más utilizados se pueden dividir en dos categorías, a saber, métodos estadísticos multivariados (MEM) y métodos de aprendizaje automático (MEA) [114]. Los MEM incluyen principalmente mínimos cuadrados parciales (MCP) [115] y análisis de componentes principales (ACP) [116]; los MEA incluyen prin-

principalmente máquinas de soporte vectorial (MSV) [117] y redes neuronales artificiales (RNA) [118].

La aplicación más común de los sensores virtuales es la predicción de valores que no pueden medirse en línea utilizando mediciones automatizadas.

Además de predecir variables difíciles de medir, los estimadores tienen otras aplicaciones y funciones en la industria:

1. Supervisión del proceso y detección de fallas de operación: Los sistemas basados en estimadores pueden entrenarse para describir y analizar el estado operativo normal o para reconocer posibles fallos del proceso. Comúnmente, las técnicas de supervisión del proceso se basan en técnicas estadísticas multivariantes como APC [104].
2. Detección y prevención de fallas en sensores físicos: Los soft-sensors pueden extraer características difíciles de medir y ayudar en la detección de situaciones anormales al comparar la señal medida con la salida del estimador, identificando un mal funcionamiento [104], [119].
3. Captura de conocimiento oculto en los datos, lo que contribuye a mejorar la productividad y eficiencia en entornos industriales [119].
4. Derivación de mejores condiciones de operación que pueden mejorar la calidad del producto: Los soft-sensors pueden capturar las variaciones en las condiciones de operación mediante la construcción de un modelo a partir de los datos de operación y luego analizar la causa de la calidad inferior, seleccionar variables manipuladas y optimizar las condiciones de operación [119].

4.3.2.1. Resumen de las aplicaciones de los estimadores

Nagy y sus colaboradores [120] ofrecen una revisión de los avances en el modelado, monitoreo, y control de la cristalización por enfriamiento, empleada comúnmente en la industria farmacéutica. En este ámbito, se ha

registrado una amplia gama de aplicaciones destinadas principalmente a la adquisición de información sobre DTC de la fase sólida [118], [121]-[124].

Esta tesis se enfoca en la cristalización por evaporación al vacío, un proceso fundamental en la industria azucarera. Las aplicaciones reportadas son diversas y se concentran principalmente en la primera etapa del proceso, haciendo especial hincapié en la obtención de la DTC. Esto se evidencia en las numerosas publicaciones científicas de las últimas décadas, así como en las referencias citadas en ellas. Por el contrario, un menor número de investigaciones se enfocan en la tercera etapa del proceso. En la Tabla 4.3 se presenta un resumen de los trabajos reportados. A continuación, se analizan algunas propuestas significativas.

Devogelaere y colaboradores [128] utilizaron una RNA para modelar la conductividad eléctrica del licor madre (κ) como un indicador indirecto de la sobresaturación del licor madre. Las entradas a la red fueron la concentración y la pureza del licor madre, el nivel de magma y la temperatura. Los autores informaron un error del 2,7 % en la estimación de la κ .

Meng y colaboradores [140] propusieron un EBD utilizando el método de mínimos cuadrados parciales con función de núcleo (KMCP) para estimar la sobresaturación del licor madre. Este sensor virtual utilizó cinco variables externas como entradas: la concentración del licor madre, la temperatura, el vacío, la presión del vapor de calentamiento y el flujo de alimentación, con la sobresaturación como salida. El error relativo máximo reportado fue de aproximadamente el 2,91 %.

En una investigación posterior [14], los autores fusionaron el estimador mencionado previamente con un modelo simplificado del proceso, basado en los balances de masa, energía y población. El objetivo de esta propuesta fue estimar el contenido de cristales y los parámetros de la DTC.

Meng y colaboradores [98] proponen un EBD para estimar la pureza y la sobresaturación del licor madre. Este estimador utilizó siete variables medibles como entradas: el vacío, la temperatura, el nivel del magma, la presión del vapor, la temperatura del vapor, el flujo de alimentación y la concentración del magma. El EBD se basó en el método de regresión vectorial de soporte gemelo (RVSG). Los autores informaron un error porcentual absoluto medio del 1,54 % en la estimación de la sobresaturación.

Tabla 4.3: Resumen de estimadores utilizados.

Autor	Enfoque-Técnica	Variables Estimadas
[125]	EBM	PC
[126]	EBM	DTC
[9]	EBM	DTC, SS , P_{ml}
[127]	EBM	DTC, cc , P_{ml} , SS
[128]	EBD-RNA	κ
[129]	EBD-ACP(DL,VM)	B_{ml} , T_{mg} , SS
[130], [131]	EBD-AI,FL	DTC
[132]	EBD-RNA	SS
[133]	EBD-AI,RNA	DTC
[134]	EBD-ASTME	DTC
[135]-[137]	EH-RNA	DTC
[14], [98], [138], [139]	EH-RVSG,MCP	SS , m_c , B_{ml}
[140]-[142]	EH-RVSG,KMCP	DTC, SS , m_c , B_{ml}
3ra Etapa		
[42], [143]	EBD-RNA	P_{ml} , cc
[13], [73], [74], [76]	EBM	m_c , P_{ml} , cc
[41], [99], [144]	EBM	SS , P_{ml}

EBD: Estimador basado datos EH: Estimador Hibrido
EBM: Estimador basado modelo FL: Logica Fuzzy
RNA: Red Neuronal Artificial AI: Análisis Imagen
ACPDL: ACP dinámico por lotes ACPVM: ACP de ventana movil
ASTME: Análisis de series temporales en múltiples escalas
(K)MCP: (Kernel) Mínimos cuadrados parciales
ACP: Análisis componentes principales
RVSG: Regresión Vectorial de Soporte Gemelo

Grondin y colaboradores [42], [143] proponen monitorear la cristalización C utilizando el contenido de cristales cc y la pureza del licor madre P_{ml} . El cc se estimó a partir de mediciones simultáneas de la concentración del licor madre y la concentración del magma. La P_{ml} se estimó utilizando una RNA que utilizó como entradas la temperatura, la concentración del licor madre, el vacío y el flujo de alimentación. Los pesos de la RNA se ajustaron utilizando un algoritmo Recursivo de Predicción del

Error (RPE) [145].

Damour y sus colaboradores [73] diseñaron un EBM para mejorar el monitoreo de la cristalización de tipo C. El estimador se basó en un modelo dedicado a la última etapa de la cristalización, evitando la resolución del balance de población. Las variables estimadas fueron la masa de cristales, m_c , la pureza del licor madre P_{ml} y la solubilidad de la solución. El estimador fue validado utilizando datos reales de procesos. El error relativo en la estimación de la m_c fue inferior al 4 %.

Rozsa [9] revisó las prácticas comunes para monitorear y controlar la cristalización en tachos de vacío, destacando las dificultades para obtener mediciones en línea de la sobresaturación. Esto se debe a la ausencia de un instrumento único capaz de proporcionar datos en línea sobre la sobresaturación. En su artículo, se presentan propuestas para el monitoreo y control del proceso, basadas en el uso de un refractómetro de proceso y el dispositivo SeedMaster, el único estimador industrial de sobresaturación.

4.3.2.2. Análisis de error en el diseño de estimadores

Los instrumentos industriales proporcionan información sobre su precisión. Por ejemplo, la norma IEC 60751:2008 [146] establece que la precisión o tolerancia de un termómetro de resistencia RTD-PT100, utilizado para la medición de temperatura, se define como $Tol(^{\circ}C) = \pm(0,3 + 0,005T)$. Al utilizar este instrumento para medir una temperatura T_r , obtenemos una medición T_o dada por $T_o(^{\circ}C) = T_r \pm (0,3 + 0,005T_r)$.

Es razonable esperar que cualquier estimador o sensor virtual propuesto proporcione información similar para evaluar su aplicación potencial en entornos industriales reales. Sin embargo, pocos estudios reportan los errores de los estimadores diseñados en forma útil, similar a un sensor industrial, véase, por ejemplo [99].

En la mayoría de las investigaciones propuestas en la industria azucarera, se informan errores relativos, porcentajes o el Error Cuadrático Medio (ECM) en un conjunto de datos específicos. Estas métricas sirven como indicadores de rendimiento para los estimadores y son útiles para evaluar el rendimiento del estimador con los datos utilizados. Sin em-

bargo, no establecen límites de error teóricos o generales para todos los conjuntos de datos posibles en un contexto más amplio, o por lo menos, para los conjuntos de datos de operación del proceso.

Los límites de error se refieren a los límites o intervalos dentro de los cuales se espera que caiga el error de estimación en un contexto más amplio o teórico. Estos límites a menudo se derivan de la teoría estadística y proporcionan una idea de la precisión esperada de las estimaciones en general, en lugar de en un conjunto de datos particular.

En lo que respecta a las variables involucradas en la cristalización, en el caso de los estimadores de sobresaturación, esta información se vuelve extremadamente importante. Por ejemplo, si consideramos que la sobresaturación debe operar en la zona intermedia, entre aproximadamente 1,10 y 1,35 unidades, esto corresponde a un rango de operación de 0,25 unidades. Por lo tanto, un error de $\pm 0,125$ unidades en la estimación de la sobresaturación prácticamente cubriría todo el rango de operación, véase la Figura 4.2. Esta situación es especialmente crítica cuando el sistema de control debe mantener la sobresaturación cerca pero por debajo del límite superior [147].

Por lo tanto, determinar los límites de error se convierte en un aspecto fundamental en el diseño de cualquier estimador, especialmente en el caso de la sobresaturación. En el contexto industrial, el uso de un sensor que no proporcione información mínima sobre sus límites de error o precisión sería poco confiable.

4.3.3. Resumen de estrategias de control propuestas

La mayoría de las estrategias de control propuestas en la literatura se basan en enfoques de Control Predictivo basado en Modelo No Lineal (CPBMN), en gran parte debido al éxito de esta técnica en la industria de procesos. Estas estrategias tienen como objetivo principal controlar variables clave en el proceso, incluyendo el tamaño promedio de los cristales, la sobresaturación, la pureza, la concentración, la masa de cristal y el contenido de cristales [13], [41], [72], [95], [127], [148]-[151]. También se han desarrollado enfoques innovadores que combinan técnicas de CPBMN con modelos híbridos y redes neuronales [152]-[156].

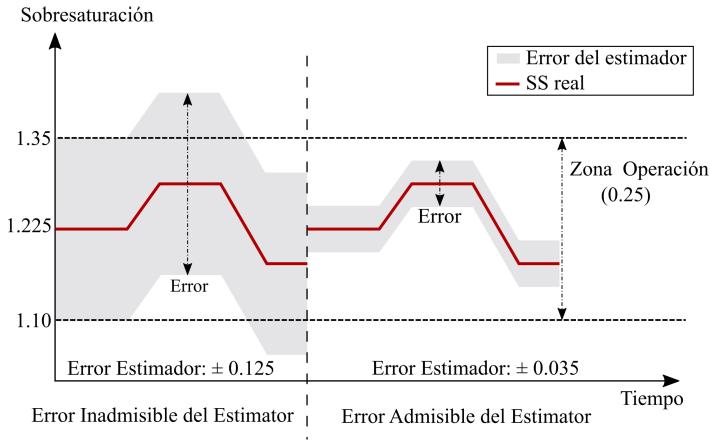


Figura 4.2: Errores en los estimadores de sobresaturación: al considerar un rango operativo de 0,25 unidades, un error de $\pm 0,1225$ abarca toda la zona de operación; en contraste, un error de $\pm 0,035$ es considerablemente más pequeño que la zona de operación.

Por otro lado, algunas propuestas se centran en el control jerárquico y la optimización del proceso, considerando la operación conjunta de las secciones de evaporación y cristalización. Estos enfoques tienen como objetivo mejorar la eficiencia económica y operativa de las plantas de azúcar al maximizar la producción y reducir el consumo de energía [91], [92], [157]-[159].

4.4. Conclusiones del capítulo

En este capítulo se examinaron las principales propuestas relacionadas con el modelado, monitoreo y control de la cristalización en la industria azucarera. A continuación se resumen los hallazgos más destacados.

El modelado del proceso de cristalización en la industria azucarera está bien establecido y generalmente se basa en los balances de masa, energía y población de cristales. La solución de estos balances conduce a un conjunto de nueve ecuaciones diferenciales ordinarias. Específica-

mente, el balance poblacional no tiene una solución analítica sencilla, por lo que se suele recurrir al método de los momentos para abordar esta complejidad. La solución del balance poblacional permite determinar la tasa de cristalización J_c y los parámetros de la DTC. Este enfoque se aplica principalmente en la primera etapa del proceso, que opera con soluciones de mayor pureza.

Sin embargo, la tercera etapa del proceso opera con soluciones de baja pureza, lo que dificulta el uso de las ecuaciones de momento para calcular J_c . Para abordar esta problemática, se han propuesto modelos simplificados basados en los balances de masa y energía, evitando la solución del balance poblacional y utilizando ecuaciones alternativas para determinar J_c .

En cuanto a la supervisión y control del proceso en entornos industriales, se suele recurrir al uso de variables alternativas que proporcionan cierta información sobre la sobresaturación y otras variables clave relacionadas con el licor madre. Sin embargo, estas alternativas resultan poco eficaces, lo que ha dado lugar a diversas propuestas de estimadores enfocados en obtener información en línea de las principales variables del proceso. La mayoría de estas propuestas se enfocan en la primera etapa del proceso, con pocas aplicaciones dirigidas a la tercera etapa. Una deficiencia notable en la literatura es el cálculo inadecuado de las cotas de error de los estimadores propuestos, especialmente en lo que respecta a la sobresaturación, que debe mantenerse dentro de una zona de operación específica. Un estimador con un error que abarque gran parte de la zona de operación no podría utilizarse en un proceso real.

Respecto a las estrategias de control, la mayoría de las propuestas se basan en el CPBMN, una herramienta ampliamente utilizada en la industria de procesos químicos, y que en el contexto de la cristalización aparece como una opción con gran potencial para mejorar la eficiencia y rendimiento del proceso.

MODELOS MATEMÁTICOS DE CRISTALIZACIÓN C Y SOBRESATURACIÓN

5.1. Introducción

En la industria, realizar ensayos continuos en un proceso real presenta desafíos significativos. Por lo tanto, contar con una representación o modelo que permita inferir el comportamiento del proceso en diversas situaciones se convierte en una herramienta invaluable. Los modelos matemáticos son la representación más utilizada en ingeniería para llevar a cabo el análisis teórico de procesos industriales. Diversas herramientas y software, como MATLAB®, Python, entre otros, están disponibles para la solución y análisis de estos modelos.

Los modelos matemáticos se clasifican en tres categorías fundamentales según el origen de su estructura matemática: i) Modelos de caja blanca, fundamentados en principios físicos; ii) Modelos de caja negra, en su mayoría empíricos; y iii) Modelos de caja gris, que combinan elementos de los anteriores. Dentro de esta última categoría, se encuentran dos subcategorías según el origen de su estructura: iii-a) Modelos semifísicos basados en primeros principios y iii-b) Modelos semifísicos de base empírica.

Los modelos matemáticos empleados para describir el proceso de cristalización en la industria azucarera se ubican en la categoría de modelos semifísicos basados en primeros principios. Estos modelos se construyen

principalmente a partir de balances de masa, energía y población de cristales. Además, incorporan relaciones de equilibrio de fase, expresiones cinéticas, correlaciones para caracterizar las propiedades físicas de las sustancias relevantes, así como relaciones para representar los fenómenos de transferencia de calor y masa.

En el Capítulo 4, se exploró el estado del arte en el modelado de los procesos de cristalización en la industria azucarera. Se observó que, aunque se ha abordado ampliamente el modelado de la primera etapa de la cristalización, existen pocas investigaciones centradas en la tercera etapa del proceso.

En este Capítulo, se desarrolla un modelo matemático enfocado en la tercera etapa (Sección 2.3.2, Figura 2.10) del proceso de cristalización. Este modelo toma su estructura básica de una propuesta previa en la literatura, que se basa en los balances de masa y energía. Este enfoque evita la solución del balance poblacional, que podría tornarse compleja en la tercera etapa del proceso debido a la alta presencia de impurezas. En consecuencia, se utiliza una ecuación alternativa para describir la tasa de cristalización J_c en lugar de utilizar las ecuaciones de momento derivadas de la solución del balance poblacional. La estructura extendida del modelo se completa con las relaciones de equilibrio de fases, expresiones cinéticas y correlaciones necesarias para describir completamente el proceso

Además, se introduce un modelo matemático destinado a describir la evolución de la sobresaturación del licor madre en el proceso. Ambos modelos se formulan en el formato de espacio de estados en tiempo discreto. Los parámetros de ambos modelos se ajustan mediante datos reales recopilados en la planta industrial objeto de estudio en este trabajo.

Los modelos desarrollados en este capítulo se utilizarán en los capítulos subsiguientes para el diseño de estimadores y el desarrollo de estrategias de control.

5.2. Caso de estudio: tacho cristalizador N° 2 de la Empresa Azucarera Urbano Noris

Esta tesis tomó como caso de estudio el tacho cristalizador N° 2 de la Empresa Azucarera Urbano Noris, ubicada en Holguín, Cuba. En este ingenio se produce azúcar crudo a partir de la caña de azúcar, abarcando todo el proceso productivo descrito en el Capítulo 2. El proceso de cristalización sigue un esquema de tres masas cocidas sin recirculación de jarabe, como se ilustra en la Figura 2.9. Este esquema de cocimiento consta de dos partes principales: (i) la formación y crecimiento de los cristales de sacarosa a través de la cristalización, que es el objeto de estudio de esta tesis doctoral; y (ii) la fabricación de las masas comerciales utilizando los cristales obtenidos en la etapa de cristalización

El tacho N° 2 fue automatizado en el año 2016 como parte del proceso de modernización llevado a cabo a nivel nacional en el sector azucarero. El autor de esta tesis se desempeñó como ingeniero principal en el proyecto de automatización de este equipo tecnológico. La Figura 5.1 ilustra el diagrama de instrumentación y tuberías (P&ID) utilizado, mientras que la Tabla 5.1 proporciona una descripción detallada de los elementos presentes en el P&ID.

Los instrumentos utilizados y las variables medidas se detallan en la Tabla 5.2. El sistema de automatización implementado se basó en un PLC Mitsubishi FX3U-32MR/ES programado utilizando el software MELSOFT GxWork2®. El PLC recopila las mediciones de los instrumentos y acciona las válvulas de regulación a través de bucles de corriente de 4 – 20mA. Además, se conecta al sistema de control y adquisición de datos (SCADA) **EROS®** mediante el protocolo de comunicación industrial MODBUS-RTU.

El sistema de automatización posibilitó la recopilación de datos históricos de siete lotes industriales procesados en la zafra azucarera de 2017-2018. Los datos corresponden a la tercera etapa, en la que se produce la masa cocida C. Fueron obtenidos a través del SCADA **EROS®** con una frecuencia de muestreo de 10 segundos. Los conjuntos de datos recopilados se presentan gráficamente en el Apéndice A. Las condiciones de operación típicas del proceso se resumen en la Tabla 5.3.

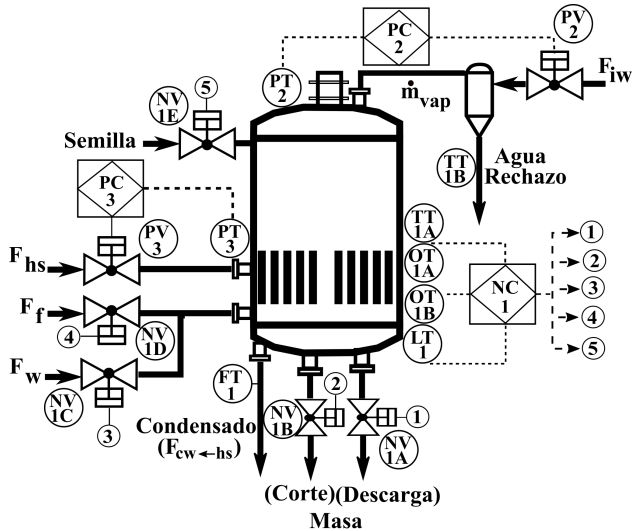


Figura 5.1: Diagrama P&ID empleado en la automatización del tacho N° 2. Se detallan las variables medidas y los lazos de control empleados.

5.3. Modelo del proceso de cristalización C (tercera etapa).

Los procesos de cristalización suelen describirse mediante balances de masa, energía y población de cristales, lo que generalmente conduce a un modelo dinámico basado en nueve ecuaciones diferenciales (ver ecuaciones 4.1-4.5, 4.8-4.10 [6]). Este enfoque se emplea comúnmente para modelar la primera etapa del proceso, donde se utilizan soluciones de sacarosa (licores) de alta pureza. La complejidad de estos modelos surge de la necesidad de describir la Distribución del Tamaño de Cristales (DTC) en términos de forma y tamaño, como parámetro de calidad del proceso, durante la primera etapa de la cristalización [72].

En contraste, en la tercera etapa de la cristalización se utilizan licores de baja pureza. La alta presencia de impurezas complica la identificación de los parámetros convencionales del balance poblacional y, por ende, la

Tabla 5.1: Descripción de los elementos presentes en el diagrama P&ID

Tag	Descripción
PC2, PC3	Controladores de presión
PT2, PT3	Transmisores de presión
PV2, PV3	Válvulas de control de presión
OT1A, OT1B	Transmisores de brix
TT1A, TT1B	Transmisores de temperatura
LT1	Transmisor de nivel
FT1	Transmisor de flujo
NV1A-NV1E	Válvulas control nivel-brix
NC	Controlador de nivel-brix
F_{hs}	Flujo de vapor de calentamiento
F_f	Flujo de alimentación
F_w	Flujo de agua de alimentación
$F_{cw \leftarrow hs}$	Flujo de condensado
$\dot{m}_{vap}$	Flujo másico de vapor de emitido
F_{iw}	Agua de inyección al condensador

aplicación de las ecuaciones de momentos derivadas de la solución del balance poblacional. Este desafío dificulta la adaptación de los modelos diseñados para la primera etapa a la modelización de la última etapa del proceso. Además, las técnicas de monitoreo y control orientadas a la Distribución del Tamaño de Cristales (DTC) podrían no ser adecuadas para la tercera etapa del proceso. Adicionalmente, en la tercera etapa se utiliza la masa de cristales m_c , como variable de calidad del proceso, midiéndose por su incremento adecuado durante el procesamiento del lote [72], [74].

Dado que esta tesis se centra en la etapa final de la cristalización, se desarrolla un modelo simplificado partiendo de la estructura básica propuesta por Damour y colaboradores [73]. Este enfoque se basa únicamente en los balances de masa y energía, evitando la solución del balance poblacional clásico, lo que reduce el modelo de nueve a cinco ecuaciones diferenciales ordinarias. La estructura extendida del modelo se completa con expresiones cinéticas, relaciones de equilibrio de fases y correlaciones necesarias para determinar las propiedades físicas de las sustancias, así

Tabla 5.2: Descripción de las variables medidas y de los instrumentos de medición utilizados en el proceso.

Notación	Descripción	Instrumento	Modelo,Fabricante
$B_{m,l}^{\%}$	Brix del licor madre ($^{\circ}\text{bx}$)	Refractómetro	PRM-100 α
$B_{m,g}^{\%}$	Brix de la masa ($^{\circ}\text{bx}$)	T. Microondas	<i>ProMtec</i> μ -ICC 2.45
$N_{m,g}^{\%}$	Nivel de la masa (%)	TPD	SITRANS P Serie DS III, Siemens
$T_{m,g}$	Temp. de la masa ($^{\circ}\text{C}$)	RTD-PT100	PRelectronic
SS	Sobresaturación	Transmisor	SeedMaster 2, K-PATENTS Oy
cc	Contenido cristales (%)	Transmisor	SeedMaster 2, K-PATENTS Oy
F_f	Flujo Alimentación (m^3/s)	TPD	SITRANS P Serie DS III, Siemens
$F_{cw \leftarrow hs}$	Flujo de condensado (m^3/s)	TPD	SITRANS P Serie DS III, Siemens
$P_{m,g}^{\%}$	Pureza licor madre (%)	Laboratorio	-
$P_{m,l}^{\%}$	Pureza masa (%)	Laboratorio	-
$B_f^{\%}$	Brix de alimentación ($^{\circ}\text{bx}$)	Laboratorio	-
$P_f^{\%}$	Pureza de alimentación (%)	Laboratorio	-

Tabla 5.3: Condiciones de operación típicas del proceso.

Parámetro	Descripción	Valor
p_{vac}	Presión de Vacío	0,12–0,15 bar
$B_f^{\%}$	Brix del licor de alimentación	72–76°Bx
$P_f^{\%}$	Pureza del licor de alimentación	70–75 %
T_f	Temp. del licor de alimentación	60–65°C
$B_{mg}^{\%}$	Brix de la masa	92–95°Bx
$P_{mg}^{\%}$	Pureza de la masa	60–65 %
$P_{ml}^{\%}$	Pureza del licor madre	≤ 65 %
T_{mg}	Temperatura de la masa	60–70°C
N_{mg}	Volumen del magma	14–28 m^3
T_{cw}	Temperatura agua condensada	60–65°C
W	Potencia agitador	15 kW

como las relaciones pertinentes para describir los fenómenos de transferencia de calor y masa en el proceso. El vector de mediciones utilizado se define a partir de las variables que pueden medirse en línea en este caso de estudio. El modelo se formula en el dominio de espacio de estados de tiempo discreto para su utilización en esta tesis.

5.3.1. Simplificaciones y suposiciones de modelado

El modelado del proceso implica las siguientes simplificaciones y suposiciones:

- El tacho opera como un reactor de tanque agitado continuo (CSTR), lo que supone una mezcla perfecta y una solución homogénea.
- Temperatura uniforme.
- Se desprecian los retrasos termodinámicos debido a la capacidad térmica unitaria.
- Todo el vapor suministrado se condensa.
- Se asume que la composición y concentración del jarabe de alimentación son constantes y sin presencia de cristales.

- No existe entrada ni salida del magma durante el procesamiento del lote.
- Se asume que la tasa de crecimiento de los cristales es independiente de su tamaño, de acuerdo con la Ley de McCabe [30].

5.3.2. Balances de masa y energía

Los balances de masa y energía se realizan sobre el volumen del magma. La obtención de dichos balances se basa en la aplicación de los principios fundamentales de conservación de la masa y la energía. Esto conduce a un conjunto de cinco ecuaciones diferenciales [13], [73]:

Balance de agua:

$$\frac{dm_w(t)}{dt} = \rho_f F_f(t) \left(1 - \frac{B_f\%}{100} \right) + \rho_w F_w(t) - \dot{m}_{vap}(t) \quad (5.1)$$

En el caso de la tercera etapa de la cristalización no se agrega agua al proceso, por lo tanto, $F_w(t) = 0$.

Balance de impurezas:

$$\frac{dm_i(t)}{dt} = \rho_f F_f(t) \frac{B_f\%}{100} \left(1 - \frac{P_f\%}{100} \right) \quad (5.2)$$

Balance de cristales:

$$\frac{dm_c(t)}{dt} = J_c(t) \quad (5.3)$$

Balance de sacarosa:

$$\frac{dm_s(t)}{dt} = \rho_f F_f(t) \frac{B_f\%}{100} \frac{P_f\%}{100} - \frac{dm_c(t)}{dt} \quad (5.4)$$

Balance de Energía:

$$\frac{dT_{mg}(t)}{dt} = \frac{W + Q_{hs} + \rho_f F_f(t) (h_f - h_{ml}) - \dot{m}_{vap}(t) L_{vap} + J_c(t) L_c}{[m_w(t) + m_i(t) + m_c(t) + m_s(t)] C_{p_{mg}}} \quad (5.5)$$

donde:

m_w	masa de agua (kg)
m_i	masa de impurezas (kg)
m_c	masa de cristales (kg)
m_s	masa de sacarosa (kg)
T_{mg}	temperatura del magma ($^{\circ}C$)
ρ_f	densidad del flujo volumétrico de alimentación (kg/m^3)
F_f	flujo volumétrico de alimentación (m^3/s)
$B_f^{\%}$	brix del flujo de alimentación ($^{\circ}Bx$)
cc	contenido de cristales
$P_f^{\%}$	pureza del flujo volumétrico de alimentación (%)
$\dot{m}_{vap}$	flujo másico de vapor emitido (kg/s)
J_c	velocidad de cristalización (kg/s)
W	potencia del motor eléctrico de agitación (kW)
Q_{hs}	calor aportado por el vapor de calentamiento (J/s)
h	entalpía específica (J/kg)
L	calor latente específico (J/kg)
Cp_{mg}	capacidad calorífica específica ($J/(kg^{\circ}C)$)

Subíndices:

w	agua
i	impurezas
c	cristales
s	sacarosa
f	alimentación
cw	agua condensada
mg	magma o masa
ml	licor madre

Las principales no linealidades del proceso se reflejan en la ecuación 5.3, que describe la tasa de cristalización J_c . Esta tasa se calcula comúnmente, en modelos destinados a la primera etapa, mediante las ecuaciones de momento derivadas de la solución del balance poblacional (ver Ecuaciones (4.8)-(4.11)) [71], [160].

En este enfoque, J_c se calcula utilizando la ecuación [13], [73]:

$$J_c(t) = cc(t) (\rho_f F_f(t) - \dot{m}_{vap}(t)) + \alpha_c \quad (5.6)$$

donde α_c es un parámetro ajustado según la cinética de crecimiento de los cristales, y cc representa el contenido de cristales:

$$cc(t) = \frac{m_c(t)}{m_w(t) + m_i(t) + m_c(t) + m_s(t)} \quad (5.7)$$

El flujo de vapor de calefacción F_{hs} y el flujo volumétrico de vapor emitido F_{vap} se determinan mediante mediciones indirectas del flujo de agua condensada $F_{cw \leftarrow hs}$. En este sentido, dos relaciones de equilibrio termodinámico completan la descripción de transferencia de calor y masa del proceso [6], [13], [73]:

- Primero, se considera que el retraso de transporte entre el suministro de vapor de calentamiento (F_{hs}) y la salida de agua condensada ($F_{cw \leftarrow hs}$) es despreciable en comparación con la cinética del proceso:

$$F_{hs}(t) = \alpha_q F_{cw \leftarrow hs}(t) \quad (5.8)$$

- En segundo lugar, el flujo volumétrico de vapor emitido F_{vap} es proporcional a la tasa de flujo de agua condensada $F_{cw \leftarrow hs}$:

$$F_{vap}(t) = \alpha_{vap} F_{cw \leftarrow hs}(t) \quad (5.9)$$

donde el flujo másico de vapor emitido $\dot{m}_{vap}$ y el calor aportado por el vapor de calefacción Q_{hs} están dados por:

$$\begin{aligned} \dot{m}_{vap}(t) &= \rho_{cw} F_{vap}(t) = \rho_{cw} \alpha_{vap} F_{cw \leftarrow hs}(t) \\ &= \rho_{cw} \alpha_{vap} \alpha_q^{-1} F_{hs}(t) \end{aligned} \quad (5.10)$$

$$\begin{aligned} Q_{hs} &= \rho_{cw} F_{cw \leftarrow hs}(t) L_{cw} \\ &= \rho_{cw} \alpha_q^{-1} F_{hs}(t) L_{cw} \end{aligned} \quad (5.11)$$

5.3.3. Correlaciones para propiedades físicas y termodinámicas

A continuación se describen las correlaciones utilizadas para determinar las propiedades físicas y las relaciones termodinámicas necesarias.

Fracción másica de sólidos [89]:

$$B_{ml} = \frac{m_i + m_s}{m_w + m_i + m_s} \quad (5.12)$$

$$B_{mg} = \frac{m_i + m_c + m_s}{m_w + m_i + m_c + m_s} \quad (5.13)$$

Porcentaje de sólidos disueltos (°Bx) [89]:

$$B_{ml}^{\%} = B_{ml} \times 100 \quad (5.14)$$

$$B_{mg}^{\%} = B_{mg} \times 100 \quad (5.15)$$

Fracción másica de azúcar [89]:

$$P_{ml} = \frac{m_s}{m_i + m_s} \quad (5.16)$$

$$P_{mg} = \frac{m_c + m_s}{m_i + m_c + m_s} \quad (5.17)$$

Pureza (%) [89]:

$$P_{ml}^{\%} = P_{ml} \times 100 \quad (5.18)$$

$$P_{mg}^{\%} = P_{mg} \times 100 \quad (5.19)$$

Densidad (kg/m^3) [6]:

$$\begin{aligned} \rho_f = & \left(1000 + \frac{B_f^{\%} (200 + B_f^{\%})}{54} \right) \left(1 - 0,036 \frac{T_f - 20}{160 - T_f} \right) \\ & - 1000 \left(1 - e^{\left(1 - \frac{P_f^{\%}}{100} \right) \left(1,164 \times 10^{-4} B_f^{\%} + 6,927 \times 10^{-6} B_f^{\%2} \right)} \right) \end{aligned} \quad (5.20)$$

$$\begin{aligned} \rho_{mg} = & \left(1000 + \frac{B_{mg}^{\%} (200 + B_{mg}^{\%})}{54} \right) \left(1 - 0,036 \frac{T_f - 20}{160 - T_f} \right) \\ & - 1000 \left(1 - e^{\left(1 - P_{mg} \right) \left(1,164 \times 10^{-4} B_{mg}^{\%} + 6,927 \times 10^{-6} B_{mg}^{\%2} \right)} \right) \end{aligned} \quad (5.21)$$

$$\rho_{cw} = 1016,7 - 0,57T_w \quad (5.22)$$

Capacidad calórica específica ($J/(kg^{\circ}C)$) [15]:

$$Cp_{mg} = 4187 - 29,309B_{mg}^{\%} \quad (5.23)$$

$$Cp_c = 1163,2 - 3,488T_{mg} \quad (5.24)$$

$$Cp_{ml} = 4186,8 - 29,7B_{ml}^{\%} + 4,61B_{ml}^{\%}P_{ml} + 0,075B_{ml}^{\%}T_{mg} \quad (5.25)$$

$$Cp_f = 4186,8 - 29,7B_f^{\%} + 4,61B_f^{\%}\frac{P_f^{\%}}{100} + 0,075B_f^{\%}T_f \quad (5.26)$$

Entalpía específica (J/kg) [73]:

$$h_f = Cp_fT_f \quad (5.27)$$

$$h_{ml} = Cp_{ml}T_{mg} \quad (5.28)$$

$$h_c = Cp_cT_{mg} \quad (5.29)$$

$$h_w = 2323,3 + 4106,7T_w \quad (5.30)$$

$$h_{vap} = 2499980 - 24186p_{vac} + (1891,1 + 106,1p_{vac})T_{vap} \quad (5.31)$$

Calor Latente Específico (J/kg) [6], [73]:

$$L_c = h_{ml} - h_c \quad (5.32)$$

$$L_{vap} = h_{vap} - h_w \quad (5.33)$$

$$L_{cw} = 2323,3 + 4106,7T_w + 0,6T_w^2 \quad (5.34)$$

5.3.4. Formulación del modelo de espacio de estados en tiempo discreto

Como se mencionó previamente, los datos del proceso se adquirieron a través del sistema de automatización existente y se muestrearon digitalmente. Por lo tanto, resulta más apropiado formular los modelos en un dominio de tiempo discreto. El modelo de cristalización C descrito anteriormente se formula a continuación en espacio de estados incorporando ruido aditivo o perturbaciones. Este modelo adopta la forma general de un sistema estocástico no lineal en tiempo discreto:

$$\begin{cases} x(k+1) = f(x(k), u(k)) + w(k), & x(0) = x_0 \\ y(k) = h_p(x(k)) + v(k) \end{cases} \quad (5.35)$$

donde el vector de transición de estados $f(x(k), u(k))$ se obtiene discretizando el modelo continuo (sin ruido) (Ec. 5.1-5.5) mediante el método de Euler hacia adelante:

$$f(x(k), u(k)) = \begin{bmatrix} x_1(k) + \left(\rho_f \left(1 - \frac{B_f\%}{100} \right) u_1(k) - \rho_{cw} \alpha_{vap} \alpha_q^{-1} u_2(k) \right) t_{sam} \\ x_2(k) + \left(\rho_f \frac{B_f\%}{100} \left(1 - \frac{P_f\%}{100} \right) u_1(k) \right) t_{sam} \\ x_3(k) + \left(\frac{x_3(k) [\rho_f u_1(k) - \rho_{cw} \alpha_{vap} \alpha_q^{-1} u_2(k)]}{x_1(k) + x_2(k) + x_3(k) + x_4(k)} + \alpha_c \right) t_{sam} \\ x_4(k) + \left(E_1 - \frac{x_3(k) [\rho_f u_1(k) - \rho_{cw} \alpha_{vap} \alpha_q^{-1} u_2(k)]}{x_1(k) + x_2(k) + x_3(k) + x_4(k)} - \alpha_c \right) t_{sam} \\ x_5(k) + \left(\frac{E_2 + E_3 + E_4}{[x_1(k) + x_2(k) + x_3(k) + x_4(k)] \text{Cp}_{mg}} \right) t_{sam} \end{bmatrix} \quad (5.36)$$

con

$$\begin{aligned} E_1 &= \rho_f \frac{B_f\%}{100} \frac{P_f\%}{100} u_1(k) \\ E_2 &= W + \rho_f (h_f - h_{ml}) u_1(k) \\ E_3 &= \frac{L_c x_3(k) [\rho_f u_1(k) - \rho_{cw} \alpha_{vap} \alpha_q^{-1} u_2(k)]}{x_1(k) + x_2(k) + x_3(k) + x_4(k)} + L_c \alpha_c \\ E_4 &= \rho_{cw} \alpha_q^{-1} (L_{cw} - L_{vap} \alpha_{vap}) u_2(k) \end{aligned}$$

El vector de estados $x \in \mathbb{R}^{+(5 \times 1)}$ y el vector de entradas $u \in \mathbb{R}^{+(2 \times 1)}$ están dados por:

$$\begin{aligned} x(k) &= [x_1(k), x_2(k), x_3(k), x_4(k), x_5(k)]^T \\ &= [m_w(k), m_i(k), m_c(k), m_s(k), T_{mg}(k)]^T \end{aligned} \quad (5.37)$$

$$\begin{aligned} u(k) &= [u_1(k), u_2(k)]^T \\ &= [F_f(k), F_{hs}(k)]^T \end{aligned} \quad (5.38)$$

$y \in \mathbb{R}^{n \times 1}$ es el vector de salida. El ruido del proceso $\omega \in \mathbb{R}^{5 \times 1}$ y el ruido de las mediciones $v \in \mathbb{R}^{n \times 1}$, son procesos de ruido blanco estacionario no correlacionados con una covarianza dada por:

$$\mathbb{E} \left\{ \begin{bmatrix} w(k) \\ v(k) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} w(t)^T & v(t)^T \end{bmatrix} \right\} = \begin{bmatrix} Q & 0 \\ 0 & R \end{bmatrix} \delta_{k-t} \quad (5.39)$$

donde $\mathbb{E}$ es el operador de esperanza, n es la dimensión del vector de salida y δ es la función delta de Kronecker. Las matrices de covarianza del ruido del sistema Q , y de la medición R , son parámetros de ajuste del modelo obtenidos mediante prueba y error. Se seleccionó un tiempo de muestreo de $t_{\text{sam}} = 10$ segundos en función de una estimación aproximada del espectro de señales del sistema continuo y el Teorema de Shannon-Nyquist. Este tiempo coincide con el propuesto por Georgieva y colaboradores [6] para procesos de cristalización.

El vector de mediciones $h_p(x(k))$ puede definirse de diversas maneras, según los objetivos y propósitos del modelo, utilizando una combinación de las variables que pueden medirse en línea. A lo largo de esta tesis se utilizan diferentes vectores de medición. En la Sección 5.5 se define un vector de mediciones con el objetivo de ajustar los parámetros tanto del modelo de cristalización C, detallado en esta sección, como del modelo de sobresaturación que se describe en la sección siguiente.

5.4. Modelo matemático de sobresaturación

5.4.1. Expresión matemática de la sobresaturación

En la industria azucarera, se prefiere representar la sobresaturación utilizando la expresión [18], [25]:

$$SS = \frac{q_{s/w}}{q_{s/w,sat}} = \frac{\frac{m_s}{m_w}}{q_{s/w,sat,p} c_{sol}} \quad (5.40)$$

donde $q_{s/w}$ representa la razón entre la masa de sacarosa y la masa de agua contenida en la solución sobresaturada, mientras que $q_{s/w,sat}$ representa la razón entre la masa de sacarosa y la masa de agua contenida en una

solución saturada con la misma pureza y a la misma temperatura que la solución sobresaturada.

La expresión $q_{s/w,sat,p}$ representa la concentración másica de sacarosa que define la solubilidad en una solución pura de sacarosa, y depende de la temperatura [36]:

$$q_{s/w,sat,p} = \frac{B_{sat}}{100 - B_{sat}} \quad (5.41)$$

$$B_{sat} = 64,447 + 0,08222T_{mg} + 1,6169 \times 10^{-3}T_{mg}^2 - 1,558 \times 10^{-6}T_{mg}^3 - 4,63 \times 10^{-8}T_{mg}^4 \quad (5.42)$$

Sin embargo, las soluciones industriales no son una mezcla pura de sacarosa y agua, sino que contienen inevitablemente una variedad de sustancias orgánicas e inorgánicas disueltas que se agrupan colectivamente bajo el término de impurezas o no azúcares. Estas impurezas se extraen en el proceso de molienda de la caña junto con la sacarosa y, lamentablemente, no pueden eliminarse en las etapas posteriores del proceso. El contenido de impurezas tiene un impacto negativo en la velocidad de cristalización [25].

El c_{sol} es un factor que describe la influencia de las impurezas en la solubilidad de la sacarosa. Varios investigadores han estudiado este coeficiente y han propuesto diferentes correlaciones para calcularlo [36]. En esta tesis utilizaremos la conocida correlación empírica [61]:

$$c_{sol} = a \frac{m_i}{m_w} + b + (1 - b) e^{-c \frac{m_i}{m_w}} \quad (5.43)$$

donde a , b y c son parámetros de calidad del licor madre que dependen de la cantidad y composición de las impurezas locales.

Reemplazando las ecuaciones (5.41)-(5.43) en la ecuación (5.40) se obtiene una expresión que permite calcular la sobresaturación:

$$SS = \frac{\frac{m_s}{m_w}}{\frac{B_{sat}}{100 - B_{sat}} \left[a \frac{m_i}{m_w} + b + (1 - b) e^{-c \frac{m_i}{m_w}} \right]} \quad (5.44)$$

Nótese que la expresión (5.44) relaciona directamente la sobresaturación con los estados del modelo de cristalización C propuesto (Ec. 5.37).

5.4.2. Modelo de sobresaturación en tiempo discreto

En cada instante de tiempo k , la sobresaturación depende de los estados no medibles $x_1(k) = m_w(k)$, $x_2(k) = m_i(k)$, $x_4(k) = m_s(k)$, del estado medible $x_5(k) = T_{mg}(k)$ y de los parámetros a , b , y c . Por lo tanto, la evolución temporal de la sobresaturación (sin ruido) responde a la dinámica del modelo de espacio de estados en tiempo discreto:

$$\begin{cases} x(k+1) = f(x(k), u(k)), & x(0) = x_0 \\ SS(k) = SS(x(k)) \end{cases} \quad (5.45)$$

donde $f(x(k), u(k))$ es el vector de transición de estados dado por la ecuación (5.36) y la ecuación de salida $SS(k) = SS(x(k))$ está dada por:

$$SS(x(k)) = \frac{\frac{x_4(k)}{x_1(k)}}{\frac{B_{sat}(x_5(k))}{100 - B_{sat}(x_5(k))} \left[a \frac{x_2(k)}{x_1(k)} + b + (1-b)e^{-c \frac{x_2(k)}{x_1(k)}} \right]} \quad (5.46)$$

con:

$$\begin{aligned} B_{sat}(x_5(k)) = & 64,447 + 0,08222x_5(k) + 1,6169 \times 10^{-3}x_5^2(k) \\ & - 1,558 \times 10^{-6}x_5^3(k) - 4,63 \times 10^{-8}x_5^4(k) \end{aligned} \quad (5.47)$$

Las ecuaciones (5.46) y (5.47) muestran que la sobresaturación dependen fuertemente de la temperatura.

5.5. Estimación de los parámetros del modelo de cristalización C y del modelo de sobresaturación

Los modelos de cristalización C y de sobresaturación descritos anteriormente sirven como base para el desarrollo de los capítulos siguientes. Ambos modelos son generales y requieren ajustar sus parámetros para aplicarlos a una planta particular.

5.5.1. Parámetros a estimar

Se deben ajustar un total de seis parámetros: los parámetros α_{vap} , α_q y α_c del vector de transición de estado f (Ecuación (5.36)) del modelo del proceso (Ecuación (5.35)), y los parámetros a , b y c de la ecuación de salida (Ecuación (5.46)) del modelo de sobresaturación.

El parámetro α_q , derivado de la Ecuación 5.8, representa el factor de proporcionalidad entre el flujo de vapor de calefacción (F_{hs}) y el flujo de agua condensada ($F_{cw \leftarrow hs}$) resultante de la condensación del vapor de calefacción F_{hs} . Dado que el retraso de transporte entre el suministro de vapor y la salida de agua condensada es despreciable en comparación con la cinética del proceso, se espera que este parámetro tenga un valor aproximado a la unidad.

El parámetro α_{vap} , derivado de la Ecuación 5.9, representa el factor de proporcionalidad entre el flujo volumétrico de vapor emitido (F_{vap}) y el flujo de agua condensada ($F_{cw \leftarrow hs}$). Teóricamente, se utiliza 1 kg de vapor para evaporar 1 kg de agua, por lo que se espera que este parámetro también tenga un valor aproximado a la unidad.

El parámetro α_c , derivado de la Ecuación 5.6, se ajusta según la dinámica de crecimiento de los cristales e indica la fracción de la masa de sacarosa que se cristaliza.

En relación con los parámetros a , b , y c , la mejor opción sería determinar sus valores en el laboratorio del ingenio para reflejar la calidad de las soluciones de sacarosa locales. Sin embargo, esta tarea requiere equipo

de laboratorio adecuado y un análisis minucioso, lo cual no siempre es factible [46]. En este caso, el laboratorio del ingenio Urbano Noris no tenía la instrumentación adecuada para determinar el valor de dichos parámetros.

La literatura ofrece una amplia gama de valores para estos parámetros, lo que dificulta realizar un cálculo preciso de la solubilidad en soluciones de azúcar [36], [64]. En la Tabla 5.4 se presentan algunos valores propuestos en la literatura, los cuales no resultaron adecuados para lograr un ajuste satisfactorio de los modelos utilizados en esta tesis. A menudo, muchas investigaciones asumen valores reportados en investigaciones previas. Sin embargo, ese enfoque resulta incorrecto, ya que los valores de dichos parámetros pueden variar considerablemente entre diferentes ingenios azucareros. Además, el comportamiento difiere significativamente entre soluciones derivadas de caña de azúcar o remolacha azucarera. Por lo tanto, se decidió realizar la estimación de los seis parámetros.

Tabla 5.4: Valores de los parámetros a , b , c reportados por diferentes autores.

Autor	a	b	c
Grut [60], Van der Poel [66]	0,178	0,82	-2,1
Wagneowski [161]	0,2	0,75	-0,69
Vavrinecz [61]	0,292	0,691	1,8
Georgieva [6]	0,1	0,4	-0,24
Rozsa [64]	-0,06265	0,982	-2,1

5.5.2. Procedimiento de estimación de los parámetros de los modelos

Los parámetros de ambos modelos se estiman de manera conjunta. En la Figura 5.2 se presenta un esquema del procedimiento utilizado para la estimación. Se aplican las entradas reales al modelo, y en estas condiciones se obtienen las salidas del modelo a través de la simulación. A continuación, se comparan las salidas del modelo con los datos reales correspondientes. Utilizando un método de optimización numérica, se

ajustan los parámetros empíricos del modelo para minimizar el error entre las salidas del modelo y los datos reales. Este proceso se repite para todos los datos disponibles.

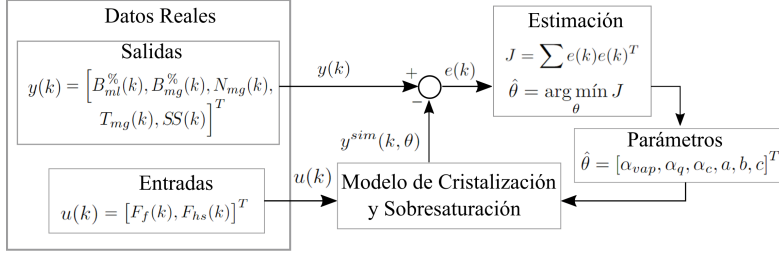


Figura 5.2: Esquema del procedimiento utilizado para la estimación de los parámetros del modelo de sobresaturación y del modelo de cristalización C.

La estimación de parámetros trata con un problema típico de regresión no lineal. Considérese un conjunto de M observaciones secuenciales de entrada y salida $Z^M = \{u(k), y(k), k = 1, \dots, M\}$, y el modelo dinámico no lineal en tiempo discreto:

$$\begin{cases} x^{sim}(k+1, \theta) = f(x^{sim}(k, \theta), u(k), \theta), & x(0) = x_0 \\ y^{sim}(k, \theta) = h_p(x^{sim}(k, \theta), \theta) \end{cases} \quad (5.48)$$

donde u es el vector de entradas dado por la ecuación (5.38), x^{sim} es el vector de estados simulado. Las funciones no lineales f y h_p dependen del vector de parámetros θ . La función f está dada por la ecuación (5.36). El vector de datos observados $y(k) \in \mathbb{R}^{+(5 \times 1)}$, y el vector de datos simulados $y^{sim}(k, \theta) \in \mathbb{R}^{+(5 \times 1)}$, para $k = 1, \dots, M$, se definen como:

$$y(k) = h_p(x(k)) = [B_{ml}^{\%}(k), B_{mg}^{\%}(k), N_{mg}(k), T_{mg}(k), SS(k)]^T \quad (5.49)$$

$$\begin{aligned} y^{sim}(k, \theta) &= h_p(x^{sim}(k, \theta), \theta) \\ &= [B_{ml}^{sim}(k, \theta), B_{mg}^{sim}(k, \theta), N_{mg}^{sim}(k, \theta), T_{mg}^{sim}(k, \theta), SS^{sim}(k, \theta)]^T \end{aligned} \quad (5.50)$$

donde $B_{ml}^{\%}$ es el brix del licor madre, $B_{mg}^{\%}$ es el brix del magma, N_{mg} es el nivel de la magma, T_{mg} es la temperatura del magma, y SS es la sobresaturación del licor madre. El índice *sim* se refiere a los datos simulados, mientras que las cantidades sin este índice indican los datos observados.

El vector de parámetros θ está dado por:

$$\hat{\theta} = [\alpha_{vap}, \alpha_q, \alpha_c, a, b, c]^T \in \mathbb{R}^{6 \times 1} \quad (5.51)$$

Se desea encontrar el vector de parámetros $\hat{\theta}$ tal que el modelo se ajuste mejor a los datos observados. En este estudio, se adoptó el criterio de error de mínimos cuadrados para encontrar el vector óptimo de parámetros $\hat{\theta}$:

$$\hat{\theta} = \arg \min_{\theta} \left[\sum_{k=1}^M [y(k) - y^{sim}(k, \theta)]^T [y(k) - y^{sim}(k, \theta)] \right] \quad (5.52)$$

El vector de variables aleatorias $\hat{\theta}$, cuyo valor observado o realización depende del conjunto de datos Z^M , es óptimo en el sentido de mínimos cuadrados.

Sustituyendo las ecuaciones (5.49) y (5.50) en la ecuación (5.52), el problema de optimización se puede describir mediante la siguiente expresión:

$$\begin{aligned} \hat{\theta} = \arg \min_{\theta} & \left[\sum_{k=1}^M \left(B_{ml}^{\%}(k) - B_{ml}^{sim}(k, \theta) \right)^2 \right. \\ & + \sum_{k=1}^M \left(B_{mg}^{\%}(k) - B_{mg}^{sim}(k, \theta) \right)^2 + \sum_{k=1}^M \left(N_{mg}(k) - N_{mg}^{sim}(k, \theta) \right)^2 \\ & \left. + \sum_{k=1}^M \left(T_{mg}(k) - T_{mg}^{sim}(k, \theta) \right)^2 + \sum_{k=1}^M \left(SS(k) - SS^{sim}(k, \theta) \right)^2 \right] \end{aligned} \quad (5.53)$$

La relación entre los datos simulados y los estados del proceso son:

$$\begin{aligned} B_{ml}^{sim}(k, \theta) &= \frac{m_i^{sim}(k) + m_s^{sim}(k, \theta)}{m_w^{sim}(k, \theta) + m_i^{sim}(k) + m_s^{sim}(k, \theta)} \times 100 \\ &= \frac{x_2^{sim}(k) + x_4^{sim}(k, \theta)}{x_1^{sim}(k, \theta) + x_2^{sim}(k) + x_4^{sim}(k, \theta)} \times 100 \end{aligned} \quad (5.54)$$

$$\begin{aligned} B_{mg}^{sim}(k, \theta) &= \frac{m_i^{sim}(k) + m_c^{sim}(k, \theta) + m_s^{sim}(k, \theta)}{m_w^{sim}(k, \theta) + m_i^{sim}(k) + m_c^{sim}(k, \theta) + m_s^{sim}(k, \theta)} \times 100 \\ &= \frac{x_2^{sim}(k) + x_3^{sim}(k, \theta) + x_4^{sim}(k, \theta)}{x_1^{sim}(k, \theta) + x_2^{sim}(k) + x_3^{sim}(k, \theta) + x_4^{sim}(k, \theta)} \times 100 \end{aligned} \quad (5.55)$$

$$\begin{aligned} N_{mg}^{sim}(k, \theta) &= \frac{m_w^{sim}(k, \theta) + m_i^{sim}(k) + m_c^{sim}(k, \theta) + m_s^{sim}(k, \theta)}{A\rho_{mg}^{sim}(k, \theta)} \\ &= \frac{x_1^{sim}(k, \theta) + x_2^{sim}(k) + x_3^{sim}(k, \theta) + x_4^{sim}(k, \theta)}{A\rho_{mg}^{sim}(k, \theta)} \end{aligned} \quad (5.56)$$

$$T_{mg}^{sim}(k, \theta) = x_5^{sim}(k, \theta)$$

$$SS^{sim}(k, \theta) = SS(x^{sim}(k, \theta), \theta) \quad (\text{Ec. 5.46})$$

donde A es un coeficiente específico para cada evaporador que relaciona el volumen y el nivel, y ρ_{mg} es la densidad del magma (Ecuación 5.21).

El contenido de cristales (cc) no se incluyó en el vector h_p (variables de salida) porque resulta de una combinación no lineal de $B_{mg}^{\%}$ y $B_{ml}^{\%}$, que ya han sido considerados. La pureza del licor madre ($P_{ml}^{\%}$) tampoco se consideró debido a que se disponía de un número limitado de muestras por ejecución industrial. Esto se debe a que $P_{ml}^{\%}$ se mide fuera de línea. Ambas variables, cc y $P_{ml}^{\%}$, se utilizan en la etapa de validación del modelo.

La Tabla 5.5 resume las variables de entrada-salida, las constantes operativas y los parámetros a estimar en los modelos. Las cotas máximas y mínimas para estos parámetros se establecieron a partir de la dinámica del proceso, el conocimiento empírico y práctico del mismo, así como de estudios previos [62], [73].

La Ecuación (5.53) puede resolverse utilizando diferentes técnicas de optimización [162]. En este caso, se utilizó el algoritmo de minimización

Tabla 5.5: Resumen de las variables de entrada-salida, parámetros operativos, constantes y parámetros a estimar de los modelos.

Salidas ($h_p(k)$)		Ec.	Parámetros Operativos	
B_{ml}^{sim}	86 – 92 %	(5.54)	$B_f^{\%}$	72 – 76 %
B_{mg}^{sim}	88 – 95 %	(5.55)	$P_f^{\%}$	70 – 75 %
N_{mg}^{sim}	14 – 28 m^3	(5.56)	ρ_f	1100 – 1200 kg/m^3
T_{mg}^{sim}	60 – 75 °C	x_5^{sim}	p_{vac}	0,012 – 0,015 bar
SS^{sim}	1,0 – 1,5	(5.46)		
Entradas ($u(k)$)			Constantes	
F_{hs}	0 – 0,1 m^3/s		W	15 kW
F_f	0 – 0,015 m^3/s		A	0,27
Parámetros a estimar (θ)				
α_{vap}	0,1 – 6,0		a	(–0,1) – 0
α_q	0,1 – 6,0		b	0 – 2,0
α_c	0 – 4,0 kg/s		c	0 – 3,0

numérica Levenberg-Marquardt. Este es un procedimiento iterativo que parte de un valor inicial θ_0 y actualiza el vector de parámetros estimados $\hat{\theta}$ en cada iteración.

El valor inicial adoptado, según valores previos reportados [62], [73] fue $\theta_0 = [1,8177, 1,6455, 0,9217, -0,06265, 0,982, -2,1]^T$. Para la estimación de los parámetros se utilizaron $M = 2600$ muestras correspondientes a cuatro lotes $L_4 - L_7$ (ver Apéndice A, Figuras A.4-A.7). El algoritmo de minimización se implementó en MATLAB® utilizando el Toolbox de optimización. Los parámetros estimados se muestran en la Tabla 5.6.

Tabla 5.6: Parámetros estimados.

α_{vap}	α_q	α_c	a	b	c
1,35	1,066	0,404	-0,0658	0,996	2,0986

5.6. Validación de los modelos. Resultados y discusión.

La validación de un modelo, según Hangos y Cameron [163], involucra una combinación de actividades, como la comparación del comportamiento del modelo con el proceso real, la comparación con otros modelos validados y la confrontación directa con datos del proceso, etc.

Para validar los modelos propuestos se utilizaron datos de tres lotes industriales adicionales $L_1 - L_3$ (ver Apéndice A, Figuras A.1-A.3)). El objetivo es contrastar los valores predichos por los modelos con los valores reales del proceso. Los indicadores de rendimiento utilizados para evaluar el ajuste de los modelos son los siguientes:

1. Error Cuadrático Medio (ECM):

$$ECM = \frac{1}{k_{max}} \sum_{k=1}^{k_{max}} (y_i^{sim}(k) - y_i(k))^2 \quad (5.57)$$

2. Error Absoluto Máximo (EAM):

$$EAM = \max_{k=k_1, \dots, k_{max}} \{ |y_i^{sim}(k) - y_i(k)| \} \quad (5.58)$$

3. Error Relativo ($e\%$):

$$e\%(k) = \frac{|y_i^{sim}(k) - y_i(k)|}{y_i(k)} \times 100 \quad (5.59)$$

Los modelos de cristalización C y de sobresaturación se simularon en MATLAB® y el Simulink®. Las condiciones iniciales de las variables de estado se determinan a partir de mediciones fuera de línea del brix, la pureza y el nivel. Las Figuras 5.3 y 5.4 muestran resultados obtenidos. Los datos reales de sobresaturación, contenido de cristales, pureza del licor madre y masa de cristales se comparan con los valores predichos por los modelos. La masa de cristales y la pureza se obtuvieron indirectamente utilizando las mediciones del brix de la masa y el brix del licor madre.

Además, la pureza también se comparó con datos de laboratorio. Estas variables son de gran interés en la tercera etapa del proceso, ya que proporcionan información útil sobre la calidad del proceso [73]. La Tabla 5.7 resume los valores de los índices de desempeño utilizados para evaluar el ajuste del modelo.

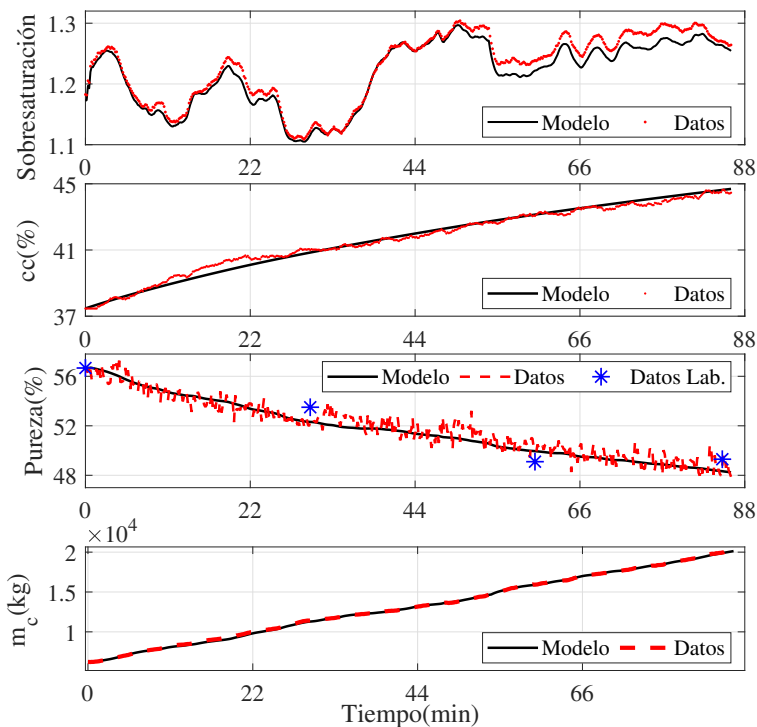


Figura 5.3: Validación del modelo con datos del Lote 1. Los datos históricos se contrastan con las predicciones del modelo: a) sobresaturación, b) contenido de cristales, c) pureza del licor madre, d) masa de cristales.

El contenido de cristales y la pureza del licor madre se predijeron con un error relativo máximo inferior al 3 % y 4 %, respectivamente. Los errores cuadrados medios (ECM) obtenidos para la pureza resultaron ser superiores a los informados por Grondin y colaboradores [143]. Sin em-

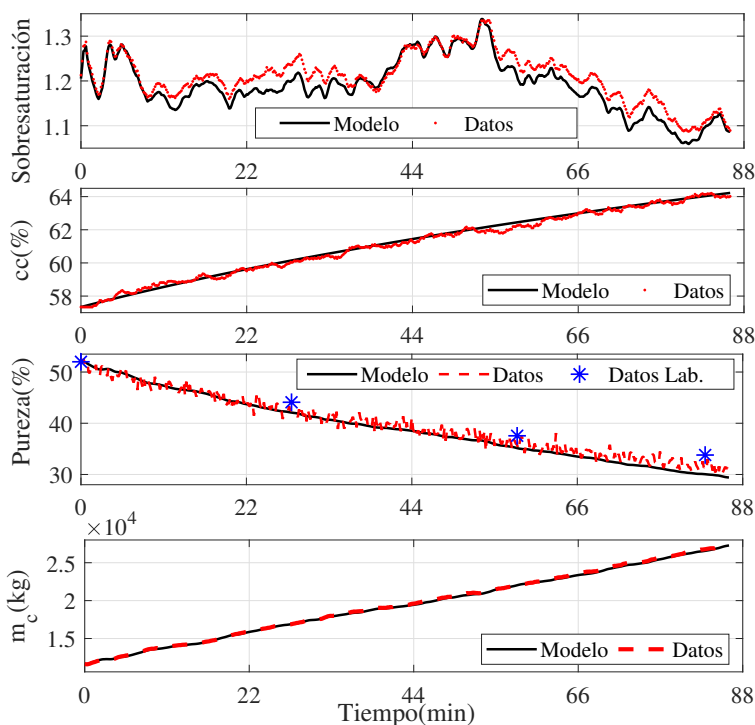


Figura 5.4: Validación del modelo con datos del Lote 2. Los datos históricos se contrastan con las predicciones del modelo: a) sobresaturación, b) contenido de cristales, c) pureza del licor madre, d) masa de cristales.

bargo, siguen siendo suficientes para proporcionar información confiable sobre la calidad de la masa cocida.

En lo que respecta a la masa de cristales, el modelo logró predecir su evolución con un error relativo máximo del 3,15 %, un valor más favorable que el 4 % informado por Damour y colaboradores [73] en un trabajo centrado en la cristalización C.

La sobresaturación se predijo con un error absoluto máximo inferior a 0,027 unidades, lo que corresponde a un error relativo inferior al 3,2 %.

Tabla 5.7: Resumen de los indicadores de rendimiento utilizados para evaluar el ajuste del modelo

Variable	Error Cuadrático Medio			Error Absoluto Máx.			Error Relativo (%)		
	L1	L2	L3	L1	L2	L3	L1	L2	L3
SS	0,00019	0,00059	0,00030	0,011	0,027	0,016	2,14	3,20	3,0
P_{ml}	0,118	0,150	0,472	0,269	0,308	0,508	1,84	2,14	4,01
cc	0,054	0,030	0,097	0,181	0,145	0,26	1,58	1,20	2,45
m_c	7345	17172	8492	61,11	105,7	85	2,52	2,3	3,14

Estos valores se consideran aceptables para los procesos de cristalización,

según Rozsa [147].

5.7. Conclusiones del capítulo

En este capítulo, se desarrolló un modelo matemático simplificado para describir el proceso de cristalización C en la industria azucarera. El modelo se basó en la estructura básica propuesta por Damour y colaboradores [73], que considera únicamente los balances de masa y energía, evitando así la complejidad asociada a la solución del balance poblacional en la tercera etapa de la cristalización. En consecuencia, se adoptó una ecuación alternativa para describir la tasa de cristalización J_c , prescindiendo de las ecuaciones de momentos derivadas de la solución del balance poblacional. Este enfoque redujo el modelo a solo cinco ecuaciones diferenciales ordinarias. La estructura extendida del modelo se completó con las relaciones de equilibrio de fases, expresiones cinéticas y correlaciones necesarias para determinar las propiedades físicas de las sustancias, así como para describir los fenómenos de transferencia de calor y masa en el proceso. El vector de mediciones utilizado se definió a partir de las variables que podían medirse en línea en este caso de estudio. Para su utilización en esta tesis, el modelo se formuló en el dominio de espacio de estados de tiempo discreto.

Además, se propone un modelo de sobresaturación para describir la evolución de dicha variable a lo largo del proceso de cristalización. Este modelo también se formula en términos de espacio de estado en tiempo discreto y comparte la ecuación de estado con el modelo de cristalización C.

Para estimar los parámetros de ambos modelos se utilizaron los datos de cuatro lotes industriales recopilados en el ingenio azucarero seleccionado como caso de estudio. Los parámetros se estimaron mediante un algoritmo de optimización numérica diseñado para minimizar el error entre las salidas del modelo y los datos reales. Para validar los modelos se utilizaron datos de tres lotes adicionales.

Del diseño y validación de los modelos propuestos, se destacan los siguientes hallazgos significativos:

1. Los resultados obtenidos confirman que los modelos propuestos son efectivos para predecir la dinámica del proceso de cristalización C y de la sobresaturación, bajo las condiciones de operación consideradas en el caso de estudio.
2. Los modelos integran todas las ecuaciones que describen las características físicas, químicas, termodinámicas y empíricas de las variables principales del proceso.
3. El modelo de cristalización C representa tanto las variables que se miden a lo largo de todo el proceso (volumen, temperatura, brix) como aquellas que solo se pueden verificar fuera de línea en laboratorio y que determinan la calidad del producto final del proceso (pureza, masa de cristales).
4. Un aspecto a destacar en relación con el modelado de la cristalización fue la variabilidad de información que se encontró en la literatura sobre los parámetros a utilizar. Esto subraya la importancia de un ajuste adecuado para garantizar la precisión de las predicciones del modelo.

Los modelos de cristalización C y de sobresaturación desarrollados en capítulo constituyen la base para el desarrollo de los próximos capítulos.

ESTIMADOR DE SOBRESATURACIÓN BASADO EN MODELO (ESBM)

6.1. Introducción

El grado de sobresaturación del licor madre es una variable clave en el proceso de cristalización de la sacarosa en la industria azucarera. Las dificultades para obtener mediciones en línea de esta variable, es uno de los desafíos asociados con el monitoreo y el control del proceso. No existe un método directo, ni un único instrumento para medir la sobresaturación. Solo puede ser calculada o inferida a partir de otras mediciones. Los transmisores de la serie SeedMaster, son los únicos instrumentos industriales que proporcionan información en línea sobre la sobresaturación al calcularla a partir de mediciones externas.

Las dificultades para obtener mediciones en línea han llevado al uso de alternativas tanto en el ámbito industrial como académico. En el Capítulo 3, se estudiaron los sensores más utilizados a nivel industrial para el monitoreo del proceso, que resultan, en general, poco confiables para brindar alguna información acerca de la sobresaturación. En el Capítulo 4, se revisaron propuestas de estimadores o soft-sensor de diferentes variables orientados al monitoreo del proceso, enfocados principalmente en la primera etapa de la cristalización. Un aspecto a destacar es que existen pocas investigaciones que brindan información útil sobre las cotas

de error de los estimadores propuestos, esto es un aspecto fundamental para en la implementación de un estimador de sobresaturación en un proceso real.

En este Capítulo, se diseña un estimador de sobresaturación basado en modelo (ESBM), como alternativa práctica para obtener información en tiempo real sobre la sobresaturación en la última etapa de la cristalización del azúcar. El estimador propuesto se basa en los modelos de cristalización C y de sobresaturación previamente establecidos en el Capítulo 5.

El diseño del estimador se lleva a cabo mediante el uso de herramientas clásicas bien establecidas. Por lo tanto, la contribución de este capítulo no reside en las herramientas utilizadas, sino en la forma en que se han aplicado para resolver un problema específico aún pendiente en la industria azucarera.

Este capítulo se estructura de la siguiente forma: inicialmente se discute sobre la observabilidad del proceso a partir de las mediciones disponibles. Luego, se detalla el diseño del estimador de sobresaturación, que incluye la selección de un vector de mediciones adecuado, la estimación de los estados del modelo y el cálculo de las cotas de error. Finalmente, se analizan los resultados obtenidos y se presentan las conclusiones correspondientes a este capítulo.

6.2. Observabilidad del proceso de cristalización C

El diseño de un estimador de estado, implica el uso de herramientas matemáticas para evaluar su factibilidad y su capacidad para generar estimaciones de forma confiable.

Las pruebas de observabilidad se emplean para determinar la completa o no observabilidad de un sistema. Este concepto alude a la habilidad de determinar el estado actual de un sistema basándose en las observaciones disponibles. En otras palabras, un sistema se considera observable si es posible, a partir de las salidas o mediciones del sistema, reconstruir o estimar su estado interno.

En la práctica, es común no tener acceso directo a todas las variables de estado del sistema. En su lugar, solo se pueden medir ciertas variables de salida o señales, y la observabilidad se convierte en un problema para determinar si es factible conocer el estado interno del sistema a partir de estas mediciones. Por lo tanto, la observabilidad depende de la estructura del modelo del sistema y de la elección de las salidas.

En esta Sección 6.2 se resumen algunos resultados y observaciones sobre la observabilidad del proceso de cristalización C considerando las mediciones disponibles.

6.2.1. Observabilidad local del modelo de cristalización C en tiempo continuo

Considerando el modelo en tiempo continuo del proceso de cristalización C:

$$\begin{cases} \dot{x}(t) = F(x(t), u(t)) \\ y(t) = h_e(x(t)) \end{cases} \quad (6.1)$$

donde la función vectorial F , dada por las ecuaciones (5.1)-(5.5), es continuamente diferenciable. El vector de estado $x \in \mathbb{R}^{+(5 \times 1)}$, el vector de entradas $u \in \mathbb{R}^{+(2 \times 1)}$ y el vector de salidas $y \in \mathbb{R}^{+(2 \times 1)}$ están dados por:

$$\begin{aligned} x(t) &= [m_w(t), m_i(t), m_c(t), m_s(t), T_{mg}(t)]^T \\ &= [x_1(t), x_2(t), x_3(t), x_4(t), x_5(t)]^T \end{aligned} \quad (6.2)$$

$$u(t) = [F_f(t), F_{hs}(t)]^T = [u_1(t), u_2(t)]^T \quad (6.3)$$

$$y(t) = h_e(x(t)) = \begin{bmatrix} B_{ml}^{\%}(t) \\ T_{mg}(t) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{x_2(t) + x_4(t)}{x_1(t) + x_2(t) + x_4(t)} \times 100 \\ x_5(t) \end{bmatrix} \quad (6.4)$$

donde el vector h_e es continuamente diferenciable.

Dado que los controladores suelen generar acciones de control suaves $u(t)$ que son funciones de los estados $x(t)$, la práctica habitual para el

análisis de observabilidad es considerar el siguiente sistema dinámico autónomo [164]:

$$\begin{cases} \dot{x}(t) = F(x(t)) \\ y(t) = h_e(x(t)) \end{cases} \quad (6.5)$$

El sistema autónomo dado por la Ecuación (6.5), es localmente observable debido a que la matriz de observabilidad O cumple con la condición de rango, es decir, el rango de la matriz de observabilidad es igual al número de estados [164]-[167]:

$$\text{rank}(O) = \text{rank} \begin{bmatrix} \frac{\partial}{\partial x} \begin{bmatrix} h_e \\ L_F h_e \\ \vdots \\ L_F^{n-1} h_e \end{bmatrix} \end{bmatrix} = n = 5 \quad (6.6)$$

donde $L_F h_e, \dots, L_F^{n-1} h_e$ son las derivadas de Lie del vector h_e con respecto a campo vectorial F , y se definen de manera recursiva de la siguiente manera:

$$\begin{aligned} L_F h_e &= \nabla h_e F = \begin{bmatrix} \frac{\partial h_e^1}{\partial x_1} & \frac{\partial h_e^1}{\partial x_2} & \dots & \frac{\partial h_e^1}{\partial x_5} \\ \frac{\partial h_e^2}{\partial x_1} & \frac{\partial h_e^2}{\partial x_2} & \dots & \frac{\partial h_e^2}{\partial x_5} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} F_1 \\ F_2 \\ \vdots \\ F_5 \end{bmatrix} \\ L_F^0 h_e &= h_e, \quad L_F^k h_e = L_F(L_F^{k-1} h_e) = \nabla(L_F^{k-1} h_e) F \end{aligned} \quad (6.7)$$

La matriz de observabilidad O se calculó con la ayuda del toolbox simbólico de MATLAB®. Para las condiciones normales de funcionamiento del proceso, ver Tabla 5.3, se verificó numéricamente que se cumple la condición necesaria y suficiente (Ecuación (6.6)) para que el sistema (Ecuaciones (6.1)-(6.4)) sea localmente observable.

El análisis completo de la observabilidad tanto del sistema dinámico autónomo (Ecuación (6.5)) como del sistema dinámico no autónomo (Ecuación (6.1)) resulta extenso y complejo. La matriz de observabilidad obtenida es intrincada y no se detalla en aras de la simplicidad del texto. En la práctica, llevar a cabo estos análisis sin la asistencia de un software de cálculo simbólico sería difícil.

Dado que todos los modelos utilizados en este estudio para el proceso de cristalización C presentan más salidas que entradas, existe una alternativa elegante que evita realizar estos análisis prolongados y complejos. Más adelante se describen los resultados de Gauthier y Kupka [168], [169], que prácticamente garantizan que los sistemas dinámicos con más salidas que entradas son al menos localmente observables.

6.2.2. Observabilidad local del modelo de cristalización C en tiempo discreto

Considerando el modelo en tiempo discreto del proceso de cristalización C (ver la Sección 5.3.4):

$$\begin{cases} x(k+1) = f(x(k), u(k)) \\ y(k) = h_e(x(k)) \end{cases} \quad (6.8)$$

donde la función vectorial de transición de estado f (5.36) se obtiene al discretizar F mediante la aproximación de Euler en adelante. Los vectores de estado, entrada y salida son los mismos que en las ecuaciones (Ecuaciones (6.2)-(6.4)), pero se evalúan en los instantes de tiempo $k \times t_{sam}$, $k = 0, 1, 2, \dots$.

En esta tesis se establece la hipótesis, respaldada posteriormente por simulaciones, que establece que si el tiempo de muestreo t_{sam} es "suficientemente rápido", el sistema en tiempo discreto hereda la propiedad de observabilidad de sus contrapartes en tiempo continuo [166], [169].

Esta suposición, se debe al hecho de que el análisis de observabilidad para sistemas no lineales en tiempo discreto se aborda mucho menos en la literatura de control, en comparación con sistemas no lineales en tiempo continuo. Además, determinar la observabilidad en sistemas no lineales en tiempo discreto, generalmente implica cálculos algebraicos iterativos que no están estandarizados; consulte, por ejemplo, [170]-[172], y las referencias citadas en esos trabajos.

6.2.3. Observabilidad y redundancia de salidas

Como se demostró previamente, el proceso de cristalización C es localmente observable cuando se utiliza un vector de mediciones h_e con dos componentes: $B_{ml}^{\%}$ y T_{mg} (Ecuación (6.4)). Sin embargo, en este capítulo, se emplean vectores de medición con tres o cuatro componentes ($B_{ml}^{\%}$, T_{mg} , $B_{mg}^{\%}$ y N_{mg}) para implementar el estimador propuesto en la Sección 6.3, véase las Ecuaciones (6.10a) y (6.10b). Desde el punto de vista de la observabilidad, las salidas $B_{mg}^{\%}$ y N_{mg} son redundantes en el sentido de que removerlas del vector de mediciones no provoca pérdida de observabilidad [173].

Las salidas o mediciones redundantes pueden mejorar el rendimiento de la estimación de estados, ya que proporcionan más información sobre el estado del sistema. Las mejoras en la observabilidad pueden darse de varias maneras:

- Reducción de la ambigüedad: Cuando existen múltiples mediciones del mismo estado, es menos probable que una sola medición esté incorrecta. Esto disminuye la ambigüedad en la estimación del estado, lo que conduce a una estimación más precisa.
- Aumenta la robustez frente a errores de medición: Incluso si una de las mediciones es incorrecta, las otras mediciones aún pueden utilizarse para producir una estimación confiable del estado. Esto hace que la estimación del estado sea más robusta frente a errores de medición.
- Mejora la reconstrucción del estado: La información adicional de las mediciones redundantes puede utilizarse para reconstruir el estado del sistema de manera más precisa. Esto es especialmente beneficioso para sistemas difíciles de modelar o sujetos a ruido.

En general, puede afirmarse que la redundancia en las salidas o mediciones conduce a una estimación más precisa y confiable del estado interno del sistema. En este caso en particular, esto mejora significativamente el rendimiento del estimador de sobresaturación propuesto, ya que, como se verá en las secciones siguientes, el error en la estimación de la

sobresaturación depende en gran medida del error en la estimación de los estados.

6.2.4. Observabilidad en sistemas con más salidas que entradas

La observabilidad en sistemas con más salidas que entradas está estrechamente relacionada con la redundancia de las salidas. Es importante destacar que, en todos los modelos del proceso de cristalización utilizados en esta tesis, el vector de entrada bidimensional es el mismo (Ecuación (6.3)). Sin embargo, el vector de salida y su dimensión varían.

En el capítulo 5, se emplea un vector de mediciones h_p de cinco dimensiones (Ecuación 5.49) para estimar los parámetros de los modelos de cristalización C y sobresaturación. En este capítulo, en la Sección 6.3.1, se exploran dos diseños diferentes para el estimador de sobresaturación: el Diseño 1 utiliza un vector de mediciones con tres salidas, y el Diseño 2 emplea un vector de mediciones con cuatro salidas, ecuaciones (6.10a) y (6.10b).

En todos los casos mencionados anteriormente, el número de salidas es mayor que el número de entradas. Gauthier y Kupka [168], [169] demostraron matemáticamente que cuando el número de salidas es mayor que el número de entradas, la observabilidad es genérica en un sentido muy fuerte para clases muy generales de funciones de control. Esto significa que, para la mayoría de los sistemas con más salidas que entradas, la observabilidad está garantizada, incluso para una amplia variedad de funciones de control. La suposición de genericidad permite hacer afirmaciones generales sobre la factibilidad de la observabilidad del sistema sin tener en cuenta casos excepcionales específicos.

6.3. Diseño del Estimador de Sobresaturación Basado en Modelo (ESBM)

Esta sección se enfoca en el diseño de un estimador de sobresaturación basado en el modelo de cristalización C (Ecuación. (5.35)) y en el modelo

de sobresaturación (Ecuaciones (5.45) - (5.47)) obtenidos en el Capítulo 5. La Figura 6.1 muestra la estructura preliminar básica del estimador propuesto. El modelo matemático del estimador de sobresaturación se define mediante la Ecuación (6.9), que representa un proceso estocástico dependiente de $\hat{x}$, con media $\mathbb{E}(\widehat{SS}(k))$ y varianza $\sigma_{\widehat{SS}}^2(k)$. La dinámica del estimador está dada por el filtro no lineal (nf). Las salidas del estimador son la sobresaturación estimada $\widehat{SS}(k)$ y su varianza $\sigma_{\widehat{SS}}^2(k)$.

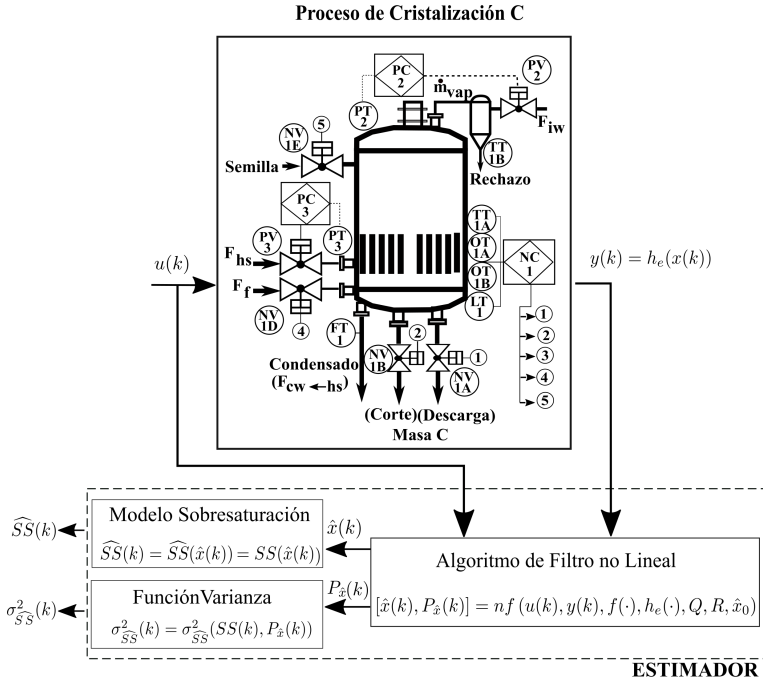


Figura 6.1: Estructura preliminar del ESBM propuesto.

Los estados del proceso de cristalización C y su matriz de covarianza se estiman utilizando un filtro no lineal (nf) apropiado. El modelo del proceso en tiempo discreto utilizado en el nf de la Ecuación (6.9) está dado por la Ecuación (5.35). A partir de esta sección en adelante, se emplearán diferentes vectores de salida libres de ruido h_e . Estos serán diferentes al

vector de salida h_p utilizado en el Capítulo 5, ya que naturalmente no incluirán a la SS , que es la variable a estimar. La varianza del estimador $\sigma_{SS}^2(k)$ se obtiene mediante un método estándar de aproximación de covarianza (consultar el Capítulo 14 de Simon [174]). La sobresaturación estimada $\widehat{SS}(k)$ se obtiene sustituyendo los estados del proceso $x(k)$, Ecuación (5.37), por los estados estimados $\hat{x}(k)$ en el modelo de sobresaturación.

$$\begin{cases} [\hat{x}(k), P_{\hat{x}}(k)] = \text{nf}(u(k), y(k), f(\cdot), h_e(\cdot), Q, R, \hat{x}_0), & \hat{x}(0) = \hat{x}_0 \\ \widehat{SS}(k) = \widehat{SS}(\hat{x}(k)) = SS(\hat{x}(k)) & (\text{Eq. 5,46}) \\ \sigma_{SS}^2(k) = \sigma_{SS}^2(SS(k), P_{\hat{x}}(k)) \end{cases} \quad (6.9)$$

El diseño del estimador de sobresaturación implica tres pasos clave. Primero, la selección de un vector de mediciones apropiado h_e (Sección 6.3.1). Segundo, la estimación de los estados no medibles del proceso $x_1(k) = m_w(k), x_2(k) = m_i(k), x_4(k) = m_s(k)$ (Sección 6.3.2). Finalmente, el cálculo de las funciones de sesgo y varianza para obtener las bandas de error del estimador como una medida de su desempeño (Sección 6.3.3).

6.3.1. Selección del vector de medición libre de ruido para el estimador de estados del proceso

La elección de un vector de mediciones adecuado $h_e(x(k))$ es un aspecto importante en el diseño del estimador. Se requiere una combinación de sensores que logre un equilibrio óptimo entre el costo y la información que proporcionan. En la Tabla 5.2 se mostraron las variables medidas y los instrumentos de medición utilizados en este caso de estudio. Es importante destacar que la sobresaturación no se incluye en los componentes de este vector $h_e(x(k))$, ya que es la variable a estimar.

En los procesos de cristalización de la industria azucarera, se miden comúnmente en línea de cuatro variables: el brix de la masa $B_{mg}^{\%}$, el brix del licor madre, la $B_{ml}^{\%}$, el nivel de la masa N_{mg} y la temperatura de la masa T_{mg} [9]. El vector de mediciones $h_e(x(k))$ puede ser seleccionado a partir de una combinación de estas variables. Algunos ejemplos de

posibles vectores de medición incluyen: $h_e(x(k)) = [B_{ml}^{\%}(k), N_{mg}(k)]^T$, $h_e(x(k)) = [B_{mg}^{\%}(k), B_{ml}^{\%}(k), T_{mg}(k)]^T$, entre otros.

Es relevante mencionar que, como se evidencia en las ecuaciones (5.46) y (5.47), la temperatura de la masa tiene una influencia significativa en la sobresaturación. Por lo tanto, medir la temperatura de la masa se vuelve esencial para minimizar los errores en la estimación de la sobresaturación. En consecuencia, los vectores de medición que no incluyen la temperatura de la masa se descartan automáticamente.

En la Sección 6.2 se comprobó que el proceso de cristalización es observable con tan solo dos mediciones. Sin embargo, los posibles vectores de medición con dos componentes se descartan debido a que no proporcionan información suficiente para obtener un estimador con un error aceptable. En este caso, un error superior a 0,0625 unidades de error absoluto es inaceptable, ya que abarcaría gran parte de la zona de operación y no sería útil [147], ver figura 4.2. Esto deja cuatro posibles vectores de medición:

$$h_e(x(k)) = [B_{ml}^{\%}(k), B_{mg}^{\%}(k), N_{mg}(k), T_{mg}(k)]^T$$

$$h_e(x(k)) = [B_{ml}^{\%}(k), N_{mg}(k), T_{mg}(k)]^T$$

$$h_e(x(k)) = [B_{ml}^{\%}(k), B_{mg}^{\%}(k), T_{mg}(k)]^T$$

$$h_e(x(k)) = [B_{mg}^{\%}(k), N_{mg}(k), T_{mg}(k)]^T$$

Los dos últimos posibles vectores se descartan debido a que, como se comprobó mediante simulaciones durante el desarrollo de esta investigación, conducen a estimadores de sobresaturación con un rendimiento pobre. En consecuencia, solo quedan dos opciones para la selección del vector de mediciones $h_e(x(k))$:

$$h_e(x(k)) = [B_{ml}^{\%}(k), B_{mg}^{\%}(k), N_{mg}(k), T_{mg}(k)]^T \quad (6.10a)$$

$$h_e(x(k)) = [B_{ml}^{\%}(k), N_{mg}(k), T_{mg}(k)]^T \quad (6.10b)$$

El Diseño 1 (Ecuación (6.10a)) implica el uso del vector de mediciones completo y conduce a un estimador de sobresaturación con un buen

desempeño. El Diseño 2 (Ecuación (6.10b)) implica el uso de un vector de mediciones reducido y conduce a un rendimiento ligeramente inferior pero con el requerimiento de un sensor físico menos y menor costo de implementación.

6.3.2. Estimación de los estados del proceso

El vector de estados del modelo de cristalización C se definió en la ecuación (5.37):

$$\begin{aligned} x(k) &= [x_1(k), x_2(k), x_3(k), x_4(k), x_5(k)]^T \\ &= [m_w(k), m_i(k), m_c(k), m_s(k), T_{mg}(k)]^T \end{aligned}$$

El único estado del proceso que se puede medir directamente es la temperatura de la masa $x_5(k) = T_{mg}(k)$. Dado que no es posible obtener mediciones en tiempo real de todos los estados del proceso, se hace necesario estimarlos. En la Sección 6.2 se demostró que el sistema es observable, incluso cuando se utilizan solamente dos salidas para formar el vector de mediciones libre de ruido, h_e . Dado que el proceso es observable, se pueden emplear diversas técnicas de filtrado no lineal disponibles en la literatura para la estimación de estados. En este contexto, la familia de algoritmos de filtros no lineales de Kalman (NKF) destaca como la más utilizada en la industria de procesos químicos.

El principio fundamental de los NKF, radica en estimar de manera recursiva el estado actual de un sistema a partir de dos fuentes: el modelo del proceso y las mediciones disponibles en línea [175]. La teoría subyacente de los NKF ha avanzado considerablemente en las últimas décadas, dando lugar a numerosas variantes como el filtro de Kalman extendido (EKF), el filtro de Kalman Unscented (UKF), el filtro de Kalman Unscented aleatorizado (RUKF), el filtro de Kalman Unscented adaptativo (AUKF), el filtro de Kalman de cubatura (CUK), el filtro de Kalman de diferencia central (CDFK), entre otros [176]. En un análisis comparativo realizado por Mesbah y colaboradores [177] sobre técnicas de estimación no lineal aplicadas a procesos de cristalización por lotes, se concluyó que tanto el EKF como el UKF son los más utilizados, brindando estimaciones precisas del estado y un rendimiento satisfactorio.

Basados en los estudios comparativos realizados, en esta tesis se empleó el UKF para estimar los estados del proceso de cristalización $\hat{x}(k)$. El UKF destaca por su facilidad de implementación y una aproximación más precisa en comparación con el EKF [177], [178]. Además, los algoritmos más complejos y avanzados probados (RUKF, AUKF, CUK) no mejoraron significativamente los resultados finales de este trabajo.

El UKF utiliza una transformación unscented (TU), evitando la necesidad de linealizar los modelos del sistema y de las mediciones. La TU se basa en la idea de que es más sencillo aproximar una distribución gaussiana que una función o transformación no lineal arbitraria. El método consiste en seleccionar un conjunto de puntos llamados puntos sigma χ , de tal manera que su media y covarianza coincidan con las de la variable aleatoria x del proceso. Luego, se aplica la transformación no lineal f a cada punto sigma para generar una nube de puntos transformados $y = f(\chi)$. Luego se calculan la esperanza y la covarianza de estos puntos transformados ($\mathbb{E}[y]$, P_y) [178]. La Figura 6.2 ilustra la propagación de la varianza y la media, empleando la aproximación lineal y la TU, respectivamente.

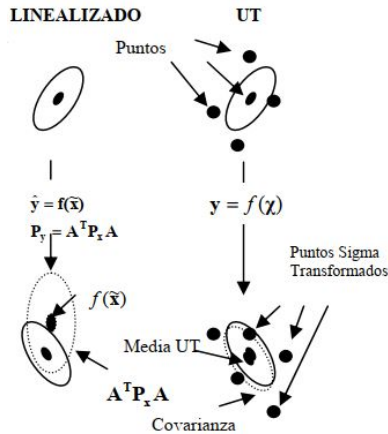


Figura 6.2: Propagación de la media y la varianza y mediante la aproximación lineal que utiliza el EKF y la TU que implementa el UKF respectivamente. La TU evidencia una mejor aproximación de la media y la varianza.

El algoritmo UKF se ha abordado ampliamente en la literatura científica, por lo que no profundizaremos en sus ecuaciones. En el Apéndice B se ofrece una breve descripción del algoritmo UKF empleado en esta tesis, basado en las ecuaciones 14.56 a 14.67 de Simon [174]. Específicamente, las ecuaciones B.7 y B.8 detallan la selección de los puntos sigma. Para mayor comodidad en la notación, en adelante, se representa el algoritmo UKF de manera compacta como el operador ukf .

Cuando se aplica el operador ukf al sistema dinámico caracterizado por la ecuación (5.35), se obtiene el vector de estados estimados *a posteriori* $\hat{x}(k) = \hat{x}(k)^+$ y la matriz covarianza asociada a la estimación *a posteriori* $P_{\hat{x}}(k) = P_{\hat{x}}(k)^+$:

$$[\hat{x}(k), P_{\hat{x}}(k)] = \text{ukf}(u(k), y(k), f(\cdot), h_e(\cdot), Q, R, \hat{x}_0) \quad (6.11)$$

$$P_{\hat{x}}(k) = \mathbb{E} \left\{ [\hat{x} - \mathbb{E}(\hat{x}(k))] [\hat{x} - \mathbb{E}(\hat{x}(k))]^T \right\} \quad (6.12)$$

El error de estimación $\tilde{x}(k)$ del UKF se define como la diferencia entre el estado real $x(k)$ y estado estimado $\hat{x}(k)$:

$$\tilde{x}(k) = x(k) - \hat{x}(k) \quad (6.13)$$

El sesgo de la estimación está dado por:

$$\mathbb{E}(\tilde{x}(k)) = x(k) - \mathbb{E}(\hat{x}(k)) \quad (6.14)$$

La matriz de covarianza del error está dada por:

$$P_{\tilde{x}}(k) = \mathbb{E} \left\{ [\tilde{x} - \mathbb{E}(\tilde{x}(k))] [\tilde{x} - \mathbb{E}(\tilde{x}(k))]^T \right\} \quad (6.15)$$

La precisión de la estimación del filtro se obtiene reemplazando las ecuaciones (6.13) y (6.14) en la ecuación (6.15).

$$P_{\tilde{x}}(k) = P_{\hat{x}}(k) \quad (6.16)$$

6.3.3. Error del ESBM

El proceso de cristalización debe operar dentro de la zona intermedia (SS aproximadamente entre 1.10 y 1.35 unidades). Esto representa

un rango de operación de 0.25 unidades. En consecuencia, un error de $\pm 0,125$ unidades en la sobresaturación estimada abarca prácticamente toda la zona de operación. Esto es especialmente crítico si el sistema de control debe mantener la sobresaturación cerca pero por debajo del límite superior [147]. Por lo tanto, determinar la magnitud del error de estimación es fundamental al diseñar cualquier estimador de sobresaturación. Esta sección aborda las cuestiones de diseño relacionadas con el error del estimador.

6.3.3.1. Función de error cuadrático medio (FECM) del ESBM

El error cuadrático medio (ECM) de un estimador $\hat{\theta}$ con respecto al parámetro desconocido θ se define como:

$$\text{ECM} = \left(\text{sesgo} \left(\hat{\theta}, \theta \right) \right)^2 + \text{Var}(\theta) \quad (6.17)$$

Definición: La función de Error Cuadrático Medio (FECM) del ESBM se define mediante la siguiente ecuación:

$$\begin{aligned} \text{FECM} \left(\widehat{SS}(k) \right) &= \underbrace{\left[SS(k) - \mathbb{E} \left(\widehat{SS}(k) \right) \right]^2}_{\text{Función de sesgo}} + \underbrace{\text{var} \left(\widehat{SS}(k) \right)}_{\text{Función de Varianza}} \\ &= \mathbb{E} \left(\widetilde{SS}(k) \right)^2 + \sigma_{\widetilde{SS}}^2(k) \end{aligned} \quad (6.18)$$

donde $SS(k)$ es la salida del modelo de sobresaturación en tiempo discreto (Ec. 5.46), $\widehat{SS}(k)$ es la función de estimación y $\widetilde{SS}(k) = SS(k) - \widehat{SS}(k)$ es la función del error de estimación.

Las funciones de sesgo y varianza del estimador de sobresaturación están dadas por (la demostración matemática se muestra en el Apéndice C):

$$\begin{aligned} \mathbb{E} \left(\widetilde{SS}(k) \right) &\approx - \sum_{i=1}^5 \frac{\partial SS(x)}{\partial x_i} \mathbb{E}(\tilde{x}_i(k)) = 2,61 \times 10^{-4} \mathbb{E}(\tilde{x}_1(k)) \\ &\quad - 1,83 \times 10^{-5} \mathbb{E}(\tilde{x}_2(k)) - 7,05 \times 10^{-5} \mathbb{E}(\tilde{x}_4(k)) \\ &\quad + 1,52 \times 10^{-2} \mathbb{E}(\tilde{x}_5(k)) \end{aligned} \quad (6.19)$$

$$\begin{aligned}
 \sigma_{\widetilde{SS}}^2(k) &\approx \sum_{i=1}^5 \left(\frac{\partial SS(x)}{\partial x_i} \right)^2 \sigma_{\hat{x}_i}^2 \\
 &+ 2 \sum_{i=1}^4 \sum_{j=i+1}^5 \left(\frac{\partial SS(x)}{\partial x_i} \right) \left(\frac{\partial SS(x)}{\partial x_j} \right) \sigma_{\hat{x}_i \hat{x}_j} = 6,81 \times 10^{-8} \sigma_{\hat{x}_1}^2 \\
 &+ 3,35 \times 10^{-10} \sigma_{\hat{x}_2}^2 + 4,96 \times 10^{-9} \sigma_{\hat{x}_4}^2 + 2,31 \times 10^{-4} \sigma_{\hat{x}_5}^2 \\
 &- 9,55 \times 10^{-9} \sigma_{\hat{x}_1 \hat{x}_2} - 3,67 \times 10^{-8} \sigma_{\hat{x}_1 \hat{x}_4} + 7,93 \times 10^{-6} \sigma_{\hat{x}_1 \hat{x}_5} \\
 &+ 2,58 \times 10^{-9} \sigma_{\hat{x}_2 \hat{x}_4} - 5,56 \times 10^{-7} \sigma_{\hat{x}_2 \hat{x}_5} - 2,14 \times 10^{-6} \sigma_{\hat{x}_4 \hat{x}_5}
 \end{aligned} \tag{6.20}$$

donde las derivadas parciales $\partial SS(x(k))/\partial x_i(k)$, $i = 1, \dots, 5$ son las funciones de sensibilidad del estimador (ver Apéndice C).

Debido a la alta influencia de la solubilidad de la solución $q_{s/w,sat}$ (Ecs. 5.43 y 5.47) en la sobresaturación, el coeficiente $\partial SS(x)/\partial x_5 \gg \partial SS(x)/\partial x_i$, $i = 1, 2, 4$. Si las funciones de sesgo y varianza de la estimación de la temperatura $(\mathbb{E}(\tilde{x}_5(k)), \sigma_{\tilde{x}_5}^2(k))$ son comparables a las de los otros estados estimados, entonces el término $\partial SS(x)/\partial x_5$ domina la función del error cuadrático medio del estimador. Como resultado, las funciones de sesgo y varianza pueden aproximarse de la siguiente manera:

$$\mathbb{E}(\widetilde{SS}(k)) \approx \frac{\partial SS(x)}{\partial x_5} \mathbb{E}(\tilde{x}_5(k)) = 1,52 \times 10^{-2} \mathbb{E}(\tilde{x}_5(k)) \tag{6.21}$$

$$\sigma_{\widetilde{SS}}^2(k) \approx \left(\frac{\partial SS(x)}{\partial x_5} \right)^2 \sigma_{\tilde{x}_5}^2 = 2,31 \times 10^{-4} \sigma_{\tilde{x}_5}^2 \tag{6.22}$$

Reemplazando las ecuaciones (6.21) y (6.22) en la FECM del estimador (Eq. 6.18), se obtiene:

$$\begin{aligned}
 \text{FECM}(\widehat{SS}(k)) &= \sigma_{\widetilde{SS}}^2(k) + \mathbb{E}(\widetilde{SS}(k))^2 \\
 &\approx \left(\frac{\partial SS(x)}{\partial x_5} \right)^2 \underbrace{\left(\sigma_{\tilde{x}_5}^2 + \mathbb{E}(\tilde{x}_5(k))^2 \right)}_{\text{FECM}(\hat{x}_5(k))} \approx 2,31 \times 10^{-4} \text{FECM}(\hat{x}_5(k))
 \end{aligned} \tag{6.23}$$

Se observa en la ecuación (6.23) que la FECM del estimador de sobresaturación es aproximadamente proporcional a la FECM de la temperatura estimada $\hat{T}_{mg}(k) = \hat{x}_5(k)$.

6.3.3.2. Mejoras en el error de estimación

El coeficiente de sensibilidad $\partial SS(x)/\partial x_5$ en la ecuación (6.23) no se puede modificar porque es inherente a la estructura del estimador derivada de la ecuación (5.46). Por tanto, la única posibilidad para minimizar la FECM del estimador de sobresaturación es minimizar la FECM de la temperatura estimada.

Afortunadamente, la temperatura de la masa es el único estado del proceso que se puede medir de manera fácil y económica. Por lo tanto, la elección adecuada para el diseño del estimador de sobresaturación es utilizar la temperatura de la masa medida $T_{mg}^{med}(k)$ en lugar de su valor estimado $\hat{T}_{mg}(k) = \hat{x}_5(k)$ (el superíndice *med* se refiere a datos medidos). Esto se debe a que las mediciones de temperatura proporcionadas por un termómetro calibrado de buena calidad presentan menor sesgo y varianza que las estimaciones indirectas.

Dado que el estado x_5 puede medirse directamente, se reemplazará $\hat{x}_5(k)$ por $x_5^{med}(k) = T_{mg}^{med}(k)$ en el vector de estados estimados $\hat{x}(k)$. Además, dado que $SS(k)$ no depende del estado x_3 (masa de cristales), este se elimina del vector $\hat{x}(k)$. Por lo tanto, el nuevo vector de estados estimados $\hat{x}^*(k)$ y la matriz de covarianza a posteriori $P_{\hat{x}^*}(k)$ se definen como:

$$\begin{aligned}\hat{x}^*(k) &= [\hat{x}_1(k), \hat{x}_2(k), \hat{x}_4(k), x_5^{med}(k)]^T \\ &= [\hat{m}_w(k), \hat{m}_i(k), \hat{m}_s(k), T_{mg}^{med}(k)]^T \in \mathbb{R}^{+(4 \times 1)}\end{aligned}\quad (6.24)$$

$$P_{\hat{x}^*}(k) = \left\{ [\hat{x}^*(k) - \mathbb{E}(\hat{x}^*(k))] [\hat{x}^*(k) - \mathbb{E}(\hat{x}^*(k))]^T \right\} \in \mathbb{R}^{4 \times 4}\quad (6.25)$$

Dado que los estados estimados $\hat{x}_3(k)$ y $\hat{x}_5(k)$ no se utilizan para calcular la sobresaturación, es posible diseñar un estimador de estado no lineal de orden reducido que no los estime, por ejemplo, un UKF de orden reducido [179]. Como se menciona en la Sección 6.3.2, existen numerosas alternativas disponibles para la selección del estimador de estado del proceso. Esta tesis no tiene como objetivo encontrar el mejor estimador de estado de orden completo o reducido para el proceso de cristalización de azúcar, sino obtener un estimador relativamente simple y robusto que

permita una estimación aceptable de la sobresaturación. Por lo tanto, por simplicidad y practicidad, se utiliza un UKF de orden completo estándar.

Aunque la estimación de la temperatura de la masa $\hat{x}_5(k)$ no es requerida para calcular la sobresaturación, puede emplearse para identificar posibles fallos en el proceso de estimación de la sobresaturación. La detección de un mal funcionamiento o fallo del estimador puede realizarse comparando las lecturas del termómetro $x_5^{med}(k)$ con los valores estimados $\hat{x}_5(k)$ y evaluando si las diferencias (residuos o discrepancias) superan ciertos umbrales predefinidos [180]-[182].

6.3.3.3. Varianza, desviación estándar y límites de error del estimador de sobresaturación

La varianza de la medición de la temperatura $\sigma_{x_5^{med}}^2$ se estima aproximadamente a partir de la tolerancia del termómetro de resistencia RTD-PT100 Clase B utilizado en el proceso. La tolerancia se describe mediante la fórmula [146]:

$$\text{Tol} = \pm(0,3 + 0,005x_5^{med})(^{\circ}C) \quad (6.26)$$

Suponiendo que las mediciones de temperatura siguen una distribución normal, la regla de tres-sigmas establece que casi todos los valores que se encuentren dentro de tres desviaciones estándar de la media pueden considerarse altamente confiables. Por lo tanto, asumiendo que la tolerancia tiene aproximadamente un nivel de confianza de tres desviaciones estándar de ancho:

$$3\sigma_{x_5^{med}}(k) \approx 0,3 + 0,005x_5^{med}(k) \quad (6.27)$$

Despejando en la ecuación anterior, la desviación estándar y la varianza de la medición de temperatura de la masa se calculan aproximadamente como:

$$\sigma_{x_5^{med}}(k) \approx 0,1 + 0,0017x_5^{med}(k) \quad (6.28)$$

$$\sigma_{x_5^{med}}^2(k) \approx (0,1 + 0,0017x_5^{med}(k))^2 \quad (6.29)$$

La varianza del estimador de sobresaturación se obtiene sustituyendo las entradas de la matriz $P_{\hat{x}^*}(k)$ en la ecuación (6.20):

$$\begin{aligned}\sigma_{\widehat{SS}}^2(k) &\approx 6,81 \times 10^{-8} \sigma_{\hat{x}_1}^2 + 3,35 \times 10^{-10} \sigma_{\hat{x}_2}^2 + 4,96 \times 10^{-9} \sigma_{\hat{x}_4}^2 \\ &\quad + 2,31 \times 10^{-4} \sigma_{x_5^{med}}^2 - 9,55 \times 10^{-9} \sigma_{\hat{x}_1 \hat{x}_2} - 3,67 \times 10^{-8} \sigma_{\hat{x}_1 \hat{x}_4} \\ &\quad + 7,93 \times 10^{-6} \sigma_{\hat{x}_1 x_5^{med}} + 2,58 \times 10^{-9} \sigma_{\hat{x}_2 \hat{x}_4} \\ &\quad - 5,56 \times 10^{-7} \sigma_{\hat{x}_2 x_5^{med}} - 2,14 \times 10^{-6} \sigma_{\hat{x}_4 x_5^{med}}\end{aligned}\quad (6.30)$$

Como se discutió anteriormente (consulte la Ec. 6.22), la $\sigma_{\widehat{SS}}^2(k)$ puede aproximarse como:

$$\begin{aligned}\sigma_{\widehat{SS}}^2(k) &= \sigma_{\widehat{SS}}^2(x_5^{med}(k)) \approx \left(\frac{\partial SS(x)}{\partial x_5} \right)^2 \sigma_{x_5^{med}}^2(k) \\ &= 2,31 \times 10^{-4} \sigma_{x_5^{med}}^2(k)\end{aligned}\quad (6.31a)$$

Reemplazando $\sigma_{x_5^{med}}$ (Ec. 6.29) en la ecuación (6.31a) se obtiene:

$$\sigma_{\widehat{SS}}^2(k) \approx 2,31 \times 10^{-4} (0,1 + 0,0017 x_5^{med}(k))^2 \quad (6.31b)$$

La desviación estándar del estimador de sobresaturación se calcula aproximadamente como:

$$\begin{aligned}\sigma_{\widehat{SS}}(k) &= \sqrt{\sigma_{\widehat{SS}}^2(k)} \approx \left(\frac{\partial SS(x)}{\partial x_5} \right) \sigma_{x_5^{med}}(k) \\ &= 1,52 \times 10^{-2} (0,1 + 0,0017 x_5^{med}(k))\end{aligned}\quad (6.32)$$

Dado que la temperatura de la masa se mide con un termómetro bien calibrado, su sesgo es muy pequeño, es decir:

$$\mathbb{E}(\tilde{x}_5^{med}(k)) = x_5(k) - \mathbb{E}(x_5^{med}(k)) \approx 0 \quad (6.33)$$

Por lo tanto, el estimador es aproximadamente insesgado:

$$\begin{aligned}\mathbb{E}(\widehat{SS}(k)) &\approx \frac{\partial SS(x)}{\partial x_5} \mathbb{E}(\tilde{x}_5^{med}(k)) = 1,52 \times 10^{-2} \mathbb{E}(\tilde{x}_5^{med}(k)) \approx 0 \\ \Rightarrow \mathbb{E}(\widehat{SS}(k)) &\approx SS(k)\end{aligned}\quad (6.34)$$

La función de error de tres desviaciones estándar con respecto a la media de la estimación es aproximadamente:

$$\epsilon_{\widehat{SS}}^{3\sigma}(k) = \mathbb{E} \left(\widehat{SS}(k) \right) \pm 3\sigma_{\widehat{SS}}(k) \approx SS(k) \pm 3\sigma_{\widehat{SS}}(k) \quad (6.35)$$

Finalmente, reemplazando la desviación estándar (Ec. 6.32) en la ecuación (6.35) se obtiene la banda de error o a los intervalos de confianza del estimador:

$$\begin{aligned} \epsilon_{\widehat{SS}}^{3\sigma}(k) &\approx SS(k) \pm 3 \frac{\partial SS(x)}{\partial x_5} \sigma_{x_5^{med}}(k) \\ &= SS(k) \pm 4,56 \times 10^{-2} (0,1 + 0,0017x_5^{med}(k)) \end{aligned} \quad (6.36)$$

6.3.4. Modelo completo del estimador de sobresaturación y algoritmo de implementación.

En resumen, siguiendo el análisis realizado en esta sección, el estimador de sobresaturación aproximadamente insesgado está completamente definido y se expresa como:

$$\left\{ \begin{aligned} [\hat{x}(k), P_{\hat{x}}(k)] &= \text{ukf}(u(k), y(k), f(\cdot), h_e(\cdot), Q, R, \hat{x}_0), \hat{x}(0) = \hat{x}_0 \\ \widehat{SS}(k) &= SS(\hat{x}^*(k)) \\ \sigma_{\widehat{SS}}^2(k) &= \sigma_{\widehat{SS}}^2(x_5^{med}(k)) \approx \left(\frac{\partial SS(x)}{\partial x_5} \right)^2 \sigma_{x_5^{med}}^2(k) \\ &= 2,31 \times 10^{-4} (0,1 + 0,0017x_5^{med}(k))^2 \end{aligned} \right. \quad (6.37)$$

con

$$\begin{aligned} \widehat{SS}(k) &= SS(\hat{x}^*(k)) \\ &= \frac{\frac{\hat{x}_4(k)}{\hat{x}_1(k)}}{\frac{B_{sat}(x_5^{med}(k))}{100 - B_{sat}(x_5^{med}(k))}} \left[0,996 - 0,0658 \frac{\hat{x}_2(k)}{\hat{x}_1(k)} + 0,004e^{-2,0986 \frac{\hat{x}_2(k)}{\hat{x}_1(k)}} \right] \end{aligned}$$

La Figura 6.3 muestra la estructura final del ESBM, y la Tabla 6.1 presenta el esquema del algoritmo del estimador. Obsérvese que el ESBM

puede ser considerado como un operador dinámico no lineal SS_{est} , que actúa sobre entradas conocidas $u(k)$ y $y(k)$ para proporcionar salidas observadas $\widehat{SS}(k)$ y $\sigma_{\widehat{SS}}^2(k)$.

$$\left[\widehat{SS}(k), \sigma_{\widehat{SS}}^2(k) \right] = SS_{est} (u(k), y(k), f(\bullet), h_e(\bullet), Q, R, \hat{x}_0) \quad (6.38)$$

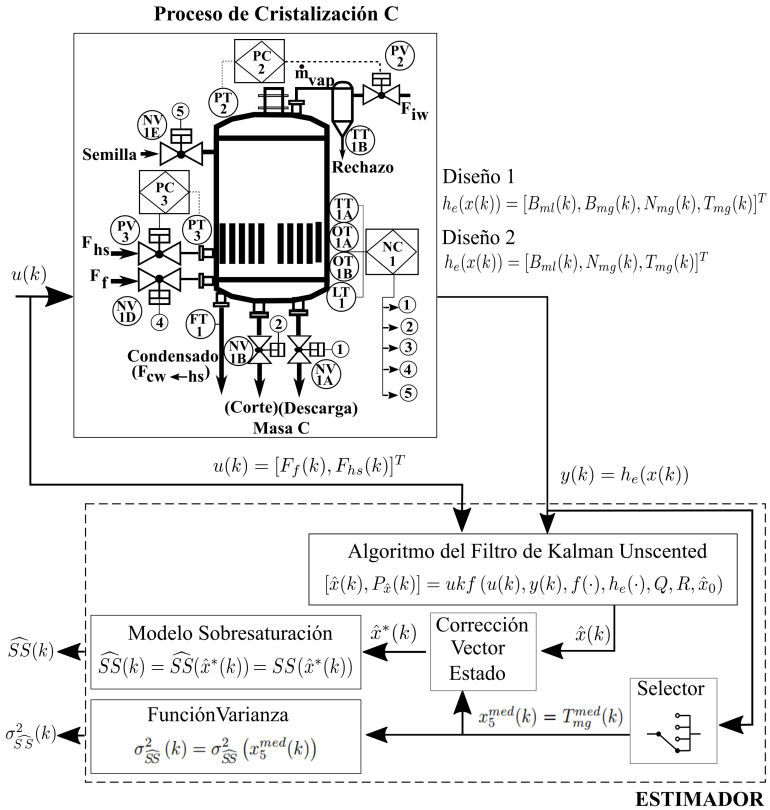


Figura 6.3: Estructura final del ESBM propuesto.

Tabla 6.1: Algoritmo del ESBM.

Algoritmo	
• Inicialización	
1)	Introducción de datos $\rightarrow f(\bullet), h_e(\bullet), Q, R$
2)	Inicialización del UKF $\rightarrow \hat{x}(0) = \hat{x}_0$
• Ciclo de estimación (los pasos 4-8 se ejecutan en cada iteración)	
3)	Inicialización del índice de tiempo $\rightarrow k = 1$
4)	Introducción de entradas $u(k)$ y de $y(k)$: $u(k) = [u_1(k), u_2(k)]^T = [F_f(k), F_{hs}(k)]^T$ $y(k) = h_e(x(k))$ $= \begin{cases} [B_{ml}(k), B_{mg}(k), N_{mg}(k), T_{mg}(k)]^T, & \text{Si Diseño 1} \\ [B_{ml}(k), N_{mg}(k), T_{mg}(k)]^T, & \text{Si Diseño 2} \end{cases}$
5)	Ejecutando el algoritmo UKF un paso en el tiempo: $\hat{x}(x) = \text{ukf}(u(k), y(k), f(\bullet), h_e(\bullet), Q, R, \hat{x}_0)$
6)	Generando $\hat{x}^*(k)$ con $\hat{x}(k)$ y $x_5^{med}(k) = T_{mg}^{med}(k)$: $\hat{x}^*(k) = [\hat{x}_1(k), \hat{x}_2(k), \hat{x}_4(k), x_5^{med}(k)]^T$
7)	Cálculo de las salidas: $\widehat{SS}(k)$ y $\sigma_{\widehat{SS}}^2(k)$ $\widehat{SS}(k) = SS(\hat{x}^*(k)) =$ $\frac{\hat{x}_4(k)}{\hat{x}_1(k)} \frac{B_{sat}(x_5^{med}(k))}{100 - B_{sat}(x_5^{med}(k))} \left[0,996 - 0,0658 \frac{\hat{x}_2(k)}{\hat{x}_1(k)} + 0,004e^{-2,0986 \frac{\hat{x}_2(k)}{\hat{x}_1(k)}} \right]$ $\sigma_{\widehat{SS}}^2(k) = \sigma_{SS}^2(x_5^{med}(k)) \approx \left(\frac{\partial SS(x)}{\partial x_5} \right)^2 \sigma_{x_5^{med}}^2(k)$ $= 2,31 \times 10^{-4} (0,1 + 0,0017x_5^{med}(k))^2$
8)	Incrementar el índice del tiempo $\rightarrow k = k + 1$ y retorno al paso 4

6.4. Resultados y discusión

En esta sección se presentan los resultados obtenidos y se analiza el rendimiento del ESBM. Se compara la salida del estimador con la sobresaturación proporcionada por el modelo, los datos reales y la aproximación

de primer orden de Taylor. El modelo de cristalización C, el modelo de sobresaturación y el estimador fueron simulados con MATLAB® y Simulink® bajo condiciones reales de operación. Las condiciones iniciales de las variables de estado se determinan a partir de mediciones fuera de línea de brix, pureza y nivel en el tiempo $t_{sam} = 0$ s. Las condiciones iniciales del estimador se eligieron aleatoriamente dentro del rango de la zona intermedia. Para evaluar el rendimiento del estimador, se utilizaron los siguientes índices:

1. Error Cuadrático Medio (ECM):

$$ECM = \frac{1}{k_{max}} \sum_{k=1}^{k_{max}} \widetilde{SS}(k)^2 \quad (6.39)$$

2. Tiempo de Alcance (RT): Es el tiempo en el cual el estimador alcanza la banda de error de tres desviaciones estándar ($\pm 3\sigma_{\widetilde{SS}}$).

3. Error Relativo ($e\%$):

$$e\%(k) = \frac{|\widehat{SS}(k) - SS(k)|}{SS(k)} \times 100 \quad (6.40)$$

La Figura 6.4 muestra el comportamiento del estimador de sobresaturación derivado del Diseño 2. Se aprecia que después del tiempo de alcance, todas las señales permanecen dentro de los límites de error calculados de tres desviaciones estándar. La sobresaturación estimada sigue de cerca la proporcionada por el modelo, los datos reales y la aproximación de primer orden de Taylor. Estos resultados fueron consistentes para todos los lotes industriales disponibles. Los errores cuadráticos medios mostraron valores aceptables en el orden de 10^{-4} .

Los errores absolutos máximos obtenidos fueron inferiores a 0,019 unidades, correspondiendo a un error relativo máximo inferior al 1,5 %. Estos valores son favorables y alejados de los valores de error crítico (0.125 unidades de error absoluto, [147]). En este sentido, las bandas de error son mucho más estrechas que el ancho de la zona de operación del proceso (aproximadamente 0.25 unidades), un requisito esencial para que cualquier estimador de sobresaturación sea efectivo [147]. Además,

los errores mejoraron con respecto a los valores informados en investigaciones anteriores centradas en la industria azucarera utilizando otras técnicas de estimación [14], [83], [98].

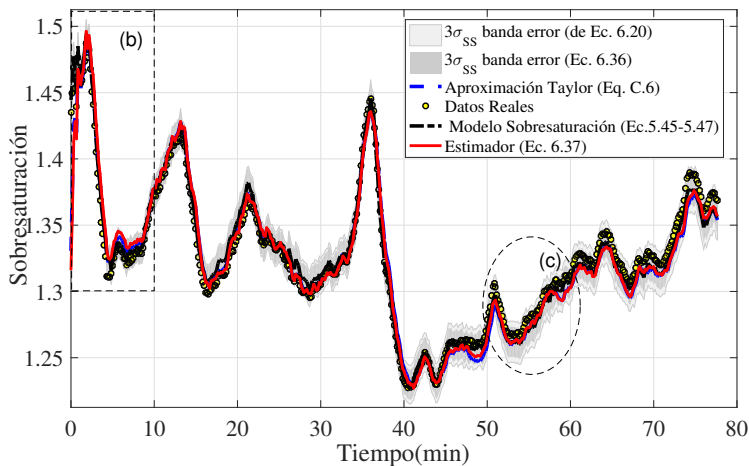
El Tiempo de alcance (RT) depende de cuánto difieran las condiciones iniciales del estimador de las del proceso. En las simulaciones realizadas, el RT fue inferior a tres minutos, lo cual es adecuado para este tipo de procesos y no compromete el desarrollo normal del mismo. Antes de cada ejecución, las condiciones iniciales de las variables de estado pueden determinarse mediante mediciones fuera de línea, lo que permite inicializar el estimador bastante cerca de la sobresaturación inicial y disminuir errores.

Las Figuras 6.5 y 6.6 comparan el desempeño del estimador de sobresaturación para los dos diseños posibles. Los índices de rendimiento sugieren que la elección del Diseño 1 resulta en un comportamiento más favorable del estimador. En el escenario del lote L_3 , presentado en las figuras, la adopción del Diseño 1 conlleva una reducción de aproximadamente el 20 % en el error cuadrático medio, y un 10 % en el tiempo de alcance. Además, los errores relativos máximos fueron ligeramente inferiores con el Diseño 1.

No obstante, el Diseño 2, muestra un desempeño satisfactorio para el proceso de Cristalización C y reduce los costos de implementación al utilizar solo tres sensores. Además, algunas investigaciones previas han presentado resultados contradictorios sobre el uso de sensores de microondas (descartados en el Diseño 2) en masas cocidas de baja pureza, sugiriendo su mayor idoneidad para la primera etapa de cristalización [53]. Por lo que puede ser recomendable elegir el Diseño 2.

Finalmente, se resumen brevemente las principales características del estimador de sobresaturación diseñado:

- 1) Insesgado y mínima varianza práctica: A través del diseño, se obtuvieron expresiones analíticas aproximadas para las funciones de sesgo y varianza. Estas expresiones sirven como guía para actuar sobre los factores que permiten reducirlas. Las ecuaciones (6.21) y (6.22) muestran que al reemplazar la estimación de la temperatura del magma con la medición de un termómetro calibrado de alta



(a) Desempeño del estimador de sobresaturación. Diseño 2. Datos del Lote 3

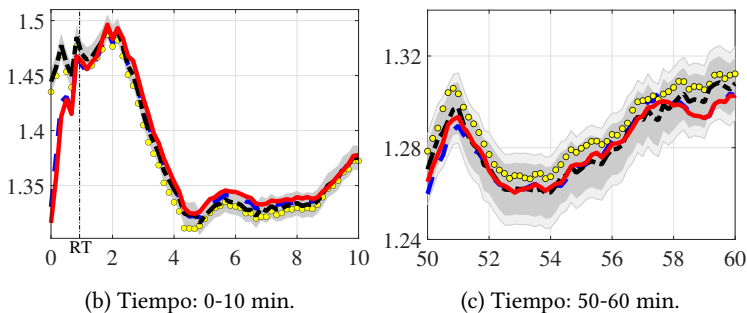
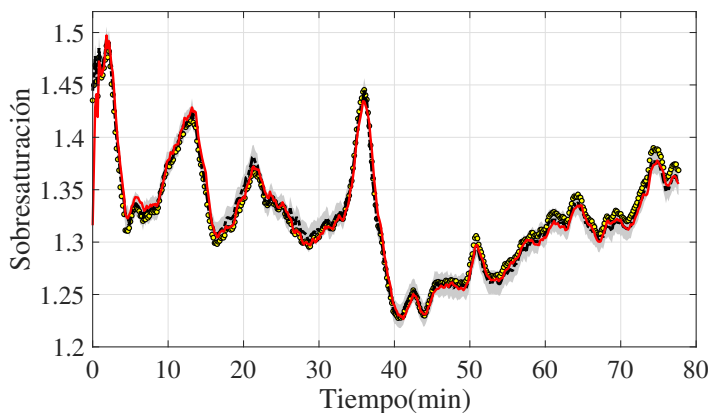
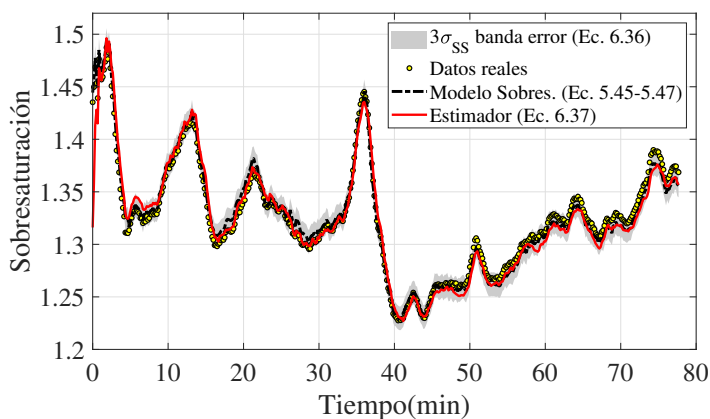


Figura 6.4: Desempeño del estimador de sobresaturación derivado del Diseño 2. La sobresaturación estimada se compara con la predicha por el modelo, con los datos reales y con la aproximación de Taylor de primer orden. La zona gris clara representa la banda de error calculada utilizando la varianza de la temperatura estimada, mientras que la zona gris oscura utiliza la varianza de la medición de temperatura.



(a) Diseño 1: $ECM = 8,63 \times 10^{-5}$; $e\% = 1,32$



(b) Diseño 2: $ECM = 1,018 \times 10^{-4}$; $e\% = 1,4$

Figura 6.5: Desempeño del estimador para ambos diseños posibles. Los índices obtenidos muestran que el Diseño 1 tiene un desempeño ligeramente más favorable; sin embargo, las diferencias no son significativas.

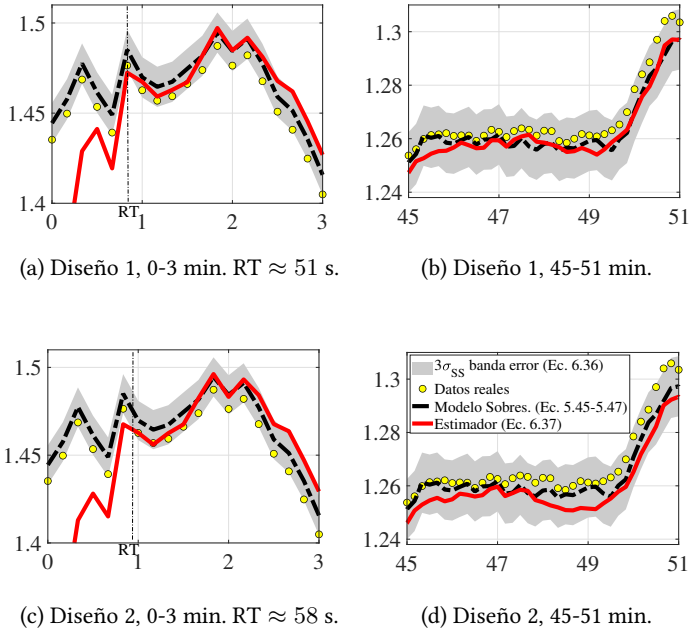


Figura 6.6: Desempeño del estimador para ambos diseños posibles. Tiempos 0-3 min y 45-51 min.

calidad, se obtiene un estimador prácticamente insesgado con una varianza lo suficientemente pequeña como para hacer aceptable el error de estimación.

- 2) Robustez: El estimador propuesto es lo suficientemente robusto como para funcionar no solo con datos simulados obtenidos de modelos determinísticos, sino también con datos reales del proceso industrial operando bajo condiciones normales de funcionamiento.
- 3) La estructura final del ESBM propuesto (Figura 6.3) es relativamente simple, ya que se basa en modelos representativos y confiables del proceso validados experimentalmente, y no necesita de modelos empíricos o subsistemas de caja negra. Además, la implementación de un filtro no lineal de Kalman es una práctica estándar en la

ingeniería de control en la actualidad.

- 4) Flexibilidad: El diseño es flexible, ya que ofrece varias opciones al diseñador durante su desarrollo: i) los modelos de proceso y de sobresaturación pueden modificarse y adaptarse a las particularidades de cada planta y pueden extenderse a la primera etapa de cristalización, ii) el vector de mediciones puede seleccionarse acorde al Diseño 1 o al Diseño 2, iii) como se mencionó anteriormente, existen numerosas alternativas para la elección del estimador de estado completo o de orden reducido del proceso, por ejemplo, las diferentes variantes de la familia de filtros de Kalman no lineales, la familia de filtros de partículas, etc.
- 5) Reaplicabilidad: La simplicidad, transparencia y flexibilidad del diseño, además del uso de variables medibles comúnmente disponibles en cualquier proceso de cristalización de la industria azucarera, facilitan la replicación del estimador propuesto por un equipo de ingenieros experimentados.

6.5. Conclusiones del capítulo

En este capítulo se diseñó un Estimador de Sobresaturación basado en Modelos (ESBM), que sirve como una alternativa práctica para obtener información sobre la sobresaturación en tiempo real en la etapa final de la cristalización. El diseño del estimador se realizó utilizando herramientas clásicas bien establecidas, que incluyen el modelado de primeros principios (modelado físico o de caja blanca), la teoría de control aplicada al análisis de observabilidad, la teoría estadística clásica aplicada a la estimación de parámetros del modelo y técnicas de procesamiento estadístico de señales como: i) estimadores de estado basados en filtros de Kalman no lineales, ii) propagación de incertidumbre y iii) un análisis exhaustivo de errores de estimación. Por lo tanto, la contribución de este capítulo no radica en las herramientas utilizadas, sino en la forma en que se han aplicado para abordar un problema específico y aún abierto en la industria azucarera. Estas técnicas y herramientas se han utilizado de manera innovadora en este contexto particular, resultando en un estimador adecuado y a medida para la cristalización en la industria azucarera.

Las estimaciones de la sobresaturación y sus errores se obtienen indi-

rectamente en tres pasos:

- 1) Se estiman los estados del modelo de cristalización C y sus varianzas (Ecuaciones (6.11) - (6.12)) mediante un Filtro de Kalman Unscented.
- 2) La sobresaturación estimada se obtiene sustituyendo los estados estimados en el modelo de sobresaturación (Ecuación. (5.46)).
- 3) Se calculan el sesgo y la varianza del estimador (Ecuaciones (6.21)-(6.22)) para obtener los límites de error de tres desviaciones estándar.

El enfoque indirecto utilizado en el diseño del estimador puede implementarse debido a la naturaleza bien conocida y desarrollada del proceso de cristalización industrial del azúcar, para el que existen modelos matemáticos precisos y confiables. El estimador propuesto es exitoso debido a la fuerte dependencia de la sobresaturación con la temperatura y al hecho de que la temperatura es el único estado del proceso que se puede medir con precisión y de manera económica. De lo contrario, el error de estimación podría abarcar prácticamente todo el rango de operación, resultando inaceptable para fines prácticos.

Basándose en la premisa de que la buena práctica de ingeniería requiere el uso de sensores con especificaciones conocidas, incluyendo errores, el núcleo de este capítulo reside en el análisis de errores del estimador propuesto.

La metodología empleada en el diseño del estimador exhibe versatilidad, ya que puede aplicarse a otras variables dentro del proceso de cristalización, como la pureza del licor madre, y también a otros procesos que tengan modelos físicos sólidamente establecidos tanto para la variable de interés como para el propio proceso. La extensión de esta metodología se considera como un trabajo futuro. En todos los casos, realizar un análisis exhaustivo del error de estimación resulta fundamental para determinar la idoneidad de un estimador en una aplicación específica.

Aunque la validación con datos experimentales resultó positiva, también se considera como posible trabajo futuro implementar el estimador en una planta real.

ESTRATEGIAS DE CONTROL CON REFERENCIA DE SOBRESATURACIÓN VARIABLE

7.1. Introducción

Este capítulo se enfoca en el control del proceso de cristalización C en la industria azucarera. Como se ha discutido en capítulos anteriores, la eficiencia de la cristalización está directamente relacionada con el monitoreo y control de la sobresaturación, que constituye una variable clave en el proceso [9], [147].

En este contexto, se examinan tres propuestas de control que no consideran la sobresaturación, y se contrastan con dos controladores propuestos por el autor, que utilizan directamente la sobresaturación como variable controlada: un controlador proporcional-integral-derivativo (PID) y un controlador predictivo basado en modelo no lineal (CPBMN).

Con el objetivo de mejorar el control del proceso, se propone introducir una referencia de sobresaturación variable. La referencia variable permite integrar la curva de ebullición en el control de la sobresaturación. La curva de ebullición establece una relación entre el nivel de masa cocida en el evaporador y la concentración deseada, por lo que se puede considerar como un modelo de referencia para la evolución del proceso. La referencia variable se obtiene mediante la aplicación de una función de corrección a un valor de referencia constante, siendo esta función de corrección

dependiente de la curva de ebullición.

Este capítulo se organiza de la siguiente manera: primero, se analizan diversas estrategias de control centradas en la cristalización C que no incluyen la sobresaturación. Luego, se diseñan dos controladores, PID y CPBMN, destinados al control directo de la sobresaturación, y se evalúa su desempeño. A continuación, se introduce el concepto de la referencia de sobresaturación variable y se deriva su ecuación correspondiente, con el objetivo de mejorar el control del proceso. Los controladores PID y CPBMN diseñados se utilizan para el seguimiento de esta referencia variable. Posteriormente, se analiza el desempeño de los controladores al seguir la referencia variable, mostrando las mejoras obtenidas en comparación con el seguimiento de una referencia constante. Finalmente, se presentan las conclusiones del capítulo. Los resultados que se presentan en el desarrollo de este capítulo se obtuvieron mediante simulación en MATLAB® & Simulink®.

7.2. Análisis de estrategias de control

7.2.1. Control de la conductividad eléctrica de la masa cocida

Una opción empleada para monitorear y controlar la cristalización C en la industria azucarera, consiste en emplear el coeficiente de conductividad eléctrica de la masa cocida (κ) como variable controlada. En este enfoque, κ sigue un perfil lineal decreciente mediante un controlador PID. La masa de cristales debería aumentar si κ sigue el punto de ajuste deseado. No obstante, diversas investigaciones experimentales han subrayado las limitaciones inherentes a esta estrategia de control. Por ejemplo, una deficiencia es que la masa de cristales no se incrementa, incluso cuando κ sigue el punto de ajuste deseado [42], [73], [143], [183]. Además, como se discutió en el Capítulo 3, utilizar variables alternativas como indicadoras de la sobresaturación puede no ser apropiado.

7.2.2. Control mediante la curva de ebullición

Una estrategia utilizada a nivel industrial consiste en implementar la denominada curva de ebullición (ver Figura 7.1). Esta curva establece una relación entre el nivel de masa cocida y un valor de concentración ($^{\circ}\text{Bx}$) que se considera adecuado para garantizar la sobresaturación requerida durante la evolución del lote [8], [25], [184].

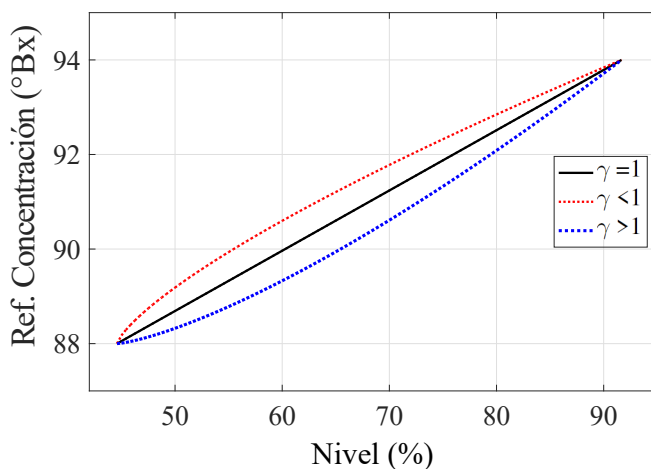


Figura 7.1: Curva Ebullición.

La curva de ebullición puede ser considerada como un modelo de referencia para guiar la evolución del proceso. Tanto la concentración ($^{\circ}\text{Bx}$) como el nivel de masa cocida no permanecen constante durante el procesamiento de un lote; por el contrario, deben aumentar gradualmente hasta alcanzar sus valores finales, pero siguiendo valores adecuados en cada punto.

Por ejemplo, elevar excesivamente la concentración al inicio o en medio del procesamiento del lote no resulta eficiente, ya que para alcanzar el nivel final se requerirá continuar alimentando el evaporador, provocando así una disminución en la concentración. Este descenso obligaría a aumen-

tar nuevamente la concentración para alcanzar el valor final requerido. Estas fluctuaciones de concentración son técnicamente incorrectas, pues implican una masa cocida demasiado densa (con alta concentración) o demasiado diluida (con baja concentración) [23].

Seguir una curva de ebullición apropiada permite obtener una masa cocida sin excesos ni faltantes de miel, ajustando su concentración según el nivel alcanzado en cada punto. Esto se logra equilibrando cuidadosamente la tasa de evaporación de agua y el flujo de alimentación para compensar la sacarosa que migra del licor madre a la fase cristalina [23].

No obstante, basar el control del proceso únicamente en la curva de ebullición no garantiza los valores adecuados de sobresaturación. Además, en la práctica, las curvas son empíricas y se ajustan durante el proceso por los operadores. A pesar de esto, su incorporación en las estrategias de control puede favorecer la evolución general del proceso.

7.2.3. Control de la masa de cristales

La masa de cristales (m_c) es una de las variables importantes en el proceso. Una cristalización eficiente debe garantizar un crecimiento adecuado de la masa de cristales. Al igual que la sobresaturación, la m_c es una variable no medible que requiere estimación para utilizarla en una estrategia de control. En la literatura, se encuentran investigaciones que se enfocan en el control de la m_c . Damour [185] propone un CPBMN con la m_c como variable controlada siguiendo un perfil creciente de 230 kg/min. El controlador utiliza el flujo de alimentación F_f como variable manipulada. Esta estrategia no incorpora información sobre la sobresaturación. El controlador muestra un buen desempeño en el seguimiento del perfil propuesto y en la respuesta frente a perturbaciones en el flujo de vapor. Sin embargo, el control de la m_c por sí solo puede resultar insuficiente para mantener la sobresaturación dentro de la zona de operación.

Para mostrar los posibles inconvenientes de no incorporar la sobresaturación en las estrategias de control, se implementó un CPBMN que utiliza la m_c como variable controlada y F_f como variable manipulada. En la Figura 7.2 se muestra un esquema del CPBMN. Como modelo interno del controlador predictivo se utilizó el modelo dinámico de cristalización

obtenido en el Capítulo 5. Para estimar los estados no medibles del proceso, se empleó el UKF descrito en el estimador propuesto en el Capítulo 6.

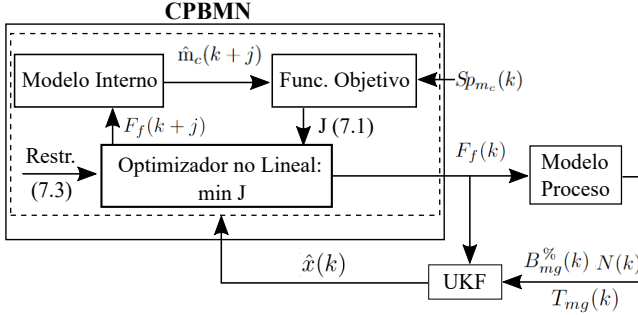


Figura 7.2: Esquema del CPBMN propuesto.

La función objetivo o funcional de costo a minimizar propuesta para adopta una forma cuadrática de los errores y las acciones de control:

$$J = \lambda \sum_{j=1}^{H_p} [Sp_{m_c}(k+j) - \hat{m}_c(k+j)]^2 + \zeta \sum_{j=1}^{H_c-1} [\Delta F_f(k+j)]^2 \quad (7.1)$$

El problema de optimización puede describirse de la forma siguiente:

$$\min_{\Delta F_f} J \quad (7.2)$$

sujeto a

$$0 \text{ m}^3/\text{s} \leq F_f(k) \leq 0,015 \text{ m}^3/\text{s} \quad (7.3)$$

En la Figura 7.3 se muestran los resultados obtenidos con este controlador. Se aprecia que la m_c sigue el perfil propuesto. Sin embargo, la sobresaturación excede el límite de nucleación, lo que aumenta la probabilidad de nucleación espontánea. Esto resalta la necesidad de incluir información de la sobresaturación en las estrategias de control.

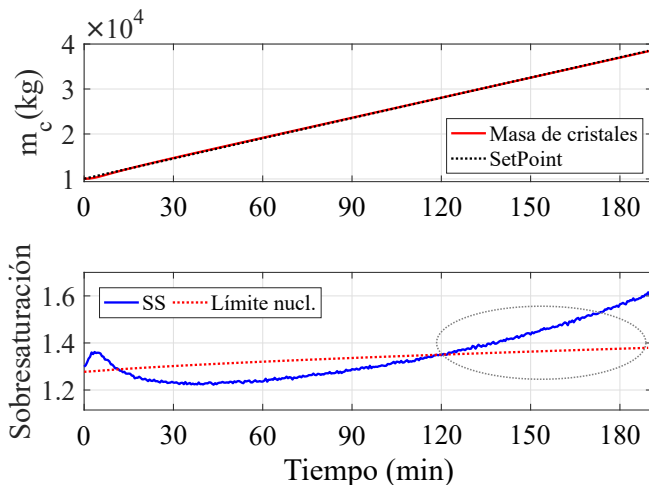


Figura 7.3: a) Estrategia de CPBMN, se utiliza la masa de cristales m_c como variable controlada siguiendo un perfil lineal creciente de 150 kg/min. b) Con este CPBMN, la sobresaturación sobrepasa el límite de nucleación (Ecuación 2.9).

7.2.4. Control directo de la sobresaturación

A continuación se proponen dos controladores que utilizan directamente la sobresaturación como variable controlada: un controlador proporcional-integral-derivativo (PID) y un controlador predictivo basado en modelo no lineal (CPBMN).

7.2.4.1. Controlador PID

A pesar de la disponibilidad de estructuras de control más complejas en la industria, como el control prealimentado (feedforward), el control en cascada o el uso de filtros, se estima que más del 90 % de los controladores utilizados son del tipo PID [186]-[188]. En este contexto, se propone utilizar un controlador PID que sigue una referencia de sobresaturación para el control del proceso.

La Figura 7.4 muestra un esquema del lazo de control propuesto. La señal de error $e(k)$ que entra al controlador PID es la diferencia entre la referencia de sobresaturación $Sp(k)$ y la sobresaturación estimada $\widehat{SS}(k)$ mediante el ESBM propuesto en el Capítulo 6. La variable manipulada es el flujo de alimentación $F_f(k)$.

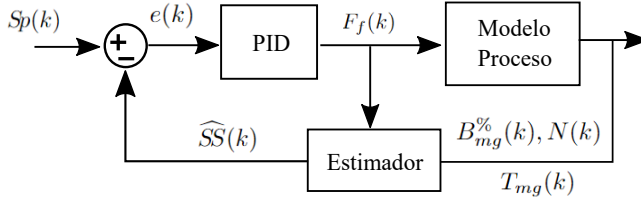


Figura 7.4: Esquema del lazo de control propuesto. Se utiliza un controlador PID y el ESBM para estimar la sobresaturación.

En la actualidad, los controladores PID se implementan casi exclusivamente en controladores lógicos programables (PLC), por lo que resulta más apropiado que su formulación sea discreta [188]. Existen diferentes variaciones en la estructura básica de los controladores PID comerciales. Para ser más flexibles a los usuarios, los fabricantes como ABB o National Instruments implementan alguna versión de la forma general o comúnmente llamada forma ISA [189], [190]. Los controladores PID utilizados en esta tesis adoptan una versión digital de la forma ISA [187], [191]:

$$u(k) = P(k) + I(k) + D(k) \quad (7.4)$$

donde $P(k)$, $I(k)$ y $D(k)$ son los términos proporcional, integral y derivativo respectivamente, dados por:

$$\begin{aligned} P(k) &= K_p e(k) \\ I(k) &= I(k-1) + \frac{K_p t_{sam}}{T_i} e(k-1) \\ D(k) &= \left(1 - \frac{nt_{sam}}{T_d}\right) D(k-1) - K_p n (V_p(k) - V_p(k-1)) \end{aligned} \quad (7.5)$$

donde $e(k) = \beta Sp(k) - V_p(k)$ es el error de control, $\beta = 1$ pondera el SetPoint, Sp es el Setpoint, V_p es la variable del proceso, K_p es la ganancia

proporcional, T_i es el tiempo integral, T_d es el tiempo derivativo, n la constante de tiempo del filtro que aproxima la acción derivativa, y el tiempo de muestreo $t_{sam} = 10$ s [73].

7.2.4.2. Controlador Predictivo basado en Modelo no Lineal (CPBMN)

El Control Predictivo Basado en Modelo constituye un campo muy amplio de métodos de control desarrollados en torno a ciertas ideas comunes, integrando disciplinas como control óptimo, control estocástico, control de procesos con tiempos muertos, control multivariable o control con restricciones. La literatura sobre este tema es extensa y variada, incluyendo referencias especializadas como Camacho y Bordons [192]. Dado que no es el objetivo principal de esta tesis adentrarse en todos los aspectos del control predictivo, nos limitaremos a mencionar aspectos básicos sin profundizar en detalle.

Las ideas que aparecen en mayor o menor medida en toda la familia de controladores predictivos son básicamente:

- Uso explícito de un modelo para predecir la salida del proceso en futuros instantes de tiempo (horizonte).
- Cálculo de las señales de control minimizando una cierta función objetivo.
- Estrategia deslizante, de forma que en cada instante el horizonte se va desplazando hacia el futuro, lo que implica aplicar la primera señal de control en cada instante y desechar el resto, repitiendo el cálculo en cada instante de muestreo.

La metodología de todos los controladores predictivos, representada en la Figura 7.5, se caracteriza por la estrategia siguiente:

- 1) En cada instante t y haciendo uso del modelo del proceso, se predicen las salidas futuras para un determinado horizonte de predicción H_p . Las salidas predichas, $\hat{y}(t+k | t)$ para $k = 1, \dots, H_p$ dependen de los valores conocidos hasta el instante t (entradas y salidas pasadas) y de las señales de control futuras $u(t+k | t)$, para

- $k = 0, \dots, H_p - 1$ que se pretenden mandar al sistema y que son las que se quieren calcular.
- 2) El conjunto de señales de control futuras se calcula optimizando un determinado criterio en el que se pretende mantener el proceso lo más próximo posible a la trayectoria de referencia $w(t + k)$ (que puede ser directamente el Setpoint o una aproximación suave a este). Este criterio suele tomar la forma de una función cuadrática de los errores entre la salida predicha y la trayectoria de referencia, incluyendo en muchos casos la acción de control.
 - 3) La primera acción de control $u(t | t)$ se aplica al proceso, desechando las restantes. El esquema de control se repite actualizando las secuencias en cuestión, lo que se conoce como horizonte de control deslizante.

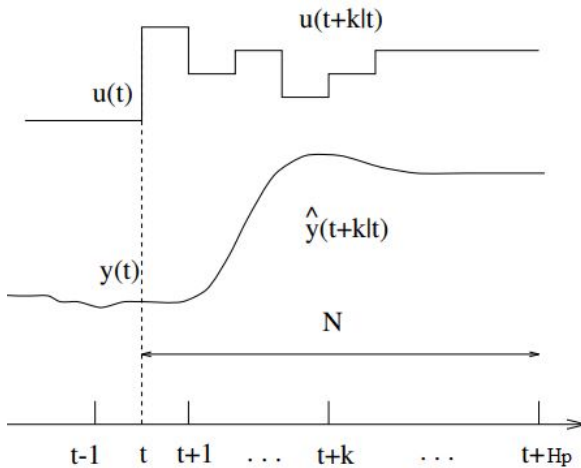


Figura 7.5: Estrategia de Control Predictivo

Todos los controladores predictivos poseen elementos comunes y para cada uno de estos elementos se pueden elegir diversas opciones, dando lugar a distintos algoritmos. Estos elementos son:

- Modelo de predicción.

- Función objetivo.
- Cálculo de las acciones de control óptimas.

La Figura 7.6 muestra un esquema del CPBMN propuesto. En este esquema, se emplean los modelos de cristalización y sobresaturación (sin ruido) obtenidos en el Capítulo 5 como modelos internos del proceso. Para estimar los estados no medibles del proceso, se utiliza el Filtro de Kalman Unscented (UKF), tal como se describió en el estimador propuesto en el Capítulo 6. Los estados estimados se utilizan en el controlador predictivo para predecir la evolución del proceso y minimizar la función objetivo, obteniendo así las acciones de control óptimas sobre el horizonte de predicción.

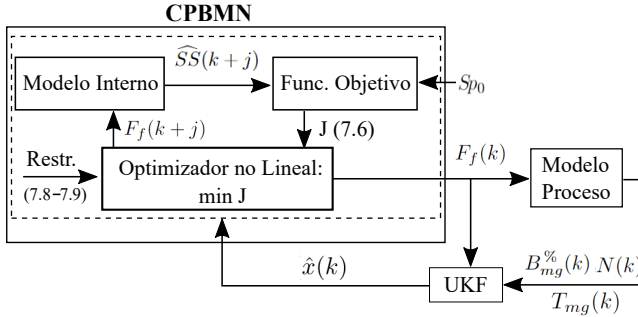


Figura 7.6: Esquema del CPBMN propuesto.

La función objetivo o funcional de costo que se minimiza en este controlador adopta una forma cuadrática de los errores y las acciones de control:

$$J = \lambda \sum_{j=1}^{H_p} \left[Sp(k+j) - \widehat{SS}(k+j) \right]^2 + \zeta \sum_{j=1}^{H_c-1} [\Delta F_f(k+j)]^2 \quad (7.6)$$

El problema de optimización puede describirse de la forma siguiente:

$$\min_{\Delta F_f} J \quad (7.7)$$

sujeto a

$$0 \text{ m}^3/\text{s} \leq F_f(k) \leq 0,015 \text{ m}^3/\text{s} \quad (7.8)$$

$$1,1 \leq \widehat{SS}(k) \leq SS_{cr}(k) - 0,02 \quad (7.9)$$

Las restricciones impuestas a la acción de control $F_f(k)$ se definieron de acuerdo a los límites físicos inherentes al proceso. Las restricciones concernientes a la variable controlada $\widehat{SS}(k)$ se establecieron con el objetivo de mantener la sobresaturación en la zona de operación y aceptablemente lejos del límite de nucleación $SS_{cr}(k)$, que en esta tesis se calcula mediante la ecuación [39], [40], [70]:

$$SS_{cr}(k) = 1,1289 - 0,284 \frac{\hat{m}_i(k)}{\hat{m}_s(k) + \hat{m}_i(k)} + [2,333 - 0,0709 (T_{mg}(k) - 60)] \left[\frac{\hat{m}_i(k)}{\hat{m}_s(k) + \hat{m}_i(k)} \right]^2 \quad (7.10)$$

En ambos esquemas de control propuestos en esta subsección (PID y CPBMN), la presión absoluta en el evaporador (p_{abs}) se considera controlada en un valor de 0,12 bar. En la industria, esta variable se controla sin complicaciones mediante un controlador PID básico que manipula el flujo de agua de inyección hacia el condensador barométrico acoplado al evaporador. Respecto al control del flujo de vapor de calefacción al evaporador F_{hs} , se realiza mediante un controlador PID simple de manera independiente. En el caso del control predictivo, el F_{hs} no se incorpora al CPBMN, ya que en la industria azucarera es común enfrentar una reducción significativa en la disponibilidad de vapor debido a diversas condiciones técnicas y operativas. En tales circunstancias, podría surgir la necesidad de un flujo de vapor que no esté disponible, lo que afectaría adversamente el control de la sobresaturación. En contraste, el flujo de alimentación F_f siempre está disponible, lo que permite su manipulación a través del CPBMN para controlar la sobresaturación, incluso en presencia de perturbaciones que afecten la disponibilidad de vapor en el proceso [151].

7.2.4.3. Desempeño de los controladores

En las Figuras 7.7 y 7.8 se muestra el desempeño de los controladores PID y CPBMN siguiendo una referencia de sobresaturación constante de 1,25 unidades. Ambos controladores exhiben errores de control inferiores al 4 % y promueven un crecimiento adecuado de aproximadamente 2,5 veces en la masa de cristales. Esto evidencia una ventaja frente a las propuestas previas que no consideran la sobresaturación como variable controlada. Es importante destacar el buen comportamiento de estos controladores frente a las perturbaciones en el flujo de vapor de calefacción F_{hs} , un problema recurrente en la industria debido a dificultades técnicas y operativas. En la sección siguiente se propone una modificación a estos

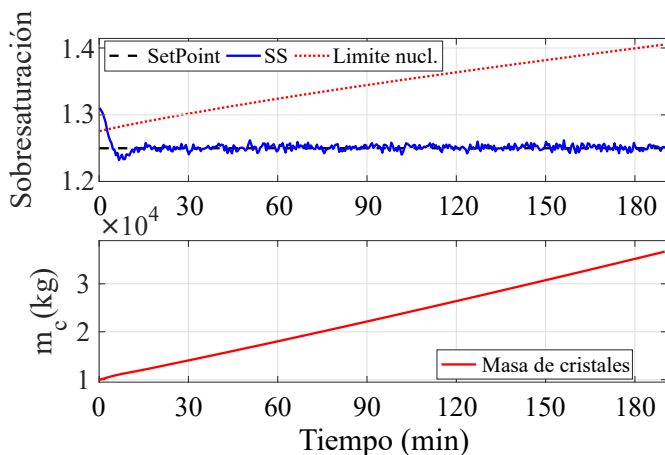


Figura 7.7: a) Desempeño del controlador PID utilizando la sobresaturación como variable controlada. b) El control de la sobresaturación facilita un crecimiento adecuado en la masa de cristales (m_c), que en este caso se incrementa aproximadamente 2,5 veces.

controladores, la cual representa la contribución principal de este capítulo.

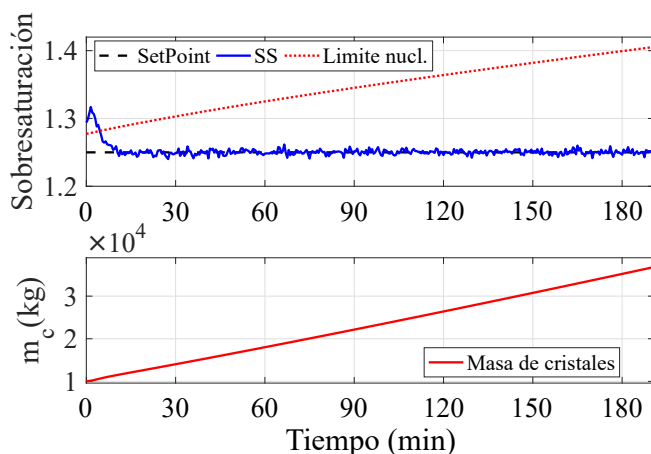


Figura 7.8: a) Desempeño del CPBMN utilizando la sobresaturación como variable controlada. b) El control de la sobresaturación facilita un crecimiento adecuado en la masa de cristales m_c , que en este caso se incrementa aproximadamente 2,5 veces.

7.3. Estrategias de control con referencia de sobresaturación variable

La premisa principal de este capítulo es la integración de la curva de ebullición en el control de la sobresaturación. Con este propósito, se propone emplear una referencia de sobresaturación variable, denominada Sp_v . La Sp_v se obtiene aplicando una función de corrección f_c , dependiente de la curva de ebullición, a un valor de referencia constante Sp_0 . Para controlar el proceso, se utilizan los controladores PID y CPBMN propuestos en la sección anterior. En la Figura 7.9, se ilustra el concepto de esta referencia de sobresaturación variable.

Esta propuesta posibilita un control directo sobre la sobresaturación y, al mismo tiempo, incorpora un seguimiento implícito de la curva de ebullición. De esta manera, se facilita el seguimiento de la evolución del lote en el procesamiento de las masas cocidas, asegurando valores

de concentración adecuados en cada momento del lote. Este enfoque simplifica la tarea de alcanzar la concentración final, contribuyendo así a la eficiencia energética y reduciendo el tiempo operativo.

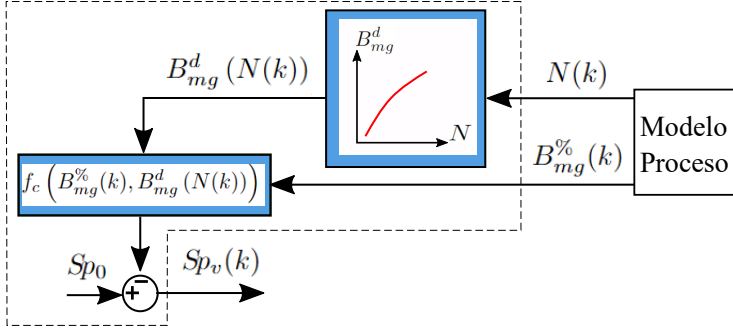


Figura 7.9: Esquema del concepto de referencia de sobresaturación variable. La $Sp_v(k)$ se obtiene aplicando una función de corrección f_c , dependiente de la curva de ebullición, a un valor de referencia constante Sp_0 .

7.3.1. Ecuación de la referencia de sobresaturación variable

La ecuación propuesta para la referencia de sobresaturación variable se expresa como sigue:

$$Sp_v(k) = Sp_0 - f_c \left(B_{mg}^{\%}(k), B_{mg}^d(N(k)) \right) \quad (7.11)$$

donde Sp_0 es una referencia de sobresaturación inicial constante y f_c es la función de corrección propuesta, dada por la ecuación:

$$f_c \left(B_{mg}^{\%}(k), B_{mg}^d(N(k)) \right) = \phi \left(B_{mg}^{\%}(k) - B_{mg}^d(N(k)) \right) \quad (7.12)$$

donde $N(k)$ es el nivel (%), $B_{mg}^{\%}(k)$ es la concentración de la masa cocida ($^{\circ}\text{Bx}$), B_{mg}^d es la concentración de referencia a partir de la curva de ebullición ($^{\circ}\text{Bx}$), y ϕ es un parámetro que escala la magnitud concentración de $^{\circ}\text{Bx}$ a sobresaturación.

La curva de ebullición (ver Figura 7.1) está definida por la ecuación:

$$B_{mg}^d(N(k)) = d_1 [(d_2 N(k) - N_u)^\gamma + B_v] \quad (7.13)$$

donde $N(k)$ es el nivel en el tacho (%), γ es un parámetro que se elige acorde a la forma deseada de la curva y d_1, d_2, N_u, B_v son parámetros que quedan definidos especificando los puntos iniciales y finales de la curva de ebullición [184].

Sustituyendo las Ecuaciones (7.12) y (7.13) en (7.11) se obtiene la Ecuación general de la referencia de sobresaturación variable $Sp_v(k)$:

$$Sp_v(k) = Sp_0 - \left\{ \phi \left[B_{mg}^\% (k) - d_1 [(d_2 N(k) - N_u)^\gamma + B_v] \right] \right\} \quad (7.14)$$

Se consideraron condiciones iniciales y finales de concentración y nivel típicas en el procesamiento de un lote de Cristalización C [23], [73]. La concentración inicial fue de 88 °Bx con un nivel inicial de 44,6 %. La concentración final deseada fue de 94°Bx, con un nivel final de aproximadamente 91,7 %, con $\gamma = 1$. Al seleccionar estos parámetros, la curva de ebullición queda completamente parametrizada con los valores $d_1 = 6$, $d_2 = 0,0212$, $N_u = 0,9464$, $B_v = 14,67$:

$$B_{mg}^d(N(k)) = 0,1272N(k) + 82,34 \quad (7.15)$$

El parámetro ϕ se ajustó por simulación a un valor de 0,2. Como referencia inicial se tomó un valor típico $Sp_0 = 1,25$. Finalmente, sustituyendo los parámetros anteriores en la Ecuación (7.14), se obtiene la ecuación de la referencia de sobresaturación variable:

$$Sp_v(k) = 17,71 - 0,2B_{mg}^\% (k) + 0,0254N(k) \quad (7.16)$$

Por último, se incorpora una restricción al $Sp_v(k)$ para evitar que puedan obtenerse valores muy próximos al límite de nucleación SS_{cr} :

$$Sp_v(k) = \begin{cases} Sp_v(k), & \text{Si } Sp_v(k) < (SS_{cr}(k) - 0,02) \\ (SS_{cr}(k) - 0,02), & \text{Si } Sp_v(k) \geq (SS_{cr}(k) - 0,02) \end{cases} \quad (7.17)$$

7.3.2. Controladores con referencia variable

Para el seguimiento de la referencia variable se utilizan los controladores PID y CPBMN propuestos en la Sección 7.2.4.

La Figura 7.10 muestra un esquema del lazo de control con el controlador PID propuesto. El PID sigue la referencia de sobresaturación variable. La señal de error $e(k)$ que entra al controlador PID es la diferencia entre la referencia de sobresaturación variable $Sp_v(k)$ y la sobresaturación estimada $\widehat{SS}(k)$, obtenida mediante el ESBM propuesto en el Capítulo 6. La variable manipulada es el flujo de alimentación $F_f(k)$

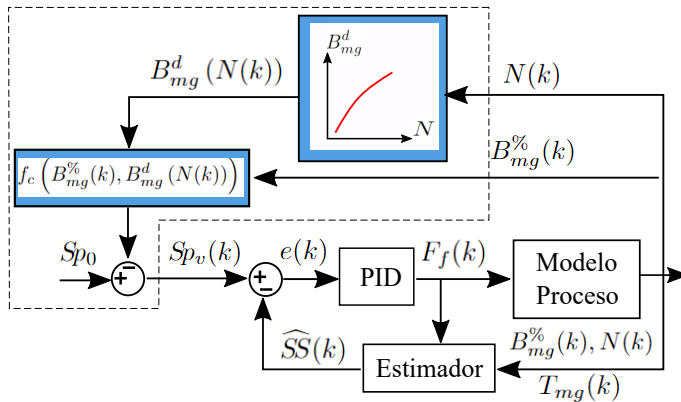


Figura 7.10: Esquema del lazo de control propuesto. Se utiliza un controlador PID y el ESBM para estimar la sobresaturación.

La Figura 7.11 muestra un esquema del CPBMN propuesto. En este esquema, se emplean los modelos de cristalización y sobresaturación obtenidos en el Capítulo 5 como modelos internos del proceso. Para estimar los estados no medibles del proceso, se utiliza el Filtro de Kalman Unscented (UKF), tal como se describió en el estimador propuesto en el Capítulo 6. Los estados estimados se utilizan en el controlador predictivo para predecir la evolución del proceso y minimizar la función objetivo, obteniendo así las acciones de control óptimas sobre el horizonte de predicción. El controlador sigue la referencia de sobresaturación variable que se incorpora en la estrategia de control.

La función objetivo o funcional de costo a minimizar adopta una forma cuadrática de los errores y las acciones de control:

El problema de optimización puede describirse de la forma siguiente:

$$\min_{\Delta F_f} J \quad (7.20)$$

sujeto a

$$0 \text{ m}^3/\text{s} \leq F_f(k) \leq 0,015 \text{ m}^3/\text{s} \quad (7.21)$$

$$1,1 \leq SS(k) \leq \widehat{SS}_{cr}(k) - 0,02 \quad (7.22)$$

Las restricciones impuestas a la acción de control $F_f(k)$ se definieron de acuerdo a los límites físicos inherentes al proceso. Las restricciones concernientes a la variable controlada $\widehat{SS}(k)$ se establecieron con el objetivo de mantener la sobresaturación en la zona de operación y aceptablemente lejos del límite de nucleación $SS_{cr}(k)$.

7.3.3. Desempeño de los controladores con referencia variable

En esta sección se analiza el desempeño de los controladores propuestos en el seguimiento de la referencia de sobresaturación variable. Luego, se examinan las ventajas de emplear la referencia variable en términos de ahorro de energía y tiempo de operación del proceso con respecto al seguimiento de una referencia constante. Por último, se discute la aplicabilidad de estos controladores en la primera y segunda etapa de la cristalización.

Las Figuras 7.12 y 7.13 muestran el desempeño de los controladores PID y CPBMN, respectivamente. Se aprecia que en ambos casos se logra un seguimiento adecuado de la referencia de sobresaturación variable Sp_v , con errores de control inferiores al 4 %. La Tabla 7.1 presenta los índices de rendimiento considerados para evaluar los controladores, y los parámetros de ajuste de los controladores utilizados.

Se observa que, en las condiciones de operación consideradas, resulta inviable implementar un control basado exclusivamente en el seguimiento de la curva de ebullición propuesta inicialmente, ya que el seguimiento de la concentración de referencia B_{mg}^d conduciría a una sobresaturación que superaría el límite de nucleación. Sin embargo, al incorporar la curva de ebullición en el control de la sobresaturación, conforme se propone

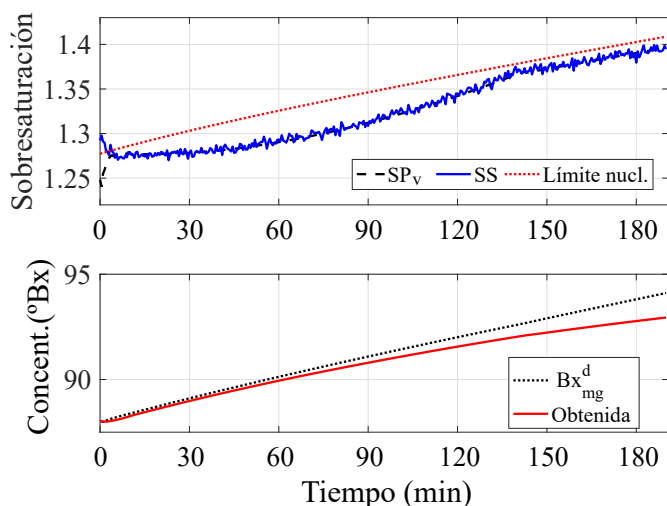


Figura 7.12: a) Despeño del controlador PID siguiendo la referencia de sobresaturación variable Sp_v . La línea negra discontinua representa el Sp_v , la línea azul continua representa la sobresaturación b) Evolución de la concentración. La línea discontinua representa la concentración de referencia B_{mg}^d a partir de la curva de ebullición propuesta inicialmente; la línea continua representa los valores reales obtenidos.

Tabla 7.1: Índices de desempeño y parámetros de ajuste de los controladores propuestos.

Control.	IAE	ITAE	ISE	ITSE	Parámetros
PID	2,01	3,74	0,79	2,48	Ti=5, Td=10, Kp= 0,1
CPBMN	1,57	1,59	0,3	0,18	Hp=8, Hc=1
PID- Sp_v	1,31	2,03	0,03	0,07	Ti=2,5, Td=10, Kp=0,3
CPBMN- Sp_v	2,29	3,63	0,65	1,97	Hp=8, Hc=1

mediante la referencia de sobresaturación variable, se consigue que el proceso siga una curva de ebullición apropiada. Esta integración se traduce en una ventaja significativa, especialmente considerando que, en la

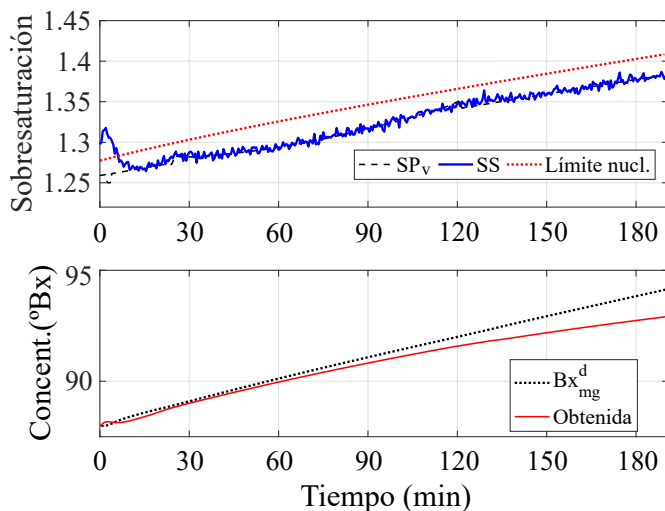


Figura 7.13: a) Despeño del CPBMN siguiendo la referencia de sobresaturación variable. b) Evolución de la concentración. La línea discontinua representa la concentración de referencia Bx_{mg}^d a partir de la curva de ebullición propuesta inicialmente; la línea continua representa los valores reales obtenidos.

práctica, la formulación de la curva de ebullición suele ser heurística y se fundamenta en la experiencia de los operadores y tecnólogos del proceso. En consecuencia, el uso de la referencia variable permite ajustar automáticamente el Setpoint para que el proceso siga una curva de ebullición adecuada.

7.3.4. Referencia de sobresaturación constante vs. referencia variable

En la Figura 7.14 se comparan las curvas de ebullición obtenidas al seguir una referencia de sobresaturación constante de $Sp_0 = 1,25$ unidades (ver Figuras 7.7 y 7.8), con aquellas obtenidas al seguir las referencias varia-

bles presentadas en las Figuras 7.12 y 7.13. Las simulaciones se realizaron considerando las mismas condiciones iniciales de operación en el proceso y los mismos valores del flujo de vapor de calefacción al evaporador $F_{h,s}$.

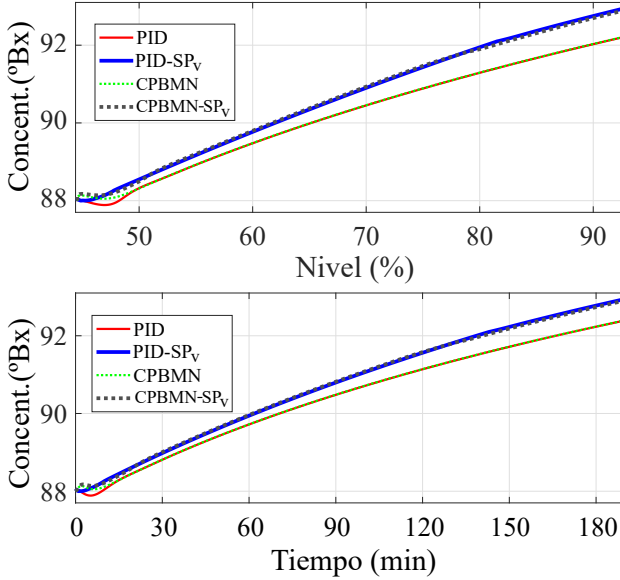


Figura 7.14: a) Comparación de las curvas de ebullición obtenidas en el seguimiento de una referencia de sobresaturación constante de $Sp_0 = 1,25$ unidades (curvas PID, CPBMN), con las obtenidas en el seguimiento de la referencia de sobresaturación variable (curvas PID-SP_v, CPBMN-SP_v). El seguimiento de la referencia variable permite obtener concentraciones superiores, lo que representa disminuir el tiempo de operación y reducir el consumo de energía en el proceso. b) Evolución de la concentración con los distintos controladores utilizados.

En ambos casos, referencia constante y referencia variable, se alcanza el nivel final con una concentración inferior a la deseada ($B_{mg}^d = 94^\circ\text{Bx}$), lo que requiere llevar a cabo el paso de apretado de la masa cocida. No obstante, al utilizar la referencia de sobresaturación variable (PID-SP_v, CPBMN-SP_v), se obtiene una masa cocida C con una concentración apro-

ximadamente $0,8^{\circ}\text{Bx}$ más alta que la lograda con la referencia constante (PID, CPBMN). Este resultado implica una reducción del tiempo de operación y una disminución del consumo de energía (vapor de calefacción F_{hs}). En particular, para el ejemplo analizado, se obtiene una reducción de aproximadamente 20 – 30 minutos en el tiempo de operación y entre un 10 – 15 % en el consumo de energía para alcanzar la concentración final deseada.

En relación con el aumento en la masa de cristales m_c , que se considera un indicador de calidad en esta etapa, ambos controladores garantizaron un aumento superior a 2.6 veces la masa inicial de cristales. Estos valores son comparables a los obtenidos al tomar directamente m_c como variable controlada [151], [185].

Finalmente, se analiza la viabilidad de aplicar la referencia de sobresaturación variable en el control de la primera y segunda etapa de la cristalización. Aunque la propuesta se centra en la cristalización C, el concepto de referencia variable puede implementarse en la fase de cocción de ambas etapas. Para lograr esta transición, se deben ajustar los valores iniciales y finales de concentración contemplados en la curva de ebullición, ya que difieren en cada etapa. Con estas modificaciones, cualquier controlador disponible puede seguir la referencia de sobresaturación variable. Especialmente en la primera etapa, debe considerarse adicionalmente el control de la Distribución del Tamaño de Cristales (DTC) para lograr una cristalización eficiente.

7.4. Conclusiones del capítulo

En este capítulo, se exploraron diversas estrategias de control enfocadas en el proceso de cristalización C. Se compararon estrategias que emplean la sobresaturación como variable controlada con aquellas que utilizan variables alternativas, destacándose las ventajas del control de la sobresaturación mediante controladores PID y CPBMN.

Con el objetivo de mejorar el control, se propone una referencia de sobresaturación variable que incorpora la curva de ebullición en el control de la sobresaturación. Esta curva, que relaciona el nivel de la masa cocida con su concentración, se asume como un modelo de referencia para la

evolución del proceso. La referencia variable se obtiene mediante la aplicación de una función de corrección a un valor de referencia constante, derivada de la curva de ebullición. Para el seguimiento de la referencia variable, se utilizaron controladores PID y CPBMN, los cuales demostraron un rendimiento satisfactorio con errores de control inferiores al 4 %.

El uso de la referencia variable no solo contribuye al control de la sobresaturación, sino que también permite ajustar una curva de ebullición inicial que podría ser inapropiada, permitiendo que el proceso siga una curva de ebullición más adecuada. Además, se realizaron comparaciones entre seguir una referencia constante y la referencia variable, evidenciando las ventajas de esta última en términos de ahorro de tiempo de operación y consumo de energía en el proceso. Como perspectiva para trabajos futuros, se considera extender la referencia variable al control de la primera etapa del proceso.

CONCLUSIONES

En esta tesis se abordaron desafíos inherentes al proceso de cristalización de sacarosa en la industria azucarera, centrándose especialmente en el monitoreo y control de la sobresaturación. Esta es una variable de difícil medición y clave en el mencionado proceso, para fines de calidad del mismo. La investigación se enmarcó en tres áreas fundamentales: el modelado del sistema, la estimación de variables y parámetros, y el control del proceso.

En el Capítulo 3, se estudiaron las principales variables del proceso de cristalización, así como los sensores industriales más utilizados para monitorear y controlar dicho proceso. Se evidenciaron las dificultades para medir directamente variables claves como la sobresaturación del licor madre, las purezas del licor madre y del magma, la masa de cristales, la DTC, etc. La sobresaturación, en particular, desempeña un papel esencial en el proceso al influir en la formación y desarrollo de los cristales de sacarosa. No existe un método directo o un único instrumento para medir la sobresaturación, por lo que debe calcularse o inferirse a partir de otras mediciones disponibles. Estas dificultades han dado lugar al uso de variables alternativas como la viscosidad o la conductividad eléctrica de la masa para el monitoreo y control del proceso. Sin embargo, estas variables alternativas dependen generalmente de varios de parámetros del magma, por ejemplo el contenido de cenizas, lo que afecta su precisión y fiabilidad. Estas limitaciones destacan la necesidad de desarrollar nuevos

conocimientos para abordar los desafíos en la supervisión y control del proceso de cristalización en la industria azucarera.

En el Capítulo 4, se llevó a cabo una revisión del estado del arte en relación con el modelado, monitoreo y control de la cristalización. Se evidenció que el modelado del proceso está sólidamente establecido, basándose en los balances de masa, energía y población de cristales. En la primera etapa del proceso, que opera con soluciones de alta pureza, se utilizan comúnmente las ecuaciones de momentos derivadas de la solución del balance poblacional para describir la tasa de cristalización J_c . En contraste, en la tercera etapa, que opera con soluciones de baja pureza, se recurre a modelos simplificados, que evitan la complejidad de resolver el balance poblacional en esta etapa. Por ende, se emplean ecuaciones alternativas para describir la J_c .

La complejidad asociada a la medición de las principales variables del proceso, ha impulsado la adopción de estimadores (soft-sensores) para el monitoreo de la cristalización. La mayoría de estas propuestas se enfocan principalmente en la primera etapa, especialmente en la obtención de los parámetros de la DTC. Se observó que en la mayoría de los estimadores propuestos se informan los errores de estimación en conjuntos de datos específicos. Sin embargo, no se establecen límites teóricos de error o cotas generales para todos los posibles conjuntos de datos. Este aspecto es crítico para evaluar la confiabilidad y utilización de un estimador en un ambiente industrial, ya que sería poco fiable el uso de un sensor que no brinde información suficiente sobre sus límites de error o precisión.

En el caso específico de la sobresaturación, esta información adquiere una importancia extrema. Un error que exceda la zona de operación de la sobresaturación sería inadmisible y comprometería la utilidad del estimador en el proceso. Respecto a las estrategias de control, se comprobó que predominan aquellas basadas en el control predictivo basado en modelo, dada la eficacia demostrada de esta herramienta en la industria de procesos.

En el Capítulo 5, se desarrolló un modelo matemático simplificado para describir el proceso de cristalización C en la industria azucarera. El modelo se basó en la estructura básica de un modelo propuesto previamente en la literatura, dedicado a la tercera etapa de la cristalización.

Este enfoque considera únicamente los balances de masa y energía, evitando así la complejidad asociada a la solución del balance poblacional en esta etapa. En consecuencia, se adoptó una ecuación alternativa para describir la tasa de cristalización J_c , prescindiendo de las ecuaciones de momentos derivadas de la solución del balance poblacional. La estructura extendida del modelo se completó con las relaciones de equilibrio de fases, expresiones cinéticas y correlaciones necesarias para determinar las propiedades físicas de las sustancias, así como para describir los fenómenos de transferencia de calor y masa en el proceso.

Adicionalmente, se presentó un modelo de sobresaturación diseñado para describir la evolución de esta variable a lo largo del proceso de cristalización. Ambos modelos se formulan en términos de espacio de estado en tiempo discreto, compartiendo la misma ecuación de estado. La estimación de los parámetros de estos modelos se llevó a cabo mediante un algoritmo de optimización numérica, diseñado para minimizar el error entre las salidas del modelo y los datos reales de cuatro lotes industriales recolectados en el ingenio seleccionado como caso de estudio. La validación del modelo se realizó utilizando datos de tres lotes adicionales.

Del diseño y validación de los modelos propuestos, se pueden destacar los siguientes hallazgos:

- 1) Los resultados obtenidos confirman que los modelos propuestos son efectivos para predecir la dinámica del proceso de cristalización C y de la sobresaturación bajo las condiciones de operación consideradas en el caso de estudio.
- 2) Los modelos integran todas las ecuaciones que describen las características físicas, químicas, termodinámicas y empíricas de las variables principales del proceso.
- 3) El modelo de cristalización C representa tanto las variables que se miden a lo largo de todo el proceso (volumen, temperatura, brix), como aquellas que solo se pueden verificar fuera de línea en laboratorio y que determinan la calidad del producto final del proceso (pureza, masa de cristales).
- 4) Un aspecto a destacar en relación con el modelado de la cristalización, fue la variabilidad de información que se encontró en la literatura sobre los parámetros a utilizar. Esto subraya la importancia de un ajuste adecuado para garantizar la precisión de las

predicciones del modelo.

En el Capítulo 6, se diseñó un estimador de sobresaturación (soft-sensor), basado en los modelos de cristalización C y sobresaturación mencionados previamente. Este estimador constituye una solución práctica para obtener información en tiempo real sobre la sobresaturación en la etapa final de la cristalización en la industria azucarera. Para su diseño, se emplearon herramientas clásicas bien establecidas, tales como el modelado de primeros principios (modelado físico de caja blanca y caja gris), la teoría de control aplicada al análisis de observabilidad, la teoría estadística clásica aplicada a la estimación de parámetros del modelo, y técnicas de procesamiento estadístico de señales como: i) estimadores de estados no lineales, ii) propagación de incertidumbre y iii) un análisis exhaustivo de errores de estimación. Por consiguiente, la contribución del capítulo no reside en las herramientas utilizadas, sino en la forma en que se aplicaron para abordar un problema específico y aún abierto en la industria azucarera. La utilización de estas técnicas y herramientas en este contexto particular resulta en un estimador adecuado y a medida para la cristalización.

Las estimaciones de la sobresaturación y sus errores se obtienen indirectamente en tres pasos:

- 1) Se estiman los estados del modelo de cristalización C y sus varianzas (Ecuaciones (6.11) - (6.12)) mediante un Filtro de Kalman Unscented.
- 2) La sobresaturación estimada se obtiene sustituyendo los estados estimados en el modelo de sobresaturación (Ecuación (5.46)).
- 3) Se calculan el sesgo y la varianza del estimador (Ecuaciones. (6.21)-(6.22)) para obtener los límites de error de tres desviaciones estándar.

Los errores absolutos máximos obtenidos en la estimación de la sobresaturación fueron inferiores a 0,019 unidades, lo que corresponde a un error relativo máximo inferior al 1,5 %. Estos valores son favorables y distan significativamente de los umbrales de error crítico (0,125 unidades de error absoluto). En este contexto, las bandas de error del estimador son considerablemente más estrechas que el ancho de la zona de operación del proceso (aproximadamente 0,25 unidades), un requisito esencial para la efectividad de cualquier estimador de sobresaturación. Adicionalmente,

los errores obtenidos mostraron mejoras con respecto a los valores informados en investigaciones previas centradas en la industria azucarera y que empleaban otras técnicas.

El enfoque indirecto, adoptado en el diseño del estimador, se puede implementar gracias a la naturaleza bien establecida del proceso de cristalización, que cuenta con modelos matemáticos precisos y confiables. La eficacia del estimador propuesto se atribuye a la fuerte dependencia de la sobresaturación con la temperatura, así como al hecho de que esta variable constituye el único estado del proceso que se puede medir con precisión y de manera económica. De lo contrario, el error de estimación podría resultar inaceptable para aplicaciones prácticas. Basándose en la premisa de que la buena práctica ingenieril demanda la utilización de sensores con especificaciones conocidas, incluyendo errores, el núcleo del Capítulo 6 reside en el análisis de errores del estimador propuesto.

En el Capítulo 7, se exploraron diversas estrategias para el control del proceso de cristalización C. Se compararon aquellas que utilizan la sobresaturación como variable controlada, con otras estrategias que emplean variables alternativas. Se resaltaron las ventajas del control directo de la sobresaturación mediante controladores PID y CPBMN.

Con el objetivo de mejorar el control del proceso, se propuso una referencia de sobresaturación variable. Esta referencia incorpora la curva de ebullición en el control de la sobresaturación. La curva de ebullición relaciona el nivel de masa cocida con su concentración ($^{\circ}\text{bx}$), y se considera como un modelo de referencia para la evolución del proceso. La referencia variable se obtiene aplicando una función de corrección a un valor de referencia constante. La función de corrección depende de la curva de ebullición. En el seguimiento de la referencia variable, se utilizaron controladores PID y CPBMN, los cuales demostraron un rendimiento satisfactorio con errores de control inferiores al 4 %.

La adopción de la referencia variable resultó beneficiosa, ya que posibilita ajustar una curva de ebullición, propuesta inicialmente, que podría no ser adecuada para el desarrollo del proceso. Esto posibilita que el proceso siga una curva de ebullición más adecuada y que se controle la sobresaturación en la zona de operación. Además, se llevaron a cabo comparaciones entre seguir una referencia constante y la referencia variable, destacando

las ventajas de esta última en términos de eficiencia operativa y consumo energético. En las simulaciones realizadas, se observó una reducción del tiempo de operación de aproximadamente 25 minutos y una disminución del consumo de energía (vapor de calefacción F_{hs}) entre el 15 % y el 20 %.

Considerando los aportes de esta tesis y la complejidad vinculada a la cristalización, se prevén las siguientes líneas de trabajo futuro:

- Extender la metodología propuesta para el diseño del estimador a otras variables dentro del proceso de cristalización, como la pureza del licor madre y la Distribución del Tamaño de Cristales (DTC), realizando las modificaciones necesarias en el modelo para describir esta última. Además, se prevé explorar la aplicabilidad de esta metodología en otros procesos que cuenten con modelos físicos sólidamente establecidos tanto para la variable de interés como para el propio proceso. En todos los casos, es fundamental realizar un análisis exhaustivo del error de estimación para evaluar la idoneidad del estimador en una aplicación específica.
- Extender el uso de la referencia variable al control de la primera etapa del proceso, considerando además el control de los parámetros de la DTC como variables importantes en esta etapa.

GLOSARIO

- Azúcar: La industria azucarera adjudica este término a los cristales crudos de sacarosa retirados de su licor madre original mediante centrifugación. Suele designársela con las letras A, B o C para indicar la etapa de desarrollo volumétrico y la pureza del cristal correspondiente
- Agotamiento de las mieles: Término empleado para designar la separación de la mayor cantidad de sacarosa posible de las mieles que sirven como materia prima para la formación de los cristales
- Bagazo: Residuo fibroso que queda de la caña después de la molienda.
- Brix: Es el porcentaje de sólidos disueltos en una solución de sacarosa pura. Al tratarse con soluciones impuras en la industria azucarera, se considera el brix como el porcentaje de sólidos aparentes
- Calandria: Superficie de calefacción compuesta por numerosos tubos verticales cortos y de gran diámetro alrededor de un tubo central libre que permite una circulación adecuada de la masa cocida densa y viscosa
- Cristales: Es la sacarosa cristalizada al estado sólido, obtenida por nucleación y crecimiento en mieles sobresaturadas en los tachos de cocimiento al vacío.
- Cristalización: Es un proceso de separación sólido-líquido en el que la masa es trasferida de un sólido disuelto en una fase líquida, a

una fase sólida (cristal), la solución debe ser sobresaturada y los cristales obtenidos deben contener elevada pureza.

- DTC: Distribución del tamaño del cristal, representado por el tamaño medio del cristal (AM) y su coeficiente de variación (CV).
- Difusión (molecular): es un proceso físico reversible que consiste en el flujo neto de átomos, iones u otra especie dentro de un material: las partículas se mueven de una región de alta concentración a un área de baja concentración hasta obtener una distribución uniforme. Es inducido por la temperatura y el gradiente de concentración.
- Falsos granos: Cristales pequeños indeseables, formados espontáneamente por nucleación secundaria durante la cristalización cuando la sobresaturación es demasiado elevada.
- Flujo de alimentación: Flujo de solución de sacarosa que se introduce al tacho. Puede ser meladura, mieles o una mezcla de estas.
- Fase: es una forma de materia que tiene una composición química y unas propiedades físicas relativamente uniformes. Estas fases incluyen las tres familiares (sólidos, líquidos, y gases), así como otros estados más exóticos de la materia (como plasmas, superfluidos, supersólidos)
- Fase o mezcla homogénea: es una mezcla que se encuentra en un estado de la materia específico (en una fase), en la que los elementos que la componen están mezclados uniformemente y de tal forma que no es posible diferenciarlos a simple vista. A este tipo de mezcla también se le conoce como solución o disolución.
- E.P.E.: Elevación del punto de Ebullición. Diferencia entre la temperatura de ebullición de una solución y la temperatura de ebullición del solvente puro a una misma presión de referencia
- Impurezas: Término empleado para designar todas las sustancias no sacarosas presentes en la porción de materia sólida soluble en la industria azucarera
- Jugo clarificado: Jugo limpio y claro obtenido por la eliminación de impurezas (lodo sedimentado) en el proceso de clarificación.

-
- Jugo mezclado: Jugo extraído por el molino más el agua de imbibición agregada en este proceso.
 - Licor madre: Fase líquida presente en la masa cocida durante la cristalización, compuesta por sacarosa disuelta, agua e impurezas; se refiere al licor en el cual crecen los cristales de sacarosa.
 - Lote: Se refiere al desarrollo de una masa cocida en el tachó.
 - Masa cocida: Masa densa y viscosa compuesta por cristales y licor madre antes de la centrifugación. Se clasifican de acuerdo a su etapa de agotamiento como masas A, B y C o primera, segunda y tercera
 - Meladura: Jugo concentrado obtenido en los evaporadores. Solución de azúcar en agua o jugo clarificado.
 - Miel: Es el residuo de la separación de los cristales de una masa cocida por medio de la centrifugación. Contiene en su mayoría agua e impurezas de la masa cocida además del remanente de sacarosa que no pudo retirarse en forma de cristales. Puede designarse con las letras A, B o C para indicar su estado de agotamiento
 - Operación unitaria: En ingeniería química y sus campos relacionados, una operación unitaria es un paso básico en un proceso. Las operaciones unitarias implican un cambio físico o transformación química, como separación, cristalización, evaporación, filtración, polimerización, isomerización y otras reacciones.
 - Pie: Como particularidad de la cristalización en la industria azucarera, cada masa se desarrolla a partir de una masa inicial denominada pie.
 - Pol: Indica el porcentaje de sacarosa en la muestra a analizar
 - Pureza: Es la cantidad de sacarosa contenida en cien partes de sólidos totales, expresada en porcentaje. Es la relación porcentual entre pol y brix
 - Proceso batch: En este tipo de procesos la cantidad total de materia prima se introduce al sistema al comienzo del proceso, obteniéndose la cantidad total de producto transcurrido un determinado tiempo.

- Pie: se denomina pie a la masa o carga inicial a partir de la cual se fabrica una segunda masa cocida. El Grano Fino sirve como pie inicial para fabricar el pie de Masa C, que a su vez sirve como pie inicial para fabricar la masa cocida C.
- Proceso semi-batch: En este tipo de procesos la materia prima se introduce al sistema durante el proceso, obteniéndose la cantidad total de producto transcurrido un determinado tiempo.
- Siembra: se refiere a la introducción en el tacho de pequeños cristales de sacarosa que sirven como núcleos para inducir la formación de nuevos cristales.
- Tacho: Un tacho es un evaporador de simple efecto donde se desarrollan las distintas masas cocidas. Los tachos de calandria son los más utilizados en la industria azucarera.
- Vapor de calefacción: Vapor aplicado a la calandria del tacho para evaporar el agua presente en el licor madre. En la industria azucarera se utiliza el vapor de escape de los turbogeneradores.

ACRÓNIMOS

ATR	Reflectancia Total Atenuada
AST	Análisis de Series Temporales
AI	Análisis de Imagen
ACP	Análisis de Componentes Principales
ACPVM	PCA de Ventana Móvil
ACPDL	ACP Dinámico por Lotes
BMEP	Balance de Masa, Energía y Población
BME	Balance de Masa y Energía
BP	Balance de Población de cristales
CPBMN	Controlador Predictivo Basado en Modelo no Lineal
DTC	Distribución de Tamaño de Cristal
ESBM	Estimador de Sobresaturación Basado en Modelo
EPE	Elevación del Punto de Ebullición
EBM	Estimador Basado en Modelo
EBD	Estimador Basado en Datos
EH	Estimador Híbrido
ECM	Error Cuadrático Medio
FTIR	Espectroscopía de Infrarrojos por Trans. de Fourier
KBH	Enfoque Modelo Híbrido
LF	Lógica Fuzzy
MCP	Mínimos Cuadrados Parciales
PC	Parámetros Cinéticos
P&ID	Diagrama de Instrumentación y Tuberías
PID	Controlador Proporcional-Integral-Derivativo

PLC	Controlador Lógico Programable
RNA	Red Neuronal Artificial
RTD	Sensor de Temperatura por Resistencia
RVSG	Regresión de Vectores de Soporte Gemelos
UKF	Filtro de Kalman Unscented

Apéndice

A

REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE LOS DATOS RECOPI-
LADOS EN LA EMPRESA AZUCARERA URBANO NORIS.

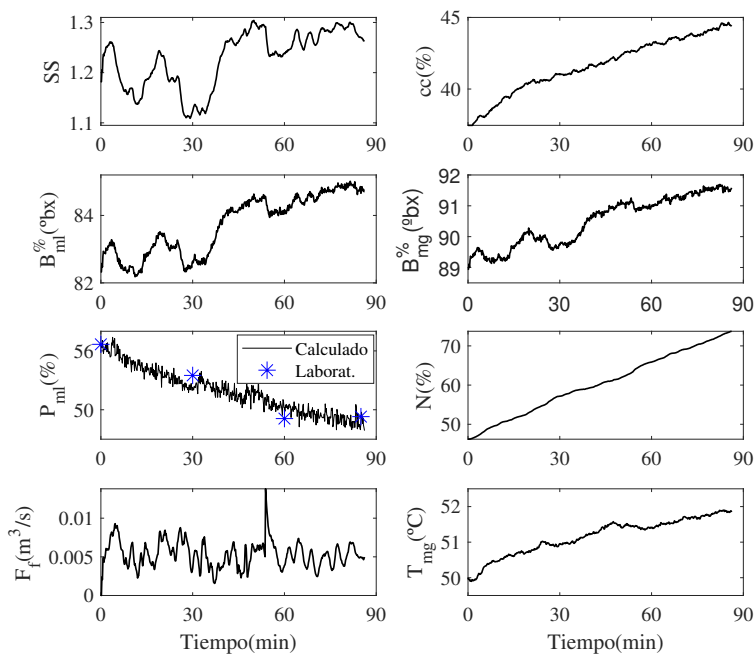


Figura A.1: Datos Lote 1. Fecha: 22 de noviembre de 2018

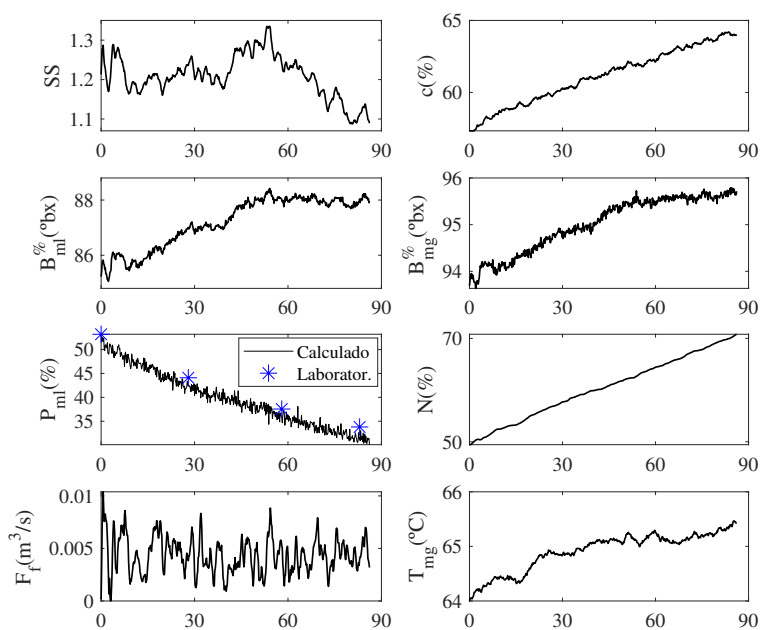


Figura A.2: Datos Lote 2 Fecha: 24 de noviembre de 2018

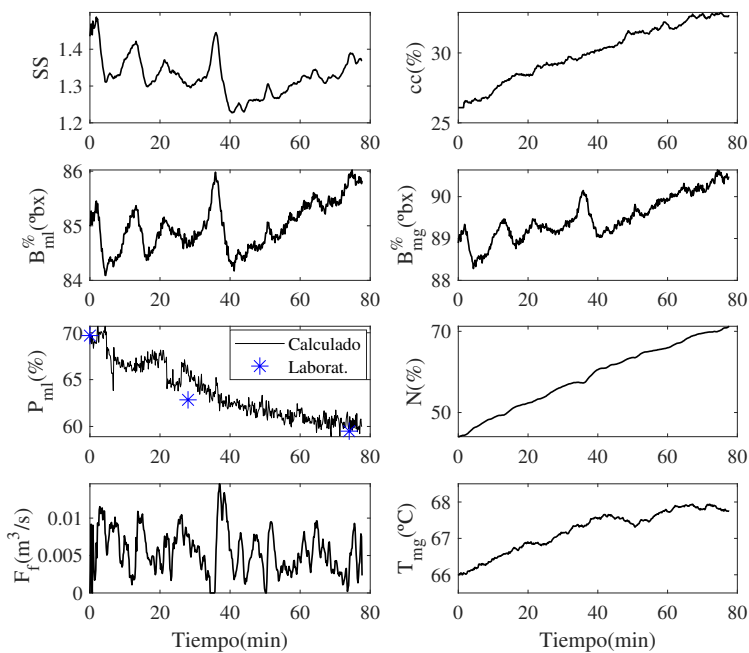


Figura A.3: Datos Lote 3. Fecha: 28 de noviembre de 2018

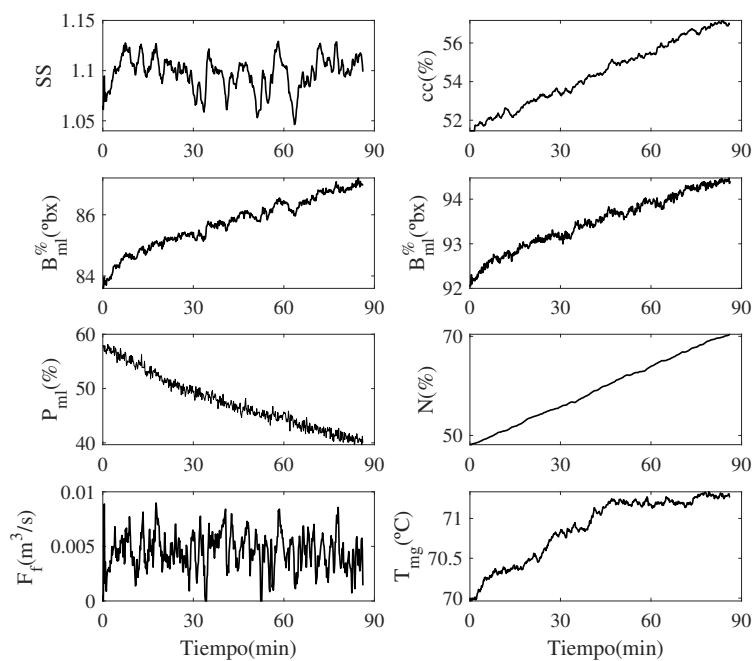


Figura A.4: Datos Lote 4. Fecha: 1 de diciembre de 2018

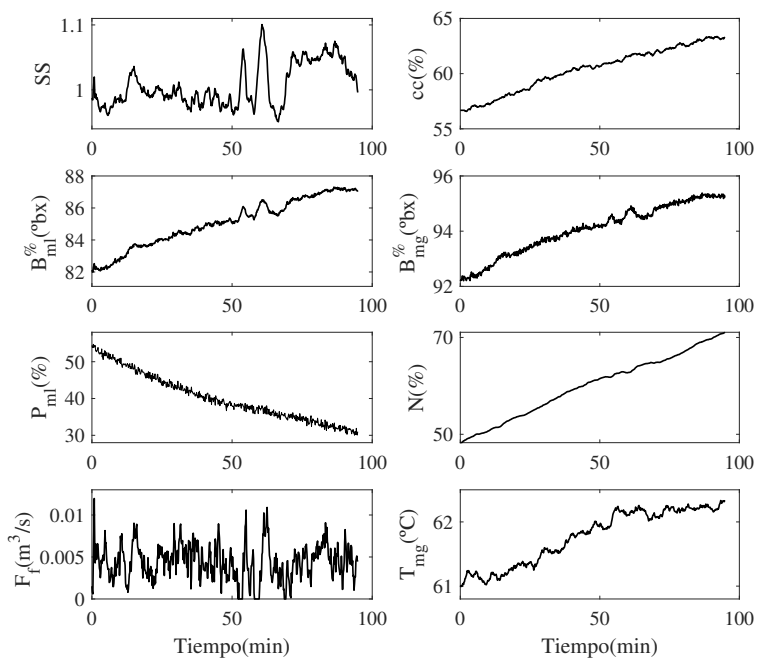


Figura A.5: Datos Lote 5. Fecha: 4 de diciembre de 2018

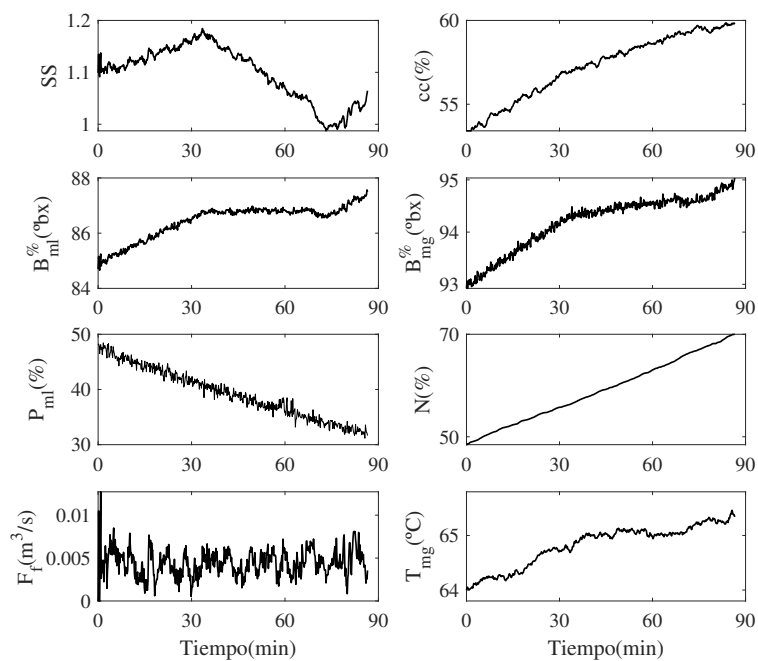


Figura A.6: Datos Lote 6. Fecha: 7 de diciembre de 2018

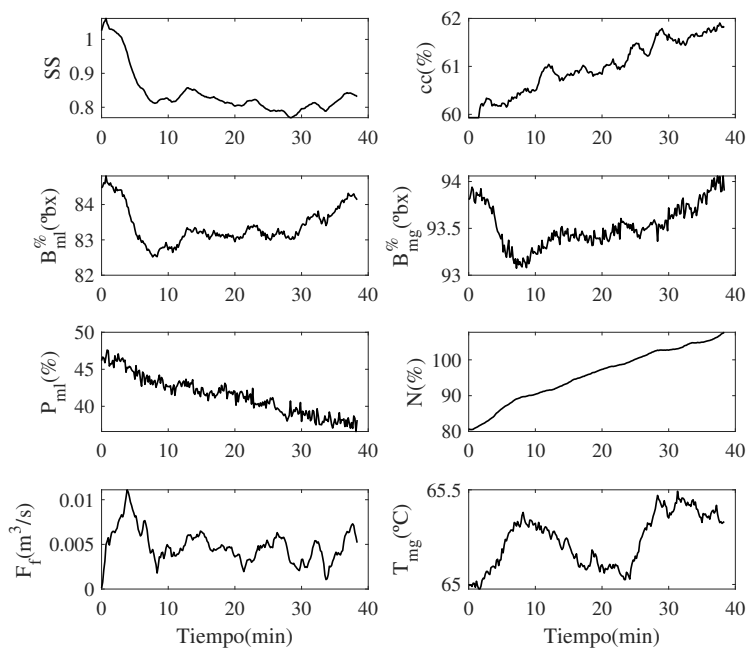


Figura A.7: Datos Lote 7. Fecha: 15 de diciembre de 2018

FILTRO DE KALMAN UNSCENTED

B.1. Algoritmo del Filtro de Kalman Unscented

El algoritmo del filtro de Kalman no lineal utilizado en este artículo se basa en las ecuaciones 14.56 a 14.67 de Simon [174]. En resumen, se puede describir de la siguiente manera:

- 1) Dado el sistema no lineal en tiempo discreto de n estados:

$$x_{k+1} = f(x_k, u_k, t_k) + w_k \quad (\text{B.1})$$

$$y_k = h(x_k, t_k) + v_k \quad (\text{B.2})$$

$$w_k \sim (0, Q_k) \quad (\text{B.3})$$

$$v_k \sim (0, R_k) \quad (\text{B.4})$$

- 2) El UKF se inicializa de la siguiente manera:

$$\hat{x}_0 = E(x_0), \quad P_0^+ = [(x_0 - \hat{x}_0^+)(x_0 - \hat{x}_0^+)^T] \quad (\text{B.5})$$

- 3) Las siguientes ecuaciones de actualización temporal se emplean para propagar la estimación del estado y la covarianza de un instante de medición al siguiente.

- 1) Para propagar la estimación del instante $(k - 1)$ a k , se seleccionan los puntos sigma $x_{k-1}^{(i)}$ de la siguiente manera:

$$x_{k-1}^{(i)} = \hat{x}_{k-1}^+ + \tilde{x}^{(i)}, \quad i = 1, \dots, 2n \quad (\text{B.6})$$

$$\tilde{x}^{(i)} = \left(\sqrt{nP_{k-1}^+} \right)_i^T, \quad i = 1, \dots, n \quad (\text{B.7})$$

$$\tilde{x}^{(n+i)} = - \left(\sqrt{nP_{k-1}^+} \right)_i^T, \quad i = 1, \dots, n \quad (\text{B.8})$$

- 2) Se evalúan los puntos $\hat{x}_{k-1}^{(i)}$ a través del mapeo no lineal $f(\cdot)$:

$$\hat{x}_k^{(i)} = f(\hat{x}_{k-1}^{(i)}, u_k, t_k), \quad i = 1, \dots, 2n \quad (\text{B.9})$$

- 3) Calcular la estimación del estado a priori en el instante de tiempo k :

$$\hat{x}_k^- = \frac{1}{2n} \sum_{i=1}^{2n} \hat{x}_k^i \quad (\text{B.10})$$

- 4) Calcular la covarianza del error a priori:

$$P_k^- = \frac{1}{2n} \sum_{i=1}^{2n} (\hat{x}_k^i - \hat{x}_k^-) (\hat{x}_k^i - \hat{x}_k^-)^T + Q_{e,k-1} \quad (\text{B.11})$$

- 4) Implementar las ecuaciones de actualización de la medición

- 1) Computar:

$$x_k^{(i)} = \hat{x}_k^- + \tilde{x}^{(i)}, \quad i = 1, \dots, 2n \quad (\text{B.12})$$

$$\tilde{x}^{(i)} = \left(\sqrt{nP_k^-} \right)_i^T, \quad i = 1, \dots, n \quad (\text{B.13})$$

$$\tilde{x}^{(n+i)} = - \left(\sqrt{nP_k^-} \right)_i^T, \quad i = 1, \dots, n \quad (\text{B.14})$$

- 2) Evaluar los puntos sigma en la ecuación de salida $h(\cdot)$:

$$\hat{y}_k^i = h \left(\hat{x}_k^{(i)} \right) \quad (\text{B.15})$$

- 3) Calcular la predicción de la medición en el instante de tiempo k :

$$\hat{y}_k = \frac{1}{2n} \sum_{i=1}^{2n} \hat{y}_k^i \quad (\text{B.16})$$

- 4) Estimar la covarianza de la medición predicha:

$$P_y = \frac{1}{2n} \sum_{i=1}^{2n} (\hat{y}_k^i - \hat{y}_k) (\hat{y}_k^i - \hat{y}_k)^T + R_{e,k} \quad (\text{B.17})$$

- 5) Estimar la covarianza cruzada entre $\hat{x}_k^-$ y $\hat{y}_k$:

$$P_{xy} = \frac{1}{2n} \sum_{i=1}^{2n} (\hat{x}_k^i - \hat{x}_k^-) (\hat{y}_k^{(i)} - \hat{y}_k)^T \quad (\text{B.18})$$

- 6) Actualizar el estado estimado con la medición utilizando la ganancia de Kalman K_k :

$$K_k = P_{xy} P_y^{-1} \quad (\text{B.19})$$

$$\hat{x}_k^+ = \hat{x}_k^- + K_k (y_k - \hat{y}_k) \quad (\text{B.20})$$

$$P_k^+ = P_k^- - K_k P_y K_k^T \quad (\text{B.21})$$

Los elementos de las matrices Q y R se ajustan empíricamente mediante simulaciones para lograr el mejor ajuste posible del UKF a los datos experimentales.

FUNCIONES DE SESGO Y VARIANZA DEL ESBM

C.1. Análisis del error del estimador

La Función de Error Cuadrático Medio (FECM) del estimador de sobresaturación está definida por la ecuación (6.18), repetida a continuación como ecuación (C.1) para mayor comodidad:

$$\begin{aligned} \text{FECM} \left(\widehat{SS}(k) \right) &= \underbrace{\left[SS(k) - \mathbb{E} \left(\widehat{SS}(k) \right) \right]^2}_{\text{Función de sesgo}} + \underbrace{\text{var} \left(\widehat{SS}(k) \right)}_{\text{Función de Varianza}} \\ &= \mathbb{E} \left(\widehat{SS}(k) \right)^2 + \sigma_{\widehat{SS}}^2(k) \end{aligned} \quad (\text{C.1})$$

El cálculo de la FECM se realiza de la siguiente manera.

La expansión en serie de Taylor de la salida del estimador $\widehat{SS}(k)$, alrededor del punto $\hat{x}(k) = x(k) - \tilde{x}(k)$, da como resultado:

$$\begin{aligned} \widehat{SS}(k) &= \widehat{SS}(\hat{x}(k)) = SS(x(k)) + \nabla_{SS}^x(k)^T \tilde{x}(k) + \frac{1}{2} \tilde{x}(k)^T H_{SS}^x(k) \tilde{x}(k) \\ &\quad + \varepsilon(\|\tilde{x}\|^3), \quad k = 1, 2, \dots, k_{max} \end{aligned} \quad (\text{C.2})$$

donde $\nabla_{SS}^x(k) = \nabla SS(x(k))$ es el vector gradiente y $H_{SS}^x(k) = H(SS(x(k)))$ es la matriz hessiana de $SS(x(k))$ (la salida del modelo de sobresaturación en tiempo discreto (Ecuación (5.46)), respectivamente.

Para las secuencias normales de operación del estimador se verifica que, para todos los valores de k , los términos cuadráticos y de orden superior de la Ecuación (C.2) pueden despreciarse en comparación con el término de primer orden (lineal), i.e., $\forall k : |\tilde{x}(k)^T H_{SS}^x(k) \tilde{x}(k)| + \varepsilon(\|\tilde{x}\|^3) \ll |\nabla_{SS}^x(k)^T \tilde{x}(k)|$. Esto se puede cuantificar calculando la función MoNL(k) y su máximo MoNL^{max} como una medida de no linealidad [193]:

$$\text{MoNL}(k) = \frac{|\tilde{x}(k)^T H_{SS}^x(k) \tilde{x}(k)|}{|\nabla_{SS}^x(k)^T \tilde{x}(k)|}, \quad \text{MoNL}^{\max} = \max_{k \in \{1, 2, \dots, k_{\max}\}} \text{MoNL}(k) \quad (\text{C.3})$$

Para los lotes L_1 y L_2 que se muestran en la Figura XXX, MoNL^{max} $\approx$ 0,0061. Dado que los términos cuadráticos y superiores pueden despreciarse, el comportamiento de la Ecuación (C.2) es aproximadamente lineal:

$$\begin{aligned} \widehat{SS}(k) &\approx \widehat{SS}^{(L)}(k) = SS(x(k)) + \nabla_{SS}^x(k)^T \tilde{x}(k) \\ &= SS(x(k)) + \sum_{i=1}^5 \frac{\partial SS(x(k))}{\partial x_i(k)} \tilde{x}_i(k) \end{aligned} \quad (\text{C.4})$$

donde $\widehat{SS}^{(L)}(k)$ es la aproximación de primer orden de Taylor de la salida del estimador $\widehat{SS}(k)$.

Las derivadas parciales de la Ecuación (5.46), $\partial SS(x(k))/\partial x_i(k)$, $i = 1, \dots, 5$, son las funciones de sensibilidad del estimador. A partir de la Figura C.1, se puede observar que estas funciones prácticamente no varían con k y, por lo tanto, pueden considerarse constantes. Los coeficientes de sensibilidad se obtienen calculando la media de las funciones de sensibilidad $\partial SS(x(k))/\partial x_i(k)$, $i = 1, 2, \dots, 5$, $k = 1, 2, \dots, k_{\max}$:

$$\begin{aligned} \frac{\partial SS(x)}{\partial x_1} &= -2,61 \times 10^{-4}; \quad \frac{\partial SS(x)}{\partial x_2} = 1,83 \times 10^{-5}; \quad \frac{\partial SS(x)}{\partial x_3} = 0; \\ \frac{\partial SS(x)}{\partial x_4} &= 7,0 \times 10^{-5}; \quad \frac{\partial SS(x)}{\partial x_5} = -1,52 \times 10^{-2} \end{aligned} \quad (\text{C.5})$$

Con la aproximación dada por la Ecuación (C.5), el vector gradiente puede considerarse constante: $\nabla_{SS}^x(k)^T \approx \nabla_{SS}^x{}^T$. Reemplazando $\nabla_{SS}^x{}^T$ en la

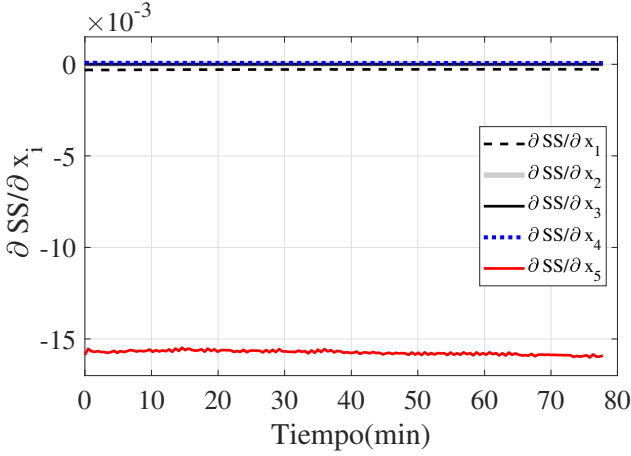


Figura C.1: Funciones de Sensibilidad del Estimador.

Ecuación (C.4) se obtiene:

$$\begin{aligned}
 \widehat{SS}^{(L)}(k) &= SS(x(k)) + \nabla_{SS}^x T \tilde{x}(k) = SS(x(k)) + \sum_{i=1}^5 \frac{\partial SS(x)}{\partial x_i} \tilde{x}_i(k) \\
 &= SS(x(k)) - 2,61 \times 10^{-4} \tilde{x}_1(k) + 1,83 \times 10^{-5} \tilde{x}_2(k) \\
 &\quad + 7,05 \times 10^{-5} \tilde{x}_4(k) - 1,52 \times 10^{-2} \tilde{x}_5(k)
 \end{aligned} \tag{C.6}$$

El estimador lineal dado por la Ecuación (C.6) puede simularse, pero no puede implementarse en la práctica debido a que los estados reales son desconocidos. No obstante, su utilidad radica en el hecho que permite realizar cálculos simbólicos, en particular las funciones de sesgo y varianza del estimador.

C.1.1. Funciones de media, de sesgo y de varianza del estimador de sobresaturación

La función de sesgo se puede calcular aproximadamente considerando que $\widehat{SS}(k) \approx \widehat{SS}^{(L)}(k)$. La media del estimador es:

$$\begin{aligned} \mathbb{E} \left(\widehat{SS}(k) \right) &\approx \widehat{SS}^{(L)}(k) = SS(k) + \nabla_{SS}^x{}^T \mathbb{E}(\tilde{x}(k)) \\ &= SS(k) + \sum_{i=1}^5 \frac{\partial SS(x)}{\partial x_i} \mathbb{E}(\tilde{x}_i(k)) \end{aligned} \quad (C.7)$$

La función del error de estimación es: $\widetilde{SS}(k) = SS(k) - \widehat{SS}(k)$, y la función de sesgo es:

$$\begin{aligned} \mathbb{E} \left(\widetilde{SS}(k) \right) &= SS(k) - \mathbb{E} \left(\widehat{SS}(k) \right) = -\nabla_{SS}^x{}^T \mathbb{E}(\tilde{x}(k)) \\ &= -\sum_{i=1}^5 \frac{\partial SS(x)}{\partial x_i} \mathbb{E}(\tilde{x}_i(k)) \end{aligned} \quad (C.8)$$

De la Ecuación (C.8) se observa que la función de sesgo del estimador es proporcional al sesgo de la estimación de los estados.

La función de varianza del estimador se obtiene a partir de las Ecuaciones (C.4), (C.5) y (C.8):

$$\begin{aligned} \sigma_{\widetilde{SS}}^2(k) &= \mathbb{E} \left\{ \left[\widehat{SS}(k) - \mathbb{E} \left(\widehat{SS}(k) \right) \right] \left[\widehat{SS}(k) - \mathbb{E} \left(\widehat{SS}(k) \right) \right]^T \right\} \\ &= \nabla_{SS}^x{}^T \mathbb{E} \left\{ [\tilde{x}(k) - \mathbb{E}(\tilde{x}(k))] [\tilde{x}(k) - \mathbb{E}(\tilde{x}(k))]^T \right\} \nabla_{SS}^x \\ &= \nabla_{SS}^x{}^T P_{\tilde{x}}(k) \nabla_{SS}^x = \nabla_{SS}^x{}^T P_{\hat{x}}(k) \nabla_{SS}^x \end{aligned} \quad (C.9)$$

donde $P_{\tilde{x}}(k)$ (Ecuación (6.15)) es la matriz de covarianza del error, y $P_{\hat{x}}(k) = P_{\tilde{x}}(k)$ (Ecuación (6.16)) es la matriz de covarianza de estados

estimados, por lo tanto:

$$\begin{aligned}\sigma_{\widehat{SS}}^2(k) &= \nabla_{SS}^x{}^T P_{\hat{x}}(k) \nabla_{SS}^x \\ &= \sum_{i=1}^5 \left(\frac{\partial SS(x)}{\partial x_i} \right)^2 \sigma_{\hat{x}_i}^2 + 2 \sum_{i=1}^4 \sum_{j=i+1}^5 \left(\frac{\partial SS(x)}{\partial x_i} \right) \left(\frac{\partial SS(x)}{\partial x_j} \right) \sigma_{\hat{x}_i \hat{x}_j}\end{aligned}\tag{C.10}$$

Sustituyendo los valores de los coeficientes de sensibilidad (Ecuación (C.5)) en las Ecuaciones (C.8) y (C.10), se obtienen las expresiones finales de las funciones de sesgo y varianza del estimador:

$$\begin{aligned}\mathbb{E} \left(\widetilde{SS}(k) \right) &\approx 2,61 \times 10^{-4} \mathbb{E}(\tilde{x}_1(k)) - 1,83 \times 10^{-5} \mathbb{E}(\tilde{x}_2(k)) \\ &\quad - 7,05 \times 10^{-5} \mathbb{E}(\tilde{x}_4(k)) + 1,52 \times 10^{-2} \mathbb{E}(\tilde{x}_5(k))\end{aligned}\tag{C.11}$$

$$\begin{aligned}\sigma_{\widehat{SS}}^2(k) &\approx 6,81 \times 10^{-8} \sigma_{\hat{x}_1}^2 + 3,35 \times 10^{-10} \sigma_{\hat{x}_2}^2 + 4,96 \times 10^{-9} \sigma_{\hat{x}_4}^2 \\ &\quad + 2,31 \times 10^{-4} \sigma_{\hat{x}_5}^2 - 9,55 \times 10^{-9} \sigma_{\hat{x}_1 \hat{x}_2} - 3,67 \times 10^{-8} \sigma_{\hat{x}_1 \hat{x}_4} \\ &\quad + 7,93 \times 10^{-6} \sigma_{\hat{x}_1 \hat{x}_5} + 2,58 \times 10^{-9} \sigma_{\hat{x}_2 \hat{x}_4} - 5,56 \times 10^{-7} \sigma_{\hat{x}_2 \hat{x}_5} \\ &\quad - 2,14 \times 10^{-6} \sigma_{\hat{x}_4 \hat{x}_5}\end{aligned}\tag{C.12}$$

BIBLIOGRAFÍA

- [1] O. D. Cheesman et al., *Environmental impacts of sugar production: the cultivation and processing of sugarcane and sugar beet*. CABI publishing, 2004.
- [2] C. de Prada Moraga, E. Baeyens Lázaro y R. Rivas Pérez, “Introducción a la sección especial de modelado, control y optimización en la industria azucarera”, *Revista Iberoamericana de Automática e Informática Industrial*, vol. 6, n.º 3, págs. 5-9, 2009.
- [3] D. V. Arapov, V. A. Kuritsyn, S. M. Petrov y N. M. Podgornova, “Simulation of the rate of dissolution of sucrose crystals”, *Journal of Food Engineering*, vol. 318, pág. 110 887, 2022.
- [4] L. A. De Bernardi, *Perfil del Azúcar*, Ministerio de Agricultura, Ganadería y Pesca. Presidencia de la Nación, 2019.
- [5] J. Zhang, Y. Meng, H. Wang, T. Yao, S. Yu y J. Chen, “Optimization design of cane sugar evaporative crystallizer based on orthogonal test and computational fluid dynamics”, *Journal of Food Process Engineering*, vol. 43, n.º 4, e13355, 2020.
- [6] P. Georgieva, M. Meireles y S. F. De Azevedo, “Knowledge-based hybrid modelling of a batch crystallisation when accounting for nucleation, growth and agglomeration phenomena”, *Chemical Engineering Science*, vol. 58, n.º 16, págs. 3699-3713, 2003.
- [7] L. A. P. Suárez, P. Georgieva y S. F. de Azevedo, “Computationally efficient process control with neural networkbased predictive

- models”, en *2009 International Joint Conference on Neural Networks*, IEEE, 2009, págs. 2990-2997.
- [8] R. Mazaeda, L. F. Acebes, A. Rodríguez, S. Engell y C. de Prada, “Sugar crystallization benchmark”, en *Computer Aided Chemical Engineering*, vol. 33, Elsevier, 2014, págs. 613-618.
- [9] L. Rozsa et al., “On-line monitoring and control of supersaturation and other masseccuite parameters in vacuum pans: A control engineering approach”, *International Sugar Journal*, vol. 113, n.º 1356, pág. 853, 2011.
- [10] L. Rozsa, “Sugar crystallization: Look for the devil in the details–Part 1”, *International Sugar Journal*, vol. 110, n.º 1315, pág. 403, 2008.
- [11] P. Honig, *Principles of Sugar Technology*. Elsevier Publishing Co., 1953, vol. I.
- [12] L. Rozsa, J. Rozsa y S. Kilpinen, “Crystal Growth and Crystallization Control Tactics in Industrial Sugar Crystallizers Part 1. Crystal Growth”, *International Sugar Journal*, vol. 118, n.º 1414, págs. 1-15, 2016.
- [13] C. Damour, M. Benne, B. Grondin Perez y J.-P. Chabriat, “Nonlinear predictive control based on artificial neural network model for industrial crystallization”, *Journal of Food Engineering*, vol. 99, n.º 2, págs. 225-231, 2010.
- [14] Y. Meng, S. Yu, J. Zhang et al., “Hybrid modeling based on mechanistic and data-driven approaches for cane sugar crystallization”, *Journal of Food engineering*, vol. 257, págs. 44-55, 2019.
- [15] L. A. Paz Suárez, “Estratégias avançadas de modelização e controlo para processos industriais não lineares e descontínuos: aplicação em cristalizadores industriais de açúcar”, Tesis doct., Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, 2010.
- [16] J. R. Perán González, “Introducción”, en *Libro blanco del control automático en la industria de la caña de azúcar*, José R. Perán González, ed., Programa Iberoamericano de Ciencia y Tecnología para el Desarrollo (CYTED). Red de automatización y control de la industria de transformación de la caña de azúcar, 2011, págs. 19-22.
- [17] FAO, 2019. dirección: <http://www.fao.org>.

-
- [18] E. Hugot, *Handbook of cane sugar engineering*. Third Edition, Elsevier, Amsterdam-Oxford-New York-Tokyo, 1986.
- [19] M. Ramírez Mendoza, “Proceso Tecnológico de Preparación y Molienda de Caña”, en *Libro blanco del control automático en la industria de la caña de azúcar*, José R. Perán González, ed., Programa Iberoamericano de Ciencia y Tecnología para el Desarrollo (CYTED). Red de automatización y control de la industria de transformación de la caña de azúcar, 2011, cap. 1, págs. 23-45.
- [20] P. Vega, R. Lamanna de Rocco, S. Revollar y H. Álvarez, “Purificación y Clarificación del Jugo de la Caña de Azúcar”, en *Libro blanco del control automático en la industria de la caña de azúcar*, José R. Perán González, ed., Programa Iberoamericano de Ciencia y Tecnología para el Desarrollo (CYTED). Red de automatización y control de la industria de transformación de la caña de azúcar, 2011, cap. 2, págs. 47-68.
- [21] G. H. Jenkins, *Introduction to cane sugar technology*. Elsevier, 1966.
- [22] G. Towler y R. Sinnott, *Chemical Engineering Design: Principles, Practice and Economics of Plant and Process Design*. Elsevier, 2013.
- [23] F. Falcón, M. Peláez y C. Esturo, *Manual de operaciones para la producción de azúcar crudo de caña*. Centro Impresiones Gráficas del Azúcar. Dirección de tecnología. Minaz. Cuba, 1995.
- [24] W. Ipanaqué Alama, “Concentración por Evaporación”, en *Libro blanco del control automático en la industria de la caña de azúcar*, José R. Perán González, ed., Programa Iberoamericano de Ciencia y Tecnología para el Desarrollo (CYTED). Red de automatización y control de la industria de transformación de la caña de azúcar, 2011, cap. 3, págs. 71-95.
- [25] R. Mazaeda y C. de Prada, “Cristalizadores de azúcar por evaporación al vacío”, en *Libro blanco del control automático en la industria de la caña de azúcar*, José R. Perán González, ed., Programa Iberoamericano de Ciencia y Tecnología para el Desarrollo (CYTED). Red de automatización y control de la industria de transformación de la caña de azúcar, 2011, cap. 4, págs. 97-126.

- [26] I. Mazón, “Cristalizadores de azúcar por evaporación al vacío”, en *Libro blanco del control automático en la industria de la caña de azúcar*, José R. Perán González, ed., Programa Iberoamericano de Ciencia y Tecnología para el Desarrollo (CYTED). Red de automatización y control de la industria de transformación de la caña de azúcar, 2011, cap. 4, págs. 145-164.
- [27] J. Mullin y O Söhnel, “Expressions of supersaturation in crystallization studies”, *Chemical Engineering Science*, vol. 32, n.º 7, págs. 683-686, 1977.
- [28] J. F. Richardson y J. M. Coulson, *Coulson and Richardson’s Chemical Engineering: Particle Technology and Separation Processes*, fifth edition, J. F. Richardson, J. H. Harker y J. R. Backhurst, eds. Butterworth-Heinemann, 2002, vol. 2, cap. 15, págs. 827-900.
- [29] J. W. Mullin, *Crystallization*, 4th. Elsevier, 2001.
- [30] W. L. McCabe, J. C. Smith y P Harriot, *Operaciones unitarias en Ingeniería Química*, Cuarta. McGraw-Hill, 1998.
- [31] A. A. Noyes y W. R. Whitney, “The rate of solution of solid substances in their own solutions.”, *Journal of the American Chemical Society*, vol. 19, n.º 12, págs. 930-934, 1897.
- [32] A. VanHook, “Growth of sugar crystals. A review”, *Sugar Tech. Review*, n.º 8, págs. 41-679, 1981.
- [33] R. Zumstein y R. Rousseau, “Growth rate dispersion by initial growth rate distributions and growth rate fluctuations”, *AIChE journal*, vol. 33, n.º 1, págs. 121-129, 1987.
- [34] A. Randolph, *Theory of particulate processes: analysis and techniques of continuous crystallization*. Elsevier, 2012.
- [35] A. Myerson, *Handbook of industrial crystallization*. Butterworth-Heinemann, 2002.
- [36] Z. Bubnik y P. Kadlec, “Sucrose solubility”, en *Sucrose: Properties and Applications*, M. Mathlouthi y P. Reiser, eds., First, Paris: Springer Science+Business Media Dordrecht, 1995, cap. 5, págs. 101-124, ISBN: 978-1-4613-6150-3.

-
- [37] W. Ostwald, "Über die vermeintliche Isomerie des roten und gelben Quecksilberoxyds und die Oberflächenspannung fester Körper", *Zeitschrift für physikalische Chemie*, vol. 34, n.º 1, págs. 495-503, 1900.
- [38] H. A. Miers y F. Isaac, "XLVII.—The refractive indices of crystallising solutions, with especial reference to the passage from the metastable to the labile condition", *Journal of the Chemical Society, Transactions*, vol. 89, págs. 413-454, 1906.
- [39] R. Broadfoot y P. Wright, "Nucleation studies", *Queensland Soc Sugar Cane Technol Proc*, 1972.
- [40] J. A. Frew, "Optimal control of batch raw sugar crystallization", *Industrial & Engineering Chemistry Process Design and Development*, vol. 12, n.º 4, págs. 460-467, 1973.
- [41] H. Morales, E. Aguirre-Zapata, F. di Sciascio y A. N. Amicarelli, "Estrategias de control con referencia variable aplicadas al proceso de Cristalización C en la industria azucarera", *Revista Iberoamericana de Automática e Informática industrial*, vol. 20, n.º 1, págs. 81-92, 2022.
- [42] B. Grondin-Perez, M. Benne y J.-P. Chabriat, "Supervision of C crystallisation in Bois Rouge sugar mill using on-line crystal content estimation using synchronous microwave and refractometric brix measurements", *Journal of Food Engineering*, vol. 76, n.º 4, págs. 639-645, 2006.
- [43] L. Rozsa, "Sensor selection: Still an issue in sugar crystallization control", en *Procd. Philippine Sugar Technologist's Convention*, 2003.
- [44] D. Radford y M. Cox, "The use of electrical properties measured at radio frequencies for pan boiling and Brix control [sugar industry]", *Zuckerindustrie (Germany, FR)*, 1986.
- [45] L. Rozsa, "Sensor performance in monitoring of supersaturation", *International Sugar Journal*, vol. 99, n.º 1182, págs. 263-8, 1997.
- [46] L. Rozsa, "On-line monitoring of supersaturation in sugar crystallisation", *International Sugar Journal*, vol. 98, n.º 1176, págs. 660-675, 1996.

- [47] A. Mesbah, "Optimal Operation of Industrial Batch Crystallizers A Nonlinear Model-based Control Approach", Tesis doct., Universidad Técnica de Delft, 2010.
- [48] N. S. Tavaré, *Industrial crystallization: process simulation analysis and design*. Springer Science & Business Media, 2013.
- [49] J. M. N. Chorão, "Operação assistida por computador dum cristalizador industrial de açúcar.", Tesis doct., Faculdade de Engenharia, Departamento de Eng. Química. Universidade de Porto., 1995.
- [50] D. P. Kulkarni et al., *Cane sugar manufacture in India*. Sugar Technologists' Association of India, 1996.
- [51] J. Ziegler, "Sugar boiling the syrups in the vacuum pans", *The Sugar Journal*, vol. 42, pág. 27, 1979.
- [52] M. Taylor, M. Getaz et al., "Sensors for crystallisation control in vacuum pans-a review of Fives Fletcher experience over the past 25 years.", *International Sugar Journal*, vol. 112, n.º 1344, págs. 678-685, 2010.
- [53] A. M. Umo y S. B. Alabi, "Advances in super-saturation measurement and estimation methods for sugar crystallisation process", *International Journal of Food Engineering*, vol. 2, n.º 2, págs. 108-112, 2016.
- [54] U. Klute et al., "Microwave measuring technology for the sugar industry", *International Sugar Journal*, vol. 109, n.º 1308, pág. 749, 2007.
- [55] V. E. Baikow, *Manufacture and refining of raw cane sugar*, 2nd edition. Elsevier Scientific Publishing Company, 1982.
- [56] P. G. Hewitt, *Conceptual physics*. Pearson Educación, 2002.
- [57] D. D. Dunuwila, L. B. Carroll II y K. A. Berglund, "An investigation of the applicability of attenuated total reflection infrared spectroscopy for measurement of solubility and supersaturation of aqueous citric acid solutions", *Journal of Crystal Growth*, vol. 137, n.º 3-4, págs. 561-568, 1994.
- [58] F. Lewiner, J. Klein, F. Puel y G. Févotte, "On-line ATR FTIR measurement of supersaturation during solution crystallization processes. Calibration and applications on three solute/solvent systems", *Chemical Engineering Science*, vol. 56, n.º 6, págs. 2069-2084, 2001.

-
- [59] L. Rozsa, "The SeedMaster Device. For on-line supersaturation measurement and automatic crystalliser seeding", *International Sugar Journal*, vol. 100, n.º 1200, págs. 601-607, 1998.
- [60] E. Grut, "Šetření o přesycení a viskozitě v refrižerantech pro první produkt [Investigation of saturation and viscosity by cooling crystallization of A-product]. Díl II. Rozpustnost sacharosu v čisté vodě [Part II. Solubility of sucrose in pure water]. Díl III. Rozpustnost sacharosu v nečistých roztocích [Part III. Solubility of sucrose in impure sucrose solutions]", *Listy Cukrov*, vol. 56, págs. 53-55, 62-64, 1937.
- [61] G. Vavrinecz, "Formation and composition of beet molasses- I. The equation for solubility", *Sugar Tech.*, vol. Rev 6, págs. 117-129, 1978.
- [62] L. Rozsa, "SeedMaster 2: A universal crystallization transmitter and automatic seeding device", *International Sugar Journal*, vol. 1296, págs. 683-695, 2006.
- [63] M. Saska, "Boiling point elevation of technical sugarcane solutions and its use in automatic pan boiling", *International Sugar journal*, vol. 104, págs. 500-508, 2002.
- [64] L. Rozsa et al., "Sucrose solubility in impure cane sugar solutions", *International Sugar Journal*, vol. 102, n.º 1217, págs. 230-235, 2000.
- [65] J. C. Chen y C. C. Chou, *Cane sugar handbook: a manual for cane sugar manufacturers and their chemists*. John Wiley & Sons, 1993.
- [66] P. W. Van der Poel, H. Schiweck y T. K. Schwartz, *Sugar technology beet and cane sugar manufacture*. Verlag Dr Albert Bartens KG, Berlin, 1998, págs. 479-563.
- [67] W. A. Tiller, *The science of crystallization: microscopic interfacial phenomena*. Cambridge University Press, 1991.
- [68] W. Beckmann, *Crystallization: basic concepts and industrial applications*. John Wiley & Sons, 2013.
- [69] L. Evans, G. Trearchis y C Jones, "Simulation study of a vacuum pan sugar crystallizer - Part 1", *Sugar y Azucar*, vol. 65, págs. 10-22, 1970.
- [70] P. Wright y E. White, "A mathematical model of vacuum pan crystallization", en *Proceedings of ISSCT 15th congress*, 1974.

- [71] H. M. Hulburt y S. Katz, "Some problems in particle technology: A statistical mechanical formulation", *Chemical Engineering Science*, vol. 19, n.º 8, págs. 555-574, 1964.
- [72] C. Damour, M. Benne, L. Boillereaux, B. Grondin-Perez y J.-P. Chabriat, "NMPC of an industrial crystallization process using model-based observers", *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, vol. 16, n.º 5, págs. 708-716, 2010.
- [73] C. Damour, M. Benne, B. Grondin-Perez y J.-P. Chabriat, "Soft-sensor for industrial sugar crystallization: On-line mass of crystals, concentration and purity measurement", *Control Engineering Practice*, vol. 18, n.º 8, págs. 839-844, 2010.
- [74] C. Damour, M. Benne, L. Boillereaux, B. Grondin-Perez y J.-P. Chabriat, "Multivariable linearizing control of an industrial sugar crystallization process", *Journal of Process Control*, vol. 21, n.º 1, págs. 46-54, 2011.
- [75] C. Damour, M. Benne, B. Grondin-Perez y J.-P. Chabriat, "Model based Soft-Sensor for Industrial Crystallization: On-line Mass of Crystals and Solubility Measurement", *International Journal of Nutrition and Food Engineering*, vol. 3, n.º 6, págs. 275-279, 2009.
- [76] C. Damour, M. Benne, L. Boillereaux, B. Grondin-Perez y J.-P. Chabriat, "Energy Efficiency Improvement of an Industrial Crystallization Process Using Linearizing Control", *Journal of Crystallization Process and Technology*, vol. 2, n.º 2, págs. 44-54, 2012.
- [77] R. Consuegra del Rey, "Modelación matemática del proceso de cocción de la masa cocida" C" y su vínculo con el control del proceso. Parte I: Modelación matemática", *ICIDCA. Sobre los Derivados de la Caña de Azúcar*, vol. 46, n.º 1, págs. 3-6, 2012.
- [78] R. Consuegra del Rey, "Modelación matemática del proceso de cocción de la masa cocida" C" y su vínculo con el control del proceso. Parte II: simulación del proceso", *ICIDCA. Sobre los Derivados de la Caña de Azúcar*, vol. 46, n.º 2, págs. 19-22, 2012.
- [79] S. Feyo de Azevedo, J. Chorão, M. Joa y L. San Miguel Bento, "Monitoring crystallization. i: On-line monitoring of white sugar crystallization through software sensors", *International Sugar Journal*, vol. 95, n.º 1140, págs. 483-488, 1993.

-
- [80] S Feye de Azevedo, J Chorão, M Joao Goncalves y L San Miguel Bento, "Monitoring crystallization. ii: On-line monitoring of white sugar crystallization through software sensors", *International sugar journal*, vol. 96, n.º 1140, págs. 18-26, 1994.
- [81] P. Lauret, H. Boyer y J.-C. Gatina, "Hybrid modelling of a sugar boiling process", *Control Engineering Practice*, vol. 8, n.º 3, págs. 299-310, 2000.
- [82] A. Umo y S. Alabi, "An empirical model for the prediction of super-saturation value of massecuite during sugar crystallization process", en *Proc. 44th Annu. Conf. Nigerian Society of Chemical Engineers*, 2016, págs. 20-22.
- [83] A. M. Umo y S. B. Alabi, "Predictive Model for Post-Seeding SuperSaturation of Sugar Massecuite in a Fed-Batch Evaporative Crystalliser", *International Journal of Food Engineering*, vol. 2, n.º 2, págs. 119-123, 2016.
- [84] F. Shamim, R. Hernández, R. Paulen y S. Engell, "A hierarchical coordination approach to the optimal operation of a sugar crystallization process", en *Computer Aided Chemical Engineering*, vol. 38, Elsevier, 2016, págs. 703-708.
- [85] S. Feye de Azevedo, M. Goncalves, V Ruiz y K Najim, "Generalized predictive control of a batch evaporative crystallizer", *IFAC Proceedings Volumes*, vol. 22, n.º 8, págs. 93-98, 1989.
- [86] P Ditl, L Beranek, F Rieger et al., "Simulation of a stirred sugar boiling pan.", *Zuckerindustrie*, vol. 115, n.º 8, págs. 667-676, 1990.
- [87] E. Bolaños, K. B. Sánchez, G. R. Urrea García y L. Ricardez, "Dynamic modeling and optimization of batch crystallization of sugar cane under uncertainty", *Industrial & Engineering Chemistry Research*, vol. 53, n.º 33, págs. 13 180-13 194, 2014.
- [88] D. Tejerina, R. Mazaeda y C. de Prada, "Modelling and simulation of the non-ideal mixing behaviour of the crystallization stage in a sugar factory batch crystallizer", *Pan*, vol. 80, págs. 100, 2014.
- [89] B. J. de Castro, M. Marciniuk, M. Giuliatti y A. Bernardo, "Sucrose crystallization: modeling and evaluation of production responses to typical process fluctuations", *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, vol. 36, págs. 1237-1253, 2019.

- [90] N. S. A. Hassani, K Saidi y T Bounahmidi, “Steady state modeling and simulation of an industrial sugar continuous crystallizer”, *Computers & Chemical Engineering*, vol. 25, n.º 9-10, págs. 1351-1370, 2001.
- [91] R. Mazaeda, S. P. Cristea y C. de Prada, “Plant-wide hierarchical optimal control of a crystallization process”, *IFAC-PapersOnLine*, vol. 48, n.º 8, págs. 1210-1215, 2015.
- [92] R. Mazaeda, S. P. Cristea y C. de Prada, “Hierarchically coordinated economic MPC plantwide control of mixed continuous-batch units in process industries with application to a beet sugar plant”, *Optimal Control Applications and Methods*, vol. 41, n.º 1, págs. 190-214, 2020.
- [93] P. Wright y E. White, “A digital simulation of the vacuum pan crystallization process”, en *Proceeding of 13 International Society of Sugar Cane Technologists Congress*, 1969.
- [94] J. B. Rawlings, W. R. Witkowski y J. W. Eaton, “Modelling and control of crystallizers”, *Powder Technology*, vol. 69, n.º 1, págs. 3-9, 1992.
- [95] L. A. P. Suárez, P. Georgieva y S. F. De Azevedo, “Nonlinear MPC for fed-batch multiple stages sugar crystallization”, *Chemical Engineering Research and Design*, vol. 89, n.º 6, págs. 753-767, 2011.
- [96] C. D. F. d. Jesus, “Validação da simulação dinâmica das etapas de evaporação e cristalização da produção de açúcar com dados obtidos em plantas industriais.”, Tesis doct., Universidade Federal de São Carlos, 2004.
- [97] P. Georgieva, S. Feyo de Azevedo, M. J. Gonçalves y P. Ho, “Modeling of sugar crystallization through knowledge integration”, *Engineering in life sciences*, vol. 3, n.º 3, págs. 146-153, 2003.
- [98] Y. Meng, Q. Lan, J. Qin, S. Yu, H. Pang y K. Zheng, “Data-driven soft sensor modeling based on twin support vector regression for cane sugar crystallization”, *Journal of Food Engineering*, vol. 241, págs. 159-165, 2019.

-
- [99] H. Morales, F. di Sciascio, E. Aguirre-Zapata y A. N. Amicarelli, "A model-based supersaturation estimator (inferential or soft-sensor) for industrial sugar crystallization process", *Journal of Process Control*, vol. 129, pág. 103 065, 2023.
- [100] A. Osman y F. Rajab, "Exploring the dynamic growth of sugar crystals: A volume diffusion non-steady state model under variable conditions", *AIP Advances*, vol. 13, n.º 6, 2023.
- [101] E. P. Felixa, S. B. Alabia y A. M. Umob, "A regression model for estimating sugar crystal size in a fed-batch vacuum evaporative Crystalliser", *Chemical Engineering*, vol. 75, 2019.
- [102] M. Asadi, *Beet-sugar handbook*. John Wiley & Sons, 2006.
- [103] K. Sun, J. Liu, J.-L. Kang, S.-S. Jang, D. S.-H. Wong y D.-S. Chen, "Soft Sensor Development with Nonlinear Variable Selection Using Nonnegative Garrote and Artificial Neural Network", en *Computer Aided Chemical Engineering*, vol. 33, Elsevier, 2014, págs. 883-888.
- [104] P. Kadlec, B. Gabrys y S. Strandt, "Data-driven soft sensors in the process industry", *Computers & chemical engineering*, vol. 33, n.º 4, págs. 795-814, 2009.
- [105] S. de Wolf, R. Cuyppers, L. Zullo, B. Vos y B. Bax, "Model predictive control of a slurry polymerisation reactor", *Computers & Chemical Engineering*, vol. 20, S955-S961, 1996.
- [106] F. J. Doyle III, "Nonlinear inferential control for process applications", *Journal of Process Control*, vol. 8, n.º 5-6, págs. 339-353, 1998.
- [107] V. Prasad, M. Schley, L. P. Russo y B. W. Bequette, "Product property and production rate control of styrene polymerization", *Journal of Process Control*, vol. 12, n.º 3, págs. 353-372, 2002.
- [108] B. Joseph y C. B. Brosilow, "Inferential control of processes: Part I. steady state analysis and design", *AIChE Journal*, vol. 24, n.º 3, págs. 485-492, 1978.
- [109] G. Bastin, *On-line estimation and adaptive control of bioreactors*. Elsevier, 1990, vol. 1.

- [110] F. di Sciascio y A. N. Amicarelli, "Biomass estimation in batch biotechnological processes by Bayesian Gaussian process regression", *Computers & Chemical Engineering*, vol. 32, n.º 12, págs. 3264-3273, 2008.
- [111] J. Zhu, Z. Ge y Z. Song, "Robust semi-supervised mixture probabilistic principal component regression model development and application to soft sensors", *Journal of Process Control*, vol. 32, págs. 25-37, 2015.
- [112] Y. Li, T. Peng, W. Sun et al., "A soft sensor model based on CNN-BiLSTM and IHHO algorithm for Tennessee Eastman process", *Measurement*, pág. 113 195, 2023.
- [113] H. Dong, J. Shi, L. Chen y K. Hao, "An online soft sensor based on adaptive double Gaussian Bayesian network", *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, pág. 104 895, 2023.
- [114] Z. Zhang, G. Yan, T. Qiao, Y. Fang e Y. Pang, "Multi-source unsupervised soft sensor based on joint distribution alignment and mapping structure preservation", *Journal of Process Control*, vol. 109, págs. 44-59, 2022.
- [115] K. Hazama y M. Kano, "Covariance-based locally weighted partial least squares for high-performance adaptive modeling", *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, vol. 146, págs. 55-62, 2015.
- [116] Y. Bao, Y. Zhu, W. Du, W. Zhong y F. Qian, "A distributed PCA-TSS based soft sensor for raw meal fineness in VRM system", *Control Engineering Practice*, vol. 90, págs. 38-49, 2019.
- [117] G. Liu, D. Zhou, H. Xu y C. Mei, "Model optimization of SVM for a fermentation soft sensor", *Expert Systems with Applications*, vol. 37, n.º 4, págs. 2708-2713, 2010.
- [118] A. A. K. Farizhandi, H. Zhao y R. Lau, "Modeling the change in particle size distribution in a gas-solid fluidized bed due to particle attrition using a hybrid artificial neural network-genetic algorithm approach", *Chemical Engineering Science*, vol. 155, págs. 210-220, 2016.

-
- [119] Y. Liu y M. Xie, "Rebooting data-driven soft-sensors in process industries: A review of kernel methods", *Journal of Process Control*, vol. 89, págs. 58-73, 2020.
- [120] Z. K. Nagy, G. Fevotte, H. Kramer y L. L. Simon, "Recent advances in the monitoring, modelling and control of crystallization systems", *Chemical Engineering Research and Design*, vol. 91, n.º 10, págs. 1903-1922, 2013.
- [121] Z. Nagy y E. Aamir, "Systematic design of supersaturation controlled crystallization processes for shaping the crystal size distribution using an analytical estimator", *Chemical Engineering Science*, vol. 84, págs. 656-670, 2012.
- [122] S. Schorsch, D. R. Ochsenbein, T. Vetter, M. Morari y M. Mazzotti, "High accuracy online measurement of multidimensional particle size distributions during crystallization", *Chemical Engineering Science*, vol. 105, págs. 155-168, 2014.
- [123] R. Zhang, C. Y. Ma, J. J. Liu y X. Z. Wang, "On-line measurement of the real size and shape of crystals in stirred tank crystalliser using non-invasive stereo vision imaging", *Chemical Engineering Science*, vol. 137, págs. 9-21, 2015.
- [124] J. Liu, T. Liu, J. Chen, H. Yue, F. Zhang y F. Sun, "Data-driven modeling of product crystal size distribution and optimal input design for batch cooling crystallization processes", *Journal of Process Control*, vol. 96, págs. 1-14, 2020.
- [125] P. Quintana, E. Bolanos, B. Miranda y L. Salcedo, "Mathematical modeling and kinetic parameter estimation in batch crystallization", *AIChE Journal*, vol. 50, n.º 7, págs. 1407-1417, 2004.
- [126] T. Bakir, S. Othman, F. Puel y H. Hammouri, "Continuous-discrete observer for crystal size distribution of batch crystallization process", en *Proceedings of the 44th IEEE Conference on Decision and Control*, IEEE, 2005, págs. 6240-6244.
- [127] O. Z. El-Abdien, Y. M. Temerk, I. D. Abdullah y S. T. Amin, "Design and Evaluation of a Full Control Program for Sucrose Crystallization Based on Soft Sensor Approach", *IJEAT*, págs. 226-235, 2014.

- [128] D. Devogelaere, M. Rijckaert, O. G. Leon y G. C. Lemus, "Application of feedforward neural networks for soft sensors in the sugar industry", en *VII Brazilian Symposium on Neural Networks, 2002. SBRN 2002. Proceedings.*, IEEE, 2002, págs. 2-6.
- [129] A. Simoglou, P. Georgieva, E. B. Martin, A. J. Morris y S. F. de Azevedo, "On-line monitoring of a sugar crystallization process", *Computers & Chemical Engineering*, vol. 29, n.º 6, págs. 1411-1422, 2005.
- [130] I. Mironescu y C. Mironescu, "Image analysis for crystallization process control", *Journal of Agroalimentary Processes and Technologies*, vol. 12, n.º 1, págs. 7-12, 2006.
- [131] D. Villanueva, R. Posada, I. González, Á. García y A. Martínez, "Monitoring of a sugar crystallization process with fuzzy logic and digital image processing", *Journal of food process engineering*, vol. 38, n.º 1, págs. 19-30, 2015.
- [132] H. Morales, F. di Sciascio y A. Amicarelli, "Estimation of Supersaturation in the Crystallization Process of the Sugar Industry", en *2018 Argentine Conference on Automatic Control (AADECA)*, IEEE, 2018, págs. 1-6.
- [133] J. Zhang, Y. Meng, J. Wu, J. Qin, T. Yao, S. Yu et al., "Monitoring sugar crystallization with deep neural networks", *Journal of Food Engineering*, vol. 280, pág. 109 965, 2020.
- [134] J. A. Romero, O. Velazquez, Á. Garcia, V. M. Rivera y E. Hernandez, "Monitoring of cane sugar crystallization process by multiscale time-series analysis", *Chaos, Solitons & Fractals*, vol. 156, pág. 111 848, 2022.
- [135] P. Georgieva y S. F. de Azevedo, "Application of artificial neural networks in modeling and optimization of batch crystallization processes", *Eletrônica e Telecomunicações*, vol. 4, n.º 6, págs. 697-706, 2006.
- [136] P. Georgieva y S. F. de Azevedo, "Neural network-based estimation of reaction rates with partly unknown states and completely known kinetics coefficients", en *2008 4th International IEEE Conference Intelligent Systems*, IEEE, vol. 1, 2008, págs. 7-8.

-
- [137] C. Oliveira, P. Georgieva, F. Rocha y S. Feyo de Azevedo, "Artificial neural networks for modeling in reaction process systems", *Neural Computing and Applications*, vol. 18, págs. 15-24, 2009.
- [138] G. Lu, Y. Meng, J. Chen, Z. Tang, X. Wang y X. Yu, "A nonlinear system modelling approach to industrial cane sugar crystallization", *Computer Modeling & New Technologies*, vol. 18, n.º 9, págs. 58-64, 2014.
- [139] Y. Meng, T. Yao, S. Yu, J. Qin, J. Zhang y J. Wu, "Data-driven modeling for crystal size distribution parameters in cane sugar crystallization process", *Journal of Food Process Engineering*, vol. 44, n.º 4, e13648, 2021.
- [140] Y. Meng, G. Lu, K. Zheng, Z. Tang y X. Wang, "Research of Methods for Extracting Principal Components Responding to Sucrose Supersaturation Based Soft Sensors in Cane Sugar Process", *Sensors & Transducers*, vol. 162, n.º 1, pág. 221, 2014.
- [141] Y. Meng, K. Zheng, W. Li, H. Pang, G. Lu y G. Li, "Design and implementation of intelligent integrated measuring and controlling system for sugar cane crystallization process", *International Journal on Smart Sensing and Intelligent Systems*, vol. 8, n.º 3, págs. 1687-1705, 2015.
- [142] Y. Meng, J. Chen, G. Lu y Z. Tang, "Detecting syrup brix in cane sugar crystallization using an improved least squares support vector machine", *International Journal of Control and Automation*, vol. 8, n.º 3, págs. 171-184, 2015.
- [143] B. Grondin-Perez, M. Benne, C. Bonnetaze y J.-P. Chabriot, "Industrial multi-step forward predictor of mother liquor purity of the final stage of a cane sugar crystallisation plant", *Journal of Food Engineering*, vol. 66, n.º 3, págs. 361-367, 2005.
- [144] H. Morales, E. Aguirre, F. di Sciascio y A. N. Amicarrelli, "Purity and Supersaturation model based estimators for sugar crystallization last stages", en *in 27º Argentine Conference on Automatic Control (AADECA)*, 2020, Buenos Aires, 2020, págs. 1-6.
- [145] C. Chen S. and Cowan, S. Billings y P. Grant, "Parallel recursive prediction error algorithm for training layered neural networks", *International Journal of control*, vol. 51, n.º 6, págs. 1215-1228, 1990.

- [146] IEC60751, *International Electrotechnical Commission Standard: Industrial platinum resistance thermometers and platinum temperature sensors*. 2008.
- [147] Rozsa, L., G. Arriaza y M. Romero, “Advanced Control of Crystallisation Based on the Direct Use of On-line Data on Supersaturation: Theory and Practice”, en *Sugar Industry Technologists Annual Meeting*, Guangzhou, China, 2015.
- [148] L. A. P. Suárez, P. Georgieva y S. F. de Azevedo, “Intelligent Predictive Control-Application to Scheduled Crystallization Processes”, en *2009 International Conference on Adaptive and Intelligent Systems*, IEEE, 2009, págs. 160-165.
- [149] L. A. P. Suárez, P. Georgieva y S. F. de Azevedo, “Error tolerant MPC versus PI control-a crystallization case study”, en *2009 European Control Conference (ECC)*, IEEE, 2009, págs. 2899-2904.
- [150] L. A. P. Suarez, P. Georgieva y S. F. de Azevedo, “Model predictive control strategies for batch sugar crystallization process”, *Advanced Model Predictive Control*, págs. 225-244, 2011.
- [151] H. Morales, E. Aguirre, F. Sciascio y A. Amicarelli, “Control strategies for the C Crystallization process in the sugar industry”, en *RPIC2021: XIX Reunión de Trabajo en procesamineto de la Información y Control*, RPIC, ed., San Juan, Argentina, 2021, págs. 377-382.
- [152] V. Galvanauskas, P. Georgieva y S. F. de Azevedo, “Dynamic optimisation of industrial sugar crystallization process based on a hybrid (mechanistic+ ANN) model”, en *The 2006 IEEE International Joint Conference on Neural Network Proceedings*, IEEE, 2006, págs. 2728-2735.
- [153] L. S. Dediós, P. Georgieva y S. F. de Azevedo, “Linear model predictive control strategies applied to a batch sugar crystallizer”, en *7th Portuguese Conference on Automatic Control-CONTROLO’2006*, 2006.
- [154] P. Georgieva y S. F. De Azevedo, “Neural network-based control strategies applied to a fed-batch crystallization process”, *International Journal of Chemical and Molecular Engineering*, vol. 1, n.º 12, págs. 145-154, 2007.

-
- [155] F. A. R. Lima, M. G. de Moraes, A. R. Secchi y M. B. de Souza Jr, "Development of a recurrent neural networks-based NMPC for controlling the concentration of a crystallization process", *Digital Chemical Engineering*, vol. 5, pág. 100 052, 2022.
- [156] Y. Meng, J. Zhang, J. Qin, Q. Lan, Y. Xie y F. Hu, "Research on the Adaptive Control in Sugar Evaporative Crystallization using LSSVM and SaDE-ELM", *International Journal of Food Engineering*, vol. 15, n.º 5-6, pág. 20 180 203, 2019.
- [157] C. de Prada, C. Alonso, F. Morilla y M. Bollain, "Supervision and advanced control in a beet sugar factory", *IFAC Proceedings Volumes*, vol. 33, n.º 10, págs. 341-346, 2000.
- [158] C. De Prada, S. Cristea y R. Mazaeda, "Hierarchical optimal operation of continuous-batch processes", *IFAC-PapersOnLine*, vol. 48, n.º 23, págs. 294-301, 2015.
- [159] C. de Prada, R. Mazaeda y S. P. Cristea, "Receding horizon scheduling of processes with shared resources", *Computers & Chemical Engineering*, vol. 125, págs. 1-12, 2019.
- [160] D. Ramkrishna, "The status of population balances", *Reviews in Chemical Engineering*, vol. 3, n.º 1, págs. 49-95, 1985.
- [161] O. Wagneowski, D. Dabrowska y C. Dabrowski, *Z.Zuckerind*, vol. Vol. 12, págs. 564 -671. 1962.
- [162] L. Biegler, J. Damiano y G. Blau, "Nonlinear parameter estimation: a case study comparison", *AIChE Journal*, vol. 32, n.º 1, págs. 29-45, 1986.
- [163] K. Hangos e I. Cameron, *Process modelling and model analysis*. Academic press, 2001.
- [164] D. Boutat y G. Zheng, *Observer Design for Nonlinear Dynamical Systems. Differential Geometric Methods*. Springer, 2021.
- [165] R. Hermann y A. Krener, "Nonlinear controllability and observability", *IEEE Transactions on automatic control*, vol. 22, n.º 5, págs. 728-740, 1977.
- [166] R. Muske y T. Edgar, "Nonlinear state estimation", en *Nonlinear Process Control*, Prentice Hall, 1997, cap. 6, págs. 311-370.

- [167] E. D. Sontag, *Mathematical control theory: deterministic finite dimensional systems*, 2nd. Springer Verlag, 1998, vol. 6.
- [168] J. Gauthier e I. Kupka, "Observability for systems with more outputs than inputs and asymptotic observers", *Mathematische Zeitschrift*, vol. 223, n.º 1, págs. 47-78, 1996.
- [169] J. Gauthier e I. Kupka, *Deterministic observation theory and applications*. Cambridge University Press, 2001.
- [170] E. D. Sontag, "A concept of local observability", *Systems & Control Letters*, vol. 5, n.º 1, págs. 41-47, 1984.
- [171] H. Nijmeijer, "Observability of autonomous discrete time nonlinear systems: a geometric approach", *International Journal of Control*, vol. 36, n.º 5, págs. 867-874, 1982.
- [172] W. Lee y K. Nam, "Observer design for autonomous discrete-time nonlinear systems", *Systems & Control Letters*, vol. 17, n.º 1, págs. 49-58, 1991.
- [173] G. Stanley y R. Mah, "Observability and redundancy in process data estimation", *Chemical Engineering Science*, vol. 36, n.º 2, 1981.
- [174] D. Simon, *Optimal State Estimation: Kalman, H_∞ , and Nonlinear Approaches*. John Wiley & Sons, 2006.
- [175] A. Mesbah, A. E. Huesman, H. J. Kramer y P. M. Van den Hof, "A Comparison of Nonlinear State Estimators for Closed-loop Control of Batch Crystallizers", *IFAC Proceedings Volumes*, vol. 43, n.º 5, págs. 385-390, 2010.
- [176] P. Shrivastava, T. K. Soon, M. Y. I. B. Idris y S. Mekhilef, "Overview of model-based online state-of-charge estimation using Kalman filter family for lithium-ion batteries", *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 113, págs. 109-233, 2019.
- [177] A. Mesbah, A. E. Huesman, H. J. Kramer y P. M. Van den Hof, "A comparison of nonlinear observers for output feedback model-based control of seeded batch crystallization processes", *Journal of Process Control*, vol. 21, n.º 4, págs. 652-666, 2011.
- [178] S. J. Julier y J. K. Uhlmann, "A New Extension of the Kalman Filter to Nonlinear Systems", en *AeroSense'97*, International Society for Optics y Photonics, 1997, págs. 182-193.

-
- [179] L. O. Müller, A. Caiazzo y P. J. Blanco, “Reduced-order Unscented Kalman Filter With Observations in the Frequency Domain: Application to Computational Hemodynamics”, *IEEE Transactions on Biomedical Engineering*, vol. 66, n.º 5, págs. 1269-1276, 2018.
 - [180] Z. Wang, Y. Wang y Z. Ji, *Advances in Fault Detection and Diagnosis Using Filtering Analysis*. Springer Singapore, 2022, ISBN: 978-981-16-5959-1.
 - [181] P. Guo, S. Rao, L. Hao y J. Wang, “Fault Diagnosis of a semi-batch crystallization process through deep learning method”, *Computers & Chemical Engineering*, pág. 107 807, 2022.
 - [182] T. Li, Y. Han, W. Xu y Z. Geng, “Novel adaptive fault detection method based on kernel entropy component analysis integrating moving window of dissimilarity for nonlinear dynamic processes”, *Journal of Process Control*, vol. 125, págs. 1-18, 2023.
 - [183] C. Bonnecaze, “Cristallisation C en sucrerie de canne: modélisation de la pureté de la liqueur mère et étude de l’ensemencement”, Tesis doct., La Réunion, 2004.
 - [184] D. Tejerina, R. Mazaeda y C. de Prada, “Modeling and Simulation of the Non-Ideal Mixing Behaviour of the Crystallization Stage in a Sugar Factory Batch Crystallizer”, *Pan*, vol. Vol.80, pp.100, 2014.
 - [185] C. Damour, M. Benne, L. Boillereaux, B. Grondin-Perez y J.-P. Chabriat, “NMPC of an industrial crystallization process using model-based observers”, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, vol. 16, n.º 5, págs. 708-716, 2010.
 - [186] J. E. Normey-Rico, *Control of dead-time processes*. Springer Science & Business Media, 2007.
 - [187] K. J. Åström y T. Hägglund, *Control PID avanzado*. Pearson, Madrid, 2009.
 - [188] L. d. J. Gorostiaga, A. Herreros y E. Baeyens, “Sistemas de Control de Procesos”, en *Libro blanco del control automático en la industria de la caña de azúcar*, E. Perán González, José R.(Fundación CARTIF, ed., Programa Iberoamericano de Ciencia y Tecnología para el Desarrollo (CYTED). Red de automatización y control de la industria de transformación de la caña de azúcar, 2011, cap. 14, págs. 367-386.

- [189] L. Wang, *PID control system design and automatic tuning using MATLAB/Simulink*. John Wiley & Sons, 2020.
- [190] A. Visioli, *Practical PID control*. Springer Science & Business Media, 2006.
- [191] K. J. Åström y B. Wittenmark, *Computer-controlled systems: theory and design*. Courier Corporation, 2013.
- [192] E. F. Camacho, C. Bordons, E. F. Camacho y C. Bordons, *Model predictive controllers*. Springer, 2007.
- [193] J. Havlík, O. Straka, J. Duník y J. Ajgl, “On Nonlinearity Measuring Aspects of Stochastic Integration Filter”, en *Proceedings of the 13th International Conference on Informatics in Control, Automation and Robotics. Lisbon, Portugal*, 2016.

ISBN 978-631-90150-8-9



ISBN: 978-631-90-1508-9