

AUTOMATIZACIÓN Y CONTROL REGULATORIO DE UNA COLUMNA DE DESTILACIÓN  
EXTRACTIVA A NIVEL PLANTA PILOTO PARA LA PRODUCCIÓN DE ETANOL ANHIDRO

JOHAN DARIO BLANCO OLIVEROS

UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA  
FACULTAD DE INGENIERIA  
MAESTRIA EN AUTOMATIZACION INDUSTRIAL  
BOGOTA D.C.  
2011

AUTOMATIZACIÓN Y CONTROL REGULATORIO DE UNA COLUMNA DE DESTILACIÓN  
EXTRACTIVA A NIVEL PLANTA PILOTO PARA LA PRODUCCIÓN DE ETANOL ANHIDRO

JOHAN DARIO BLANCO OLIVEROS

Proyecto de grado presentado como requisito parcial para optar al título de  
Magister en Automatización Industrial

Director

Ing. Luis Fernando Córdoba, Ph.D.

Línea de investigación:  
Control de procesos

UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA  
FACULTAD DE INGENIERIA  
MAESTRIA EN AUTOMATIZACION INDUSTRIAL  
BOGOTA D.C.

2011

Nota de aceptación

---

---

---

---

---

---

Ing. Nelson Pinzón, MSc.  
Jurado

---

Ing. Fabio Sierra, MSc, PhD.  
Jurado

---

Ing. Luis Fernando Córdoba, PhD.  
Director del Proyecto

*“A Dios por permitirme cumplir con éxito esta etapa en mi vida,*

*A mis padres y hermanos quienes confiaron y me apoyaron todos estos años,*

*A mi esposa por su comprensión y brindarme siempre amor y apoyo,*

*Y a mi hija por ser mi fuerza, mi inspiración y mi corazón”*

## Agradecimientos

Al Ingeniero Gerardo Rodríguez Niño, director del proyecto de Colciencias, quien confió en mí y me apoyo de todas las formas posibles para la ejecución del proyecto y sostenimiento durante mi maestría.

Al Ingeniero Luís Fernando Córdoba por su tiempo, apoyo y dedicación como director de esta tesis.

Al Ingeniero Iván Darío Gil por su apoyo y valiosos aportes durante la ejecución del proyecto.

A Fernando, William, Jonathan, Luís Carlos y Oscar por colaborarme durante el montaje mecánico y eléctrico de la instrumentación.

A todas aquellas personas que hicieron directa o indirectamente posible el desarrollo de este trabajo.

A la Universidad Nacional de Colombia específicamente la Facultad de Ingeniería y a Colciencias, quienes financiaron el proyecto *Producción de alcohol carburante por destilación extractiva con glicerina*, del cual hace parte este trabajo de maestría.

## RESUMEN

La destilación extractiva es una de las principales tecnologías empleadas para la deshidratación de etanol y así usarlo como carburante. Entre los solventes que se pueden utilizar la glicerina presenta un alto potencial en cuanto al consumo energético de la operación. Por otra parte no existe una única metodología o algoritmo para seleccionar la estrategia de control de una columna de destilación puesto que cada sistema opera a diferentes condiciones y se presentan diferentes objetivos de control.

Este trabajo aborda el estudio de dicho sistema a un nivel de simulación en estado estacionario para encontrar los parámetros de operación del proceso así como en estado dinámico para determinar la operabilidad y controlabilidad del sistema para finalmente seleccionar la estrategia de control a implementar en una columna real. Dicha estrategia de control se implemento en una columna de destilación a escala planta piloto para lo cual fue necesario realizar la instrumentación, automatización y configuración de 11 lazos de control en la columna. Finalmente, se ejecutan corridas experimentales para observar la dinámica del sistema, parámetros de operación reales y seleccionar una metodología de arranque y operación del sistema.

**Palabras clave:** Destilación extractiva, glicerina, etanol anhidro, estrategia de control, automatización.

## ABSTRACT

Extractive distillation is one of the main technologies used for dehydration of ethanol and so use it as fuel. Among the solvents that can be used glycerol has a high potential in terms of energy consumption in the operation. Moreover there is no single methodology or algorithm to select the control strategy of a distillation column because each system operates at different conditions and have different control objectives.

This paper deals with the study of this system to a level of steady-state simulation to find the process operating parameters as well as dynamic conditions to determine the operability and controllability of the system to finally select the control strategy to implement in a real column. This control strategy was implemented in a distillation column pilot scale for which it was necessary instrumentation, automation and configuration of 11 control loops in the column. Finally, experimental runs were performed to observe the dynamics of the system, actual operating parameters and select a startup and operation methodology.

**Keywords:** Extractive distillation, glycerol, anhydrous ethanol, control strategy, automation

## TABLA DE CONTENIDO

<b>INTRODUCCIÓN</b>	<b>xix</b>
<b>1. ESTRATEGIAS DE CONTROL EN COLUMNAS DE DESTILACIÓN</b>	<b>1</b>
1.1 Generalidades	1
1.1.1 Destilación fraccionada	1
1.1.2 Destilación extractiva de etanol	2
1.2 Control en columnas de destilación	3
1.2.1 Control regulatorio dentro del sistema de automatización moderno	3
1.2.2 Control en columnas de destilación	4
1.2.3 Estrategia de control en columnas de destilación ternarias	6
1.3 Objetivos del control y grados de libertad en columnas de destilación	7
1.3.1 Control del balance de materia	7
1.3.2 Control de la calidad de los productos	7
1.3.3 Satisfacción de restricciones	7
1.3.4 Grados de libertad en columnas de destilación	8
1.4 Selección y análisis de estrategias de control	8
1.4.1 Arreglo de ganancia relativa (RGA)	9
1.4.1.1 Cálculo de RGA	9
1.4.1.2 Interpretación y análisis de RGA	10
1.4.2 Descomposición en valores singulares (SVD)	10
1.5 Arreglos para el control del balance de materia	10
1.5.1 Control de presión	11
1.5.2 Control de Nivel	13
1.6 Arreglos para el control de composición	14
1.6.1 Lazos para control de calidad de los productos	14
1.6.2 Lazo de control de Composición – Temperatura	15
1.6.3 Selección de la etapa de control	15
1.7 Estrategias de control a implementar	16
<b>2. SIMULACIÓN Y ANÁLISIS DE LAS ESTRATEGIAS DE CONTROL</b>	<b>19</b>
2.1 Bases de la simulación	19
2.1.1 Modelo termodinámico	19
2.1.2 Condiciones de entrada	20
2.2 Simulación en estado estable	20



2.2.1 Simulación de la columna con modelo de etapa de equilibrio	21
2.2.2 Simulación de la columna con modelos de no equilibrio	24
2.2.2.1 Simulación de la columna en AspenPlus con la herramienta Rate-Based	27
2.2.2.2 Correlaciones para calcular los coeficientes de transferencia	29
2.2.2.3 Determinación de las condiciones de operación de la columna	31
2.2.3 Simulación de la columna con modelo de etapa de equilibrio y eficiencia	38
2.2.4 Análisis hidráulico de la columna de destilación	39
2.3 Análisis en estado estacionario	39
2.4 Simulación y análisis en estado dinámico	42
2.4.1 Modelamiento dinámico de columnas de destilación	42
2.4.2 Simulación dinámica con AspenPlus Dynamics	43
2.4.3 Sintonización de los controladores	45
2.4.4 Pruebas en lazo cerrado	46
2.4.4.1 Perturbación en el flujo de entrada	46
2.4.4.2 Perturbación en la composición de entrada	48
<b>3. INSTRUMENTACIÓN Y CONFIGURACIÓN DE LOS LAZOS DE CONTROL EN LA COLUMNA DE DESTILACIÓN EXTRACTIVA</b>	<b>52</b>
3.1 Evaluación del estado previo de la columna	52
3.2 Instrumentación de la columna	52
3.2.1 Sensores de Flujo	53
3.2.1.1 Tipos de sensores de flujo	53
3.2.1.2 Selección de los transmisores de flujo	54
3.2.1.3 Consideraciones para el montaje de los sensores	55
3.2.2 Sensores de Nivel	56
3.2.2.1 Transmisor capacitivo	56
3.2.2.2 Transmisor de presión diferencial	57
3.2.3 Sensores de Presión	58
3.2.4 Sensores de Temperatura	58
3.2.4.1 Termopares	59
3.2.4.2 RTD	60
3.3 Selección y dimensionamiento de las válvulas de control	61
3.3.1 Cuerpos de válvulas	61
3.3.2 Tipo de actuadores	62
3.3.3 Característica y dimensionamiento de las válvulas de control	63
3.3.4 Selección de las válvulas de control	64
3.4 Configuración de los lazos de control	65
3.4.1 Lazos de Control de Flujo	66

3.4.2	Lazos de Control de Nivel	67
3.4.3	Lazos de Control de Temperatura	68
<b>4.</b>	<b>AUTOMATIZACIÓN Y PROGRAMACIÓN DEL SISTEMA DE CONTROL</b>	<b>71</b>
4.1	PLCs, selección y configuración	71
4.1.1	PLCs	71
4.1.2	Selección del PLC	73
4.2	Programación del PLC	75
4.2.1	Filosofía de control	75
4.2.2	Algoritmo y lenguajes de programación	75
4.2.3	Programación del Software Step7	76
4.3	Programación de los controladores	80
4.4	Programación del supervisorio	81
4.4.1	Sistemas SCADA	81
4.4.2	Programación del SCADA WinCC	82
<b>5.</b>	<b>CARACTERIZACIÓN Y SINTONIZACIÓN DE LOS LAZOS DE CONTROL</b>	<b>85</b>
5.1	Lazo de control FC-01	85
5.2	Lazo de control FC-02	89
5.3	Lazo de control TC-01	89
5.4	Lazo de control TC-02	90
5.5	Lazo de control FC-03	91
5.6	Lazo de control LC-01	91
5.7	Lazo de control LC-02 Y PC-01	93
5.8	Lazo de control TC-03 Y PC-03	97
5.9	Lazo de control TC-04 y PC-02	98
5.10	Resumen de los controladores	101
<b>6.</b>	<b>PUESTA EN MARCHA Y OPERACIÓN DE LA COLUMNA AUTOMATIZADA</b>	<b>102</b>
6.1	Arranque de la columna	102
6.1.1	Estrategias de arranque de columnas de destilación	102
6.1.2	Estrategia de arranque para la columna de destilación extractiva	104
6.2	Comportamiento en estado estacionario	109
6.2.1	Perfil de temperatura	109
6.2.2	Perfil de presión	110
6.2.3	Análisis de la operación en estado estacionario	111
<b>7.</b>	<b>CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES</b>	<b>113</b>

**ANEXOS**

**ANEXO A. SINTONIZACIÓN DE CONTROLADORES PID**

- A.1 Algoritmos PID
- A.2 Sintonización de controladores por métodos heurísticos
- A.3 Sintonización de controladores en lazo abierto
- A.4 Sintonización de controladores en lazo cerrado

**ANEXO B. HOJAS TÉCNICAS INSTRUMENTACIÓN**

- B.1 Hoja técnica transmisores de flujo
- B.2 Transmisor de nivel
- B.3 Transmisor de presión
- B.4 Válvulas de bola con actuador eléctrico
- B.5 Curvas de las válvulas de bola con actuador eléctrico
- B.6 Válvulas de globo con actuador neumático
- B.7 Convertidores I/P

**ANEXO C. ARQUITECTURA DE CONTROL, LISTADO DE INSTRUMENTOS, SEÑALES Y P&ID**

- C.1 Arquitectura de control
- C.2 Listado de instrumentos
- C.3 Diagramas de conexión de instrumentos
- C.4 Listado de señales
- C.5 P&ID

**ANEXO D. CALIBRACIÓN DE SENSORES**

- D.1 Calibración transmisores de flujo
- D.2 Calibración transmisor de nivel capacitivo
- D.3 Calibración termopares
- D.4 Calibración transmisores de presión diferencial

**ANEXO E. ALGORITMO DE PROGRAMACIÓN DEL PCL EN STEP 7**

**ANEXO F. MANUAL DE OPERACIÓN DE LA COLUMNA AUTOMATIZADA**

- F.1 Encendido del PLC y de la interfaz de operación
- F.2 Descripción general del mímico

F.3 Operación de las válvulas de control

F.4 Operación de las bombas

F.5 Operación de los lazos de control

F.6 Apagado de la columna

## LISTA DE TABLAS

<b>Tabla 2.1</b> Parámetros NRTL para el sistema etanol-agua-glicerina	19
<b>Tabla 2.2</b> Especificaciones de la columna de destilación extractiva	28
<b>Tabla 2.3</b> Correlaciones para cálculos de coeficientes binarios de transferencia de masa	29
<b>Tabla 2.4</b> Condiciones de operación y resultados de la destilación extractiva	34
<b>Tabla 2.5</b> Eficiencias de Murphree por componente de la columna extractiva	39
<b>Tabla 2.6</b> Especificaciones geométricas de los equipos de la columna de destilación extractiva.	44
<b>Tabla 2.7</b> Lazos de control a implementar en la columna extractiva	44
<b>Tabla 2.8</b> Parámetros de sintonización de algunos controladores	45
<b>Tabla 2.9</b> Resultados del autotuning en lazo cerrado por reglas de Tyreus – Luyben	46
<b>Tabla 3.1</b> Sensores de flujo	53
<b>Tabla 3.2</b> Características de las corrientes de alimento, solvente y reflujo	55
<b>Tabla 3.3</b> Sensores de Flujo instalados en la columna	55
<b>Tabla 3.4</b> Condiciones de los tanques de control	56
<b>Tabla 3.5</b> Constantes dieléctricas de los fluidos del sistema	57
<b>Tabla 3.6</b> Sensores de Nivel instalados en la columna	58
<b>Tabla 3.7</b> Sensores de Presión instalados en la columna	58
<b>Tabla 3.8</b> Codificación de los cables de extensión para Termopar	59
<b>Tabla 3.9</b> Termopares instalados en la columna	60
<b>Tabla 3.10</b> Clases y precisión de las RTD Pt100	60
<b>Tabla 3.11</b> RTDs instalados en la columna	61
<b>Tabla 3.12</b> Dimensionamiento de las válvulas de corriente líquida	64
<b>Tabla 3.13</b> Dimensionamiento de la válvula de control de vacío	64
<b>Tabla 3.14</b> Válvulas eléctricas instaladas en la columna	64
<b>Tabla 3.15</b> Dimensionamiento de las válvulas neumáticas	65

<b>Tabla 3.16</b> Válvulas neumáticas instaladas en la columna	65
<b>Tabla 3.17</b> Lazos de control en la columna de destilación	70
<b>Tabla 4.1</b> Algunos de los PLCs más conocidos en la Industria	72
<b>Tabla 4.2</b> Configuración del Hardware del PLC seleccionado	73
<b>Tabla 4.3</b> Algunos de los SCADAs más conocidos en la industria	82
<b>Tabla 5.1</b> Parámetros de sintonía del controlador FC01	88
<b>Tabla 5.2</b> Parámetros de sintonía del controlador PC01	95
<b>Tabla 5.3</b> Parámetros de sintonía del controlador PC02	99
<b>Tabla 5.4</b> Parámetros de sintonía del controlador TC04	100
<b>Tabla 5.5</b> Resumen de los controladores	101

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1.1</b> Esquema de una columna de destilación rectificadora	1
<b>Figura 1.2</b> Esquema de la destilación extractiva de etanol azeotrópico con algún solvente homogéneo	3
<b>Figura 1.3</b> Esquema del control jerárquico global en una planta Industrial	4
<b>Figura 1.4</b> Destilación visto como un modelo de caja negra	5
<b>Figura 1.5</b> Esquema de control de presión para condensador total	11
<b>Figura 1.6</b> Esquema de control de presión para condensador parcial	12
<b>Figura 1.7</b> Esquema de control de presión diferencial	12
<b>Figura 1.8</b> Esquema de control de presión vía condensador inundado	12
<b>Figura 1.9</b> Configuración L-V	13
<b>Figura 1.10</b> (A) Configuración D-V, (B) Configuración L-B	14
<b>Figura 1.11</b> Estrategia de control (a) E1 y (b) E2	17
<b>Figura 1.12</b> Estrategia de control E3	18
<b>Figura 2.1</b> Esquema de la simulación en AspenPlus	21
<b>Figura 2.2</b> Efecto de la relación molar solvente/Alimento y la relación de reflujo sobre la composición de etanol en el destilado	22
<b>Figura 2.3</b> Efecto de la relación molar solvente/Alimento y la relación de reflujo sobre el consumo de calor en el Rehervidor.	22
<b>Figura 2.4</b> Perfil de Temperatura de la columna en el modelo de etapa de equilibrio	23
<b>Figura 2.5</b> Perfil de composición en fase líquida para la columna extractiva en el modelo de etapa de equilibrio.	24
<b>Figura 2.6</b> Esquema de una etapa de no-equilibrio (Tomado de AspenPlus Help, Rate-Based Distillation)	25
<b>Figura 2.7</b> Efecto de la relación molar solvente/Alimento y la relación de reflujo sobre la composición de etanol en el destilado con modelo de no-equilibrio	31
<b>Figura 2.8</b> Efecto de la relación Solvente/Alimento (S/F) y la relación de reflujo (RR) sobre el flujo de calor en el Rehervidor	32
<b>Figura 2.9</b> Efecto de la temperatura de alimentación de la glicerina y del etanol azeotrópico sobre la composición de etanol en el destilado	33

<b>Figura 2.10</b> Efecto de la temperatura de alimentación de la glicerina y del etanol azeotrópico sobre el calor en el rehedidor	33
<b>Figura 2.11</b> Perfil de composición de la columna en el modelo de no-equilibrio	34
<b>Figura 2.12</b> Perfil de flujo molar en la columna	35
<b>Figura 2.13</b> Velocidad de transferencia de masa por componente en la columna de destilación extractiva.	35
<b>Figura 2.14</b> Perfil de Temperatura de la columna en el modelo de no-equilibrio	36
<b>Figura 2.15</b> Velocidad de transferencia de calor en la columna de destilación extractiva	37
<b>Figura 2.16</b> Perfil de eficiencia de componente en la columna extractiva	37
<b>Figura 2.17</b> Altura equivalente de plato teórico en la columna de destilación extractiva	38
<b>Figura 2.18</b> Pendiente de Temperatura en la columna	40
<b>Figura 2.19</b> Sensibilidad del Perfil de temperatura ante un cambio en el flujo de calor en el rehedidor	40
<b>Figura 2.20</b> Sensibilidad del Perfil de temperatura ante un cambio en la relación de reflujo	41
<b>Figura 2.21</b> Resultados del criterio SVD	41
<b>Figura 2.22</b> Esquema de la simulación en Aspen Dynamics para la estrategia E1	45
<b>Figura 2.23</b> Vista de las señales del proceso al hacer autotuning por método de adelanto- retraso	46
<b>Figura 2.24</b> Respuesta del proceso ante cambios en el flujo de alimentación de etanol azeotrópico para la estrategia de control E1.	47
<b>Figura 2.25</b> Respuesta del proceso ante cambios en el flujo de alimentación de etanol Azeotrópico para la estrategia de control E2	48
<b>Figura 2.26</b> Respuesta del proceso ante cambios en el flujo de alimentación de etanol Azeotrópico para la estrategia de control E3	49
<b>Figura 2.27</b> Respuesta del proceso ante cambios en la composición de alimentación de etanol Azeotrópico para la estrategia de control E1	49
<b>Figura 2.28</b> Respuesta del proceso ante cambios en la composición de alimentación de etanol Azeotrópico para la estrategia de control E1	50
<b>Figura 2.29</b> Respuesta del proceso ante cambios en la composición de alimentación de etanol Azeotrópico para la estrategia de control E3	50
<b>Figura 3.1</b> Transmisores de flujo de desplazamiento positivo (a) Tipo Paleta giratoria (b) rotativo	54
<b>Figura 3.2</b> Montaje del sensor capacitivo en un tanque metálico	56



<b>Figura 3.3</b> Montaje del sensor de presión diferencial en el tanque T-2901	57
<b>Figura 3.4</b> Esquema del circuito generado por un Termopar	59
<b>Figura 3.5</b> Válvula de (a) globo, (b) bola y (c) mariposa	62
<b>Figura 3.6</b> Tipos de actuadores (a) Neumático y (b) Eléctrico	62
<b>Figura 3.7</b> (a) Esquema original de flujo, (b) Esquema con el lazo de control de flujo	66
<b>Figura 3.8</b> Configuración del lazo de control de flujo de alimento FC_01	67
<b>Figura 3.9</b> Configuración del lazo de control en el acumulador LC_01	67
<b>Figura 3.10</b> Configuración del lazo de control en rehervidor LC_02	68
<b>Figura 3.11</b> Configuración del lazo de control de Temperatura TC_01	68
<b>Figura 3.12</b> Configuración del lazo de control de Temperatura TC_03	69
<b>Figura 3.13</b> Configuración del lazo de control de Temperatura TC_04	69
<b>Figura 4.1</b> Arquitectura de control de la columna de destilación extractiva	74
<b>Figura 4.2</b> Configuración de la operación lógica AND en cuatro lenguajes de programación	76
<b>Figura 4.3</b> Configuración del Hardware del PLC en Step7	77
<b>Figura 4.4</b> Configuración de la comunicación por Ethernet con el PLC	78
<b>Figura 4.5</b> Programación en Ladder del arranque en manual del motor P-2901	79
<b>Figura 4.6</b> Adecuación de las entradas análogas con la función SCALE	79
<b>Figura 4.7</b> Esquema del algoritmo PID del bloque CONT_C en Step7	80
<b>Figura 4.8</b> Bloque CONT_C para la programación del controlador FC01	81
<b>Figura 4.9</b> Configuración de la comunicación entre WinCC y el PLC	83
<b>Figura 4.10</b> Listado de ventanas configuradas en WinCC Explorer	83
<b>Figura 4.11</b> Mímico de la columna de destilación extractiva	84
<b>Figura 5.1</b> Comportamiento de FC01 en lazo abierto	85
<b>Figura 5.2</b> Respuesta e incertidumbre del modelo del lazo FC01 en el dominio de la frecuencia	86
<b>Figura 5.3</b> Flujo en función de la salida del controlador FC01	87

<b>Figura 5.4</b> Caracterización de FC01 en el punto de operación	87
<b>Figura 5.5</b> Respuesta del controlador FC01 en lazo cerrado	88
<b>Figura 5.6</b> Comportamiento de FC-02 en lazo abierto	89
<b>Figura 5.7</b> Comportamiento de TC-01 en lazo abierto	90
<b>Figura 5.8</b> Comportamiento de TC-02 en lazo abierto	90
<b>Figura 5.9</b> Comportamiento de FC-03 en lazo abierto	91
<b>Figura 5.10</b> Respuesta del controlador LC-01 en lazo cerrado	92
<b>Figura 5.11</b> Respuesta del controlador LC-01 en lazo cerrado con acción integral	93
<b>Figura 5.12</b> Comportamiento de PC-01 en lazo abierto	93
<b>Figura 5.13</b> Caracterización de PC-01 en el punto de operación	94
<b>Figura 5.14</b> Respuesta e Incertidumbre del modelo del lazo PC01 en el dominio de la frecuencia	95
<b>Figura 5.15</b> Respuesta del controlador PC-01 en lazo cerrado	96
<b>Figura 5.16</b> Comportamiento de LC-02 en lazo abierto a temperatura ambiente	96
<b>Figura 5.17</b> Respuesta del controlador TC-03 en lazo cerrado	98
<b>Figura 5.18</b> Comportamiento de la presión en la cima con el controlador TC03 en lazo cerrado	98
<b>Figura 5.19</b> Caracterización de PC02 en el punto de operación	99
<b>Figura 5.20</b> Respuesta del controlador PC-02 en lazo cerrado	100
<b>Figura 5.21</b> Respuesta del controlador TC-04 en lazo cerrado	101
<b>Figura 6.1</b> Perfil de temperatura en función del tiempo durante el arranque de la columna, fase I (corrida viernes 28-01-11)	106
<b>Figura 6.2</b> Perfil de temperatura en función del tiempo durante el arranque de la columna, fase I (corrida Jueves 27-01-11)	106
<b>Figura 6.3</b> Perfil de temperatura en función del tiempo durante el arranque de la columna, fase II (corrida viernes 28-01-11)	107
<b>Figura 6.4</b> Perfil de temperatura en función del tiempo durante el arranque de la Columna, fase III (corrida viernes 28-01-11)	108
<b>Figura 6.5</b> Perfil de presión en función del tiempo durante el arranque completo de la Columna (corrida viernes 28-01-11)	109
<b>Figura 6.6</b> Perfil de temperatura en función del tiempo en estado estacionario (corrida viernes 28-01-01)	110

<b>Figura 6.7</b> Perfil de temperatura en estado estacionario (corrida 28-01-11)	110
<b>Figura 6.8</b> Perfil de presión en función del tiempo en estado estacionario	111
<b>Figura 6.9</b> Comportamiento de la presión de vapor durante la operación de la columna En estado estacionario (corrida 28-01-11)	112

## INTRODUCCIÓN GENERAL

La adición de etanol carburante a la gasolina ha impulsado el estudio de técnicas para la deshidratación de etanol, puesto que pequeñas cantidades de agua en la mezcla etanol-gasolina ocasiona la separación de fases generando problemas serios en la operación del motor. Entre las principales tecnologías para la deshidratación de etanol se encuentran la destilación al vacío, adsorción por tamices moleculares, destilación azeotrópica y destilación extractiva. Esta última técnica comparada con las anteriores es atractiva por sus bajos consumos energéticos, costos de inversión inicial y de operación (Gil 2006).

La destilación extractiva de etanol azeotrópico ha sido objeto de estudio del grupo de procesos químicos y bioquímicos del departamento de Ingeniería Química de la Universidad Nacional de Colombia en los últimos años. Uno de los principales trabajos realizados fue el diseño y montaje de una columna de destilación extractiva en la planta piloto del LIQ (laboratorios de Ingeniería Química), trabajo de maestría del Ingeniero Iván Gil (Gil 2006), la cual se diseñó específicamente para la destilación de etanol azeotrópico usando como solvente etilenglicol, enmarcado en el campo de investigación académica e industrial.

En el proceso de destilación, así como en muchos otros procesos químicos o de separación física, influyen diferentes variables en la operación del proceso, variables como temperatura, presión, nivel y flujo entre otras. Poder conocer y manipular éstas variables es fundamental para realizar un análisis detallado de la operación tanto en estado estable como dinámico; para esto inicialmente se requiere de la automatización e instrumentación de la columna de la planta piloto (puesto que actualmente la columna cuenta con muy poca instrumentación y se opera de forma manual), y luego realizar un estudio de control encaminado a establecer los diferentes lazos de control, determinando las parejas variable manipulada - variable controlada que permitan mantener el proceso en un punto de operación específico aún con la influencia de diferentes perturbaciones. Lo anterior se conoce comúnmente como la selección de la estrategia de control de la columna.

El estudio de estrategias de control en columnas de destilación se ha llevado a cabo durante los últimos 60 años (Skogestad 1998), tanto en el ámbito industrial como el académico, a pesar de esto, no hay un acuerdo general entre los autores para escoger la mejor configuración de control (Huwowitz et al.1998). El objetivo de muchos de estos trabajos es derivar un procedimiento sistemático y general para seleccionar estrategias de control en columnas de destilación, el problema es que existe gran cantidad de columnas de destilación y por tanto diferentes tipos de estructuras de control.

En columnas de destilación extractiva la dinámica y el problema de control es aún más complejo debido a que se tienen más componentes, la termodinámica del proceso es fuertemente no ideal y se desea obtener algún componente con un elevado grado de pureza. En el presente trabajo se estudian por tanto los principios, fundamentos y demás criterios para la selección de algunas configuraciones de control más utilizadas en columnas de destilación pero ahora aplicado al proceso de destilación extractiva.

En el primer capítulo se hace una revisión de los conceptos, métodos y criterios empleados en investigaciones anteriores para el diseño y selección de las estrategias de control asociadas a las columnas de destilación, se muestran los diferentes arreglos así como sus ventajas y desventajas.

Al final de este capítulo se seleccionan 3 posibles estrategias de control a implementar en una columna de destilación extractiva para la separación de etanol-agua usando como solvente glicerina. En el segundo capítulo se evalúan las anteriores estrategias de control mediante simulación usando el software de procesos Aspen Plus y AspenDynamics, estas simulaciones permitirán establecer el comportamiento dinámico de la columna así como seleccionar la estrategia de control más adecuada a implementar.

En el tercer capítulo se selecciona la instrumentación que deberá tener la columna, resultado de la estrategia de control escogida. También se describe el tipo de válvulas y actuadores, así como el dimensionamiento de las válvulas seleccionadas. Por último se describe la configuración de los 11 lazos de control a implementar.

En el cuarto capítulo se describen los pasos para la selección y programación del sistema de control que permita la automatización de la columna de destilación, así como la configuración de los controladores, lo anterior enfocado a la filosofía de control del proceso. También se describe la programación del SCADA y todo lo relacionado a la supervisión del proceso.

En el quinto capítulo se muestra la caracterización de cada uno de los 11 lazos de control a implementar, esto permitirá determinar la acción y sintonía de cada controlador. Así mismo se muestra la respuesta en lazo cerrado de los controladores teniendo muy en cuenta la salida de los controladores.

En el sexto capítulo se describe la estrategia de arranque de la columna de destilación analizando las diferentes etapas que se presentan durante el arranque. De igual forma se describe el comportamiento de la columna durante la operación en estado estacionario. Estos resultados permiten evaluar la estrategia de control implementada y comparar con los resultados arrojados por las simulaciones en estado estacionario y dinámica. En el séptimo capítulo se muestran las conclusiones, recomendaciones y se deja abierta la posibilidad de hacer estudios de control avanzado como el control multivariable, control predictivo e identificación entre muchos otros.

Finalmente se muestra en los anexos información técnica relacionada a métodos de sintonización, planos de conexión de los instrumentos, curvas de calibración y manual de operación producto del trabajo de la automatización y control de la columna de destilación extractiva.

## 1. ESTRATEGIAS DE CONTROL EN COLUMNAS DE DESTILACIÓN

La destilación es el proceso de separación más común y en muchos casos la operación más importante en la industria de procesos. Su importancia radica en que es una de las operaciones más eficientes de separación, es relativamente sencilla de operar y se obtienen productos de muy alta calidad. Actualmente, debido a los exigentes requisitos de calidad, eficiencia energética y control ambiental, se requiere que esta operación trabaje en su punto óptimo bajo un riguroso sistema de control y supervisión. Esto implica no solo conocer los puntos estacionarios de operación sino también la dinámica del proceso.

En el presente capítulo se introducen algunas bases teóricas y características de la destilación extractiva, al igual que se hace una descripción de los sistemas de control en este tipo de columnas de acuerdo al objeto de estudio del presente trabajo. Al final del capítulo se seleccionan las posibles estrategias de control a implementar.

### 1.1 Generalidades

#### 1.1.1 Destilación fraccionada

La destilación es una de las operaciones de separación más importantes, debido principalmente a que permite la separación tanto de mezclas ideales como no ideales a una gran escala (Ravagnani et al., 2010). Este proceso es utilizado para separar dos o más componentes de una solución líquida, aprovechando la distribución de sustancias entre la fase gaseosa y líquida de acuerdo a las diferencias de sus volatilidades relativas o de sus puntos de ebullición.

La operación de destilación se lleva a cabo en un montaje de equipos compuesto principalmente por: una columna de platos o empacada, un tanque rehedidor en el fondo, y un condensador y acumulador en la cima de la columna. Un esquema típico de destilación se presenta en la figura 1.1

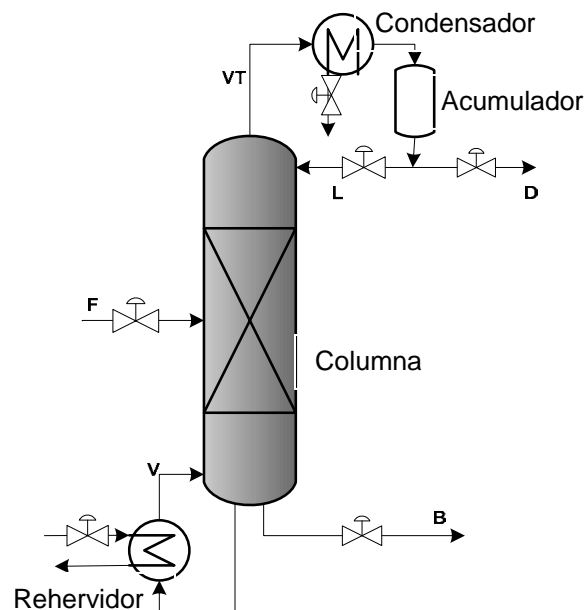


Figura 1.1 Esquema de una columna de destilación rectificadora

En las secciones por encima del punto de alimentación F, el vapor se lava con el líquido para eliminar o absorber el componente menos volátil, por esto se conoce como sección de absorción, enriquecedora o rectificadora. El vapor que sale de la columna  $V_T$  se condensa y es almacenado en el acumulador, donde parte del líquido es devuelto a la parte superior de la torre como reflujo L; la otra corriente es el producto de cima y se conoce como destilado D, ver figura 1.1. (Treybal 1988). La relación entre la corriente de reflujo y destilado es una de las principales variables a definir para la operación de la columna, esta relación define el grado de separación de los compuestos así como el diseño mismo de la columna.

En la sección debajo del punto de alimento, conocida como sección desorbedora o de agotamiento, el líquido se desorbe del componente volátil mediante vapor que se produce en el rehevador. El líquido que sale del fondo, B, por tanto, llevará los componentes con menor volatilidad.

Las torres de platos poseen etapas físicamente distinguibles y el contacto entre líquido y gas ocurre en cada una de ellas. En las torres empacadas el contacto líquido-gas es continuo, puesto que el líquido se distribuye sobre el empaque y se escurre hacia abajo, de tal forma que expone una gran superficie al contacto con el gas de forma continua. Esta característica de las torres empacadas hace que la retención del líquido (*holdup*) dentro de la torre sea sustancialmente menor que en las torres de platos. Esto afecta considerablemente la dinámica del proceso, puesto que a menor retención de líquido en la torre, la dinámica o la respuesta ante un cambio es considerablemente más rápida.

### 1.1.2 Destilación extractiva de etanol

La destilación extractiva es una de las principales técnicas utilizadas para separar mezclas binarias azeotrópicas. En esta operación se adiciona un tercer componente también conocido como agente de separación o solvente, el cual se caracteriza por ser no-volátil, miscible, de alto punto de ebullición y no forma azeótropos adicionales. El solvente afecta el coeficiente de actividad en fase líquida de los componentes, de tal forma que la mezcla puede ser eficientemente separada en los productos puros (Grassi en Luyben 1992).

Una de las principales aplicaciones de la destilación extractiva está en la separación de la mezcla azeotrópica etanol-agua. Esta separación presenta un gran interés industrial, debido a la potencial fuente de energía renovable del etanol, siendo usado como aditivo o sustituto completo de la gasolina o como materia prima para la alcohol-química (Ravagnani 2010).

En la columna extractiva se adiciona el solvente en una etapa cercana a la cima de la columna y se obtiene normalmente como producto de cima el componente con mayor volatilidad con una elevada pureza, para este caso el etanol, y como producto de fondos se obtiene el componente menos volátil junto con el solvente; esta corriente se alimenta a otra columna conocida como columna recuperadora en donde el segundo componente se obtiene en la cima y el solvente en el fondo el cual se vuelve a realimentar a la primera columna. Lo anterior se describe en la figura 1.2.

Entre los solventes estudiados para dicha separación se encuentran el etilenglicol (Gil y Uyazan 2003), glicerina (Gil 2006), tetraetilenglicol (Ravagnani et al., 2010) y  $\text{CaCl}_2$  disuelta (Aguilar 2003); la mayoría de estos estudios se enfocan en la factibilidad de la operación en estado estacionario y en análisis de sensibilidad de las principales variables que afectan el proceso.

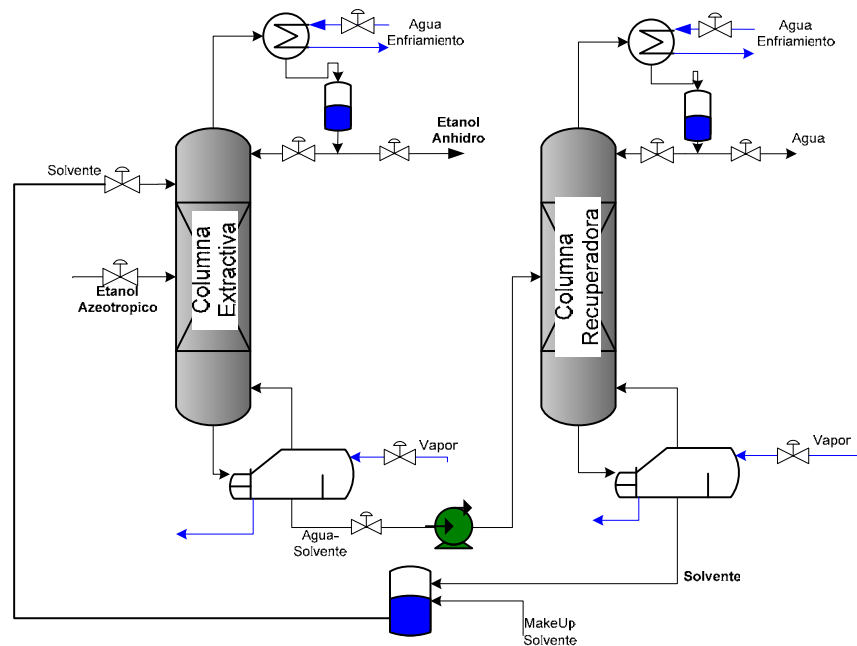


Figura 1.2 Esquema de la destilación extractiva de etanol azeotrópico con algún solvente homogéneo

## 1.2 Control en columnas de destilación

Al trabajar en diseño de sistemas de control para un proceso multivariable, los términos estrategia y estructura de control son usados frecuentemente en el ámbito de los procesos industriales. Ellos indican o significan la selección y apareamiento de variables controladas y manipuladas de forma completa, íntegra y funcional en el sistema de control regulatorio. Estos lazos de control permiten mantener el proceso en un punto de operación dado ante la influencia de diferentes perturbaciones, se caracterizan por ser lazos SISO (single input single output) y el tipo de control a implementar es un control regulatorio PID. Antes de entrar en detalle en la selección de estrategias de control es importante ubicar el control regulatorio en el sistema de automatización moderno.

### 1.2.1 Control regulatorio dentro del sistema de automatización moderno

El control regulatorio se encuentra actualmente en el escalafón más bajo dentro del sistema de automatización moderno después de la instrumentación del proceso, como se puede ver en la figura 1.3. A este nivel se implementan lazos de control en controladores sencillos, o dispositivos industriales tales como PLCs o DCS<sup>1</sup> dependiendo del tamaño y complejidad de la industria. Para la sintonización de estos lazos de control no es un requisito contar con el modelo del proceso puesto que se cuenta con heurísticos dependiendo si el lazo es de temperatura, presión, nivel o flujo.

En un tercer nivel se encuentra el control de procesos avanzado (APC). A este nivel el control es multivariable y en la mayoría de casos se requiere de un modelo del proceso. Entre los sistemas de control avanzado se encuentra el control difuso, control de modelo interno IMC (*Internal Model Control*), control predictivo basado en modelo MPC (*Model Predictive control*), control robusto, adaptativo entre otros. La implementación de sistemas de control avanzado permite que los

<sup>1</sup>PLC: controlador lógico programable y DCS: Sistema de control distribuido por sus siglas en inglés. Estos dispositivos se describirán con mayor detalle en el capítulo 4.



procesos presenten mayor flexibilidad, decremento en residuos, menor consumo energético, menores efectos ambientales e incrementa la competitividad de las plantas. El tiempo de ejecución en el caso del control regulatorio es de segundos o milisegundos, mientras que a nivel de control avanzado el tiempo es de varios segundos o minutos dependiendo del tipo de controlador.

En el nivel de diagnóstico y supervisión se tiene una evaluación del rendimiento de los sistemas de control que permite la detección de fallas y da sugerencias para el mantenimiento de la planta. En el nivel de optimización se obtiene el o los puntos de operación que garantizan un mayor beneficio económico puesto que el optimizador determina los mejores set points para los controladores APC. En estos niveles el tiempo de ejecución es de varios minutos u horas.

Por último, en los niveles más altos: Gerencia, planeación y programación, se cuenta con toda la información de la planta la cual es usada para responder a los cambios del mercado y/o cambios en la producción. El tiempo de ejecución es de semanas o meses.



Figura 1.3 Esquema del control jerárquico global en una planta Industrial (Zhu 2001)

Teniendo en cuenta lo anterior, el control regulatorio es el tipo de control más sencillo, económico, de fácil mantenimiento y es el primer pasó al implementar sistemas de control automático en una planta industrial. De ahí que se siga investigando en la selección y análisis de estrategias de control en diferentes procesos. En pequeñas industrias o en procesos sencillos, basta con el control regulatorio para satisfacer las necesidades de la empresa, como por ejemplo, en plantas donde el proceso más complejo es una columna de destilación.

### 1.2.2 Control en columnas de destilación

Desde el punto de vista del control, una columna de destilación se puede ver como un modelo de caja negra donde se tienen algunas variables de entrada y otras de salida, ver figura 1.4.

Las variables de entrada se convertirán finalmente en las variables a manipular y las variables de salida son las variables a controlar en los lazos de control. Establecer dicho apareamiento y su análisis es el objetivo final de este trabajo para el sistema de destilación extractiva etanol-agua-glicerina. Éste problema de apareamiento es lo que se conoce como la selección de la estructura o estrategia de control y es a menudo más importante que el diseño de los controladores o la sintonización de estos (Bequette 1998).

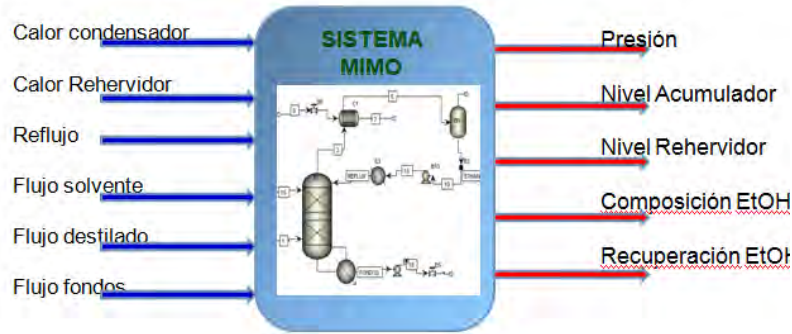


Figura 1.4 Destilación visto como un modelo de caja negra

El control de columnas de destilación es una tarea de bastante dificultad por cuatro razones fundamentales: (1) La no linealidad inherente a la destilación, (2) el acoplamiento que se presenta cuando se hace control dual de composición, (3) el comportamiento no-estacionario, y (4) la severidad de las perturbaciones (Hurowitz et al. 2003). Otro punto importante es evitar las interacciones entre los lazos de control, puesto que al ser una columna de destilación un sistema multivariable, se puede caer en que unos lazos de control afecten el funcionamiento de otros de manera perjudicial para el funcionamiento del proceso.

La interacción de los lazos de control depende de muchos factores particulares y en consecuencia, un sistema de control que trabaje bien en una columna no necesariamente lo hará en otra y, de igual manera, las respuestas a las perturbaciones también cambian de una columna a otra. Puede decirse entonces que aunque no hay una solución general para los problemas de control en columnas de destilación, si existen en la literatura unos principios básicos y algunas técnicas que, aplicadas de forma apropiada, permiten obtener sistemas de control satisfactorios. Una adecuada estrategia de control permitirá que la columna reaccione correctamente ante diferentes perturbaciones o cambios en el punto de operación, de forma rápida, estable, sin exceder límites de operación y sin llegar a una perjudicial interacción entre los lazos de control.

Existe una gran variedad de estructuras de control para columnas de destilación. Esta variedad tiene su origen en las diferentes configuraciones de columnas de destilación, condiciones de operación y los componentes involucrados en la destilación. Por ejemplo Luyben menciona que la selección de la mejor estructura de control no es una tarea sencilla; esto se debe a que se ve afectada por factores tales como volatilidades, pureza de los productos, relación de reflujo, presión de la columna, costos de la energía, tamaño de la columna y composición del alimento.

Entre los primeros estudios acerca del control en columnas de destilación se encuentran los libros publicados por Rademaker et al. en 1975 con su libro *Dynamics and control of continuous Distillation Units* y Shinskey con su libro *Distillation control* publicado en 1977 su primera edición y en 1984 la segunda edición. En estos libros comienza a verse la importancia de buscar un procedimiento para determinar la mejor estrategia de control en columnas de destilación.

Más adelante William Luyben hace una amplia recopilación de todos los aspectos relacionados con este tema y los presenta en sus libros *Design of Distillation Column Control Systems* y *Practical distillation control*, publicados junto con otros autores en 1985 y 1992 respectivamente. En estos libros se encuentra un gran compendio de todo lo relacionado al modelamiento de las columnas de destilación, estrategias de control, aplicación de diferentes técnicas de control, sintonización de controladores entre otros temas.

Otro de los principales autores es Skogestad, el cual comenzó haciendo estudios de controlabilidad de las columnas con un mayor nivel de profundidad a nivel teórico. Entre sus principales publicaciones al respecto se encuentra *Dynamics and control of distillation Columns* en 1992 y una versión modificada en 1997. Más adelante hace publicaciones de control robusto y multivariable y lo aplica a las columnas de destilación (Skogestad 1992, 1997, 2005 y 2007).

En 1995 Stichlmair realiza un análisis teórico de la selección de la mejor configuración o estrategia de control en columnas de destilación, basándose en el conocimiento de tres variables de operación: relación de reflujo (L/D), relación destilado/fondos (D/B) y la relación en el rehervidor ( $V_t/B$ ), parámetros que son determinados por la termodinámica del sistema, la composición del alimento y las especificaciones de los productos de destilación. Para dicho análisis utiliza diagramas donde relaciona las anteriores variables y aplica dos reglas básicas en el control. A pesar de que realiza un muy buen análisis de la selección de la estrategia de control para el balance de materia en la columna (conocido también como control de inventario), deja a un lado el control de la presión, composición y temperatura de la columna, variables que también deben tenerse en cuenta al plantear la mejor estrategia de control.

En publicaciones más recientes, Luyben utiliza el simulador de procesos AspenPlus, AspenDynamics y Hysys para la simulación y análisis de columnas de destilación en estado estacionario y en estado dinámico, *Distillation Design and Control Using Aspen Simulation* (Luyben 2002 y 2006). De estas publicaciones se destaca el hecho que este tipo de simuladores ofrece una gran ayuda para analizar diferentes estrategias de control en columnas de destilación u otros equipos involucrados en procesos industriales.

### 1.2.3 Estrategia de control en columnas de destilación ternarias

El estudio de la dinámica y control en columnas de destilación extractivas es un tema relativamente nuevo. Uno de los primeros trabajos al respecto fue la tesis doctoral de Vincent Grassi en 1991, el cual muestra sus resultados en el libro de Luyben de 1992 (Luyben 1992); en ella presenta una metodología para el diseño de sistemas de control en columnas de destilación planteando diferentes esquemas o estrategias y analizándolas por medio de simulaciones poco rigurosas.

Otros trabajos son el de Luyben en 2005 donde muestra unas guías para la selección de estructuras de control para columnas de destilación ternarias. En este artículo de forma general, extiende las herramientas usadas para el análisis de control en columnas binarias a columnas ternarias. También da unas guías para seleccionar entre control sencillo y control dual, y si controla la relación de reflujo o la relación reflujo/alimento.

Más adelante, este mismo autor (Luyben 2008) analiza el efecto del solvente en la controlabilidad de la destilación extractiva del sistema acetona/metanol. Los solventes considerados fueron: agua, DMSO (dimethyl sulfur oxide) y clorobenceno. Luyben resalta que la dinámica del proceso es importante a la hora de seleccionar un solvente en una operación de destilación extractiva. Para el análisis del problema uso el simulador de procesos de AspenTech.

S. Arifin estudio el diseño y control de la destilación extractiva de isopropanol-agua usando como solvente DMSO. La estrategia de control implementada fue la tradicional configuración L-V<sup>2</sup> más un control simple de temperatura. La publicación se centra más en la operación de la destilación extractiva que en el problema de control del proceso.

En la Universidad Nacional se ha trabajado en estrategias de control para columnas de destilación extractiva pero a nivel de simulación. En el trabajo de maestría de Gil (Gil 2006) y de especialización de Rojas (Rojas 2008), se estudian diferentes estructuras de control con el simulador de procesos AspenTech, en donde usan los paquetes AspenPlus y AspenDynamics para la simulación en estado estable y dinámico respectivamente. El sistema estudiado fue Etanol-Agua-Etilenglicol.

En las siguientes secciones se describirán los objetivos, análisis y principales arreglos en la selección de la estrategia de control en columnas binarias y se extenderán estos criterios a columnas de destilación extractiva.

---

<sup>2</sup>La configuración L-V hace parte de un conjunto de diferentes opciones de control en una columna de destilación las cuales se mostraran en detalle en la sección 1.5.

### 1.3 Objetivos del control y grados de libertad en columnas de destilación

El punto de partida de cualquier diseño de un proyecto es la definición de sus objetivos. Por esto antes de entrar a seleccionar una determinada estrategia de control es necesario establecer cuál o cuáles son los objetivos de dicho proceso.

Cuando se selecciona e implementa una determinada estrategia de control en cualquier proceso industrial que involucre transferencia de calor o masa se desea cumplir con los siguientes objetivos: Control del balance de materia, control de la calidad de los productos y satisfacción de restricciones de operación (Buckley, Luyben 1985). Específicamente hablando de columnas de destilación, la filosofía es la siguiente:

#### 1.3.1 Control del balance de materia

- ✓ El sistema de control debe satisfacer que la suma del flujo másico de los productos sea exactamente igual al flujo másico de los alimentos en condiciones de estado estacionario. Esto se conoce como control de inventario.
- ✓ El resultado de ajustes en el flujo de proceso debe ser suave y gradual para evitar trastornos en la columna o en el proceso corriente abajo.
- ✓ El nivel o mejor conocido "holdup" en una columna, deben ser mantenidos entre ciertos límites máximo y mínimo.

Estos objetivos se cumplen en la mayoría de casos con los controles de nivel y presión en la columna, estos lazos de control se describirán más adelante.

#### 1.3.2 Control de la calidad de los productos

- ✓ Mantener la concentración del componente clave en un valor especificado. Ya sea en la corriente de destilado D o en la corriente de fondos B. Es quizá el objetivo más importante en el control de una columna de destilación, y por tanto, en ello se centrará la selección de la mejor estrategia de control para la columna.
- ✓ Recuperar la mayor cantidad posible del componente clave en una de las corrientes. Esto se traduce en hacer que la separación de los componentes sea lo más eficiente posible.

#### 1.3.3 Satisfacción de restricciones

Por seguridad, la operación de la columna debe satisfacer las siguientes restricciones:

- ✓ Evitar la inundación de la columna
- ✓ Evitar el lloriqueo (para columnas de platos)
- ✓ Una caída de presión suficiente para mantener la operación de la columna, pero no exceder un valor permisible.
- ✓ Una condición térmica adecuada para las corrientes de alimento. Esta condición se cumple colocando lazos de control de temperatura para dichas corrientes.

Para que los lazos de control funcionen bien y de forma armónica se debe primero contar con una adecuada instrumentación y que las válvulas de control se encuentren diseñadas correctamente. Adicionalmente se debe tener en cuenta el arranque y parada del proceso.

Los controles de balance de materia y composición deben funcionar satisfactoriamente en el momento que se presenten las siguientes posibles perturbaciones o cambios en las siguientes variables del proceso:

- Caudal de los alimentos
- Composición de los alimentos
- Temperatura en los alimentos

- Presión de vapor

#### 1.3.4 Grados de libertad en columnas de destilación

En el contexto de control de procesos, los grados de libertad de un proceso es el número de variables que pueden o deben ser controladas. Una forma sencilla de calcularlo es diciendo que los grados de libertad en una columna están dados por la cantidad de válvulas de control colocadas racionalmente. En la figura 1.1 se puede ver que hay 5 válvulas de control, una para cada una de las siguientes corrientes: Destilado, reflujo, refrigerante, fondos y medio de calentamiento. Para esta columna, con condensador total, se puede asumir 5 grados de libertad.

Los grados de libertad dan una restricción muy importante, esta es establecer la cantidad de lazos de control que deben ser implementados en el proceso. Por tanto como para una columna se tienen 5 grados de libertad, esto da una idea preliminar de que se deben implementar 5 lazos de control para cumplir con nuestros objetivos. Cabe notar que no se ha hablado acerca del número o tipo de componentes químicos involucrados en la separación. Entonces tanto una columna de destilación binaria como una columna multicomponente y no ideal también tiene 5 grados de libertad.

Sin embargo, en columnas de destilación extractiva o azeotrópica, existe una entrada adicional a la columna. Esta corriente o variable adicional al proceso suma un grado de libertad. El flujo de solvente en la destilación extractiva definirá el grado de rompimiento del azeótropo así como el consumo energético de la columna, de ahí que sea muy importante sumar este grado de libertad al proceso. Por tanto, para una columna de destilación extractiva, se tienen seis grados de libertad.

Los lazos para controlar el inventario envuelven la presión y los niveles en la columna. Esto implica que el nivel de líquido en el acumulador, el nivel en la base de la columna y la presión deben ser controlados. Por otro lado el flujo de solvente o la relación solvente/alimento también debe ser controlada. Por lo anterior quedan dos grados de libertad, esto significa que quedan dos variables que pueden (y deben) ser controladas en la columna de destilación. Estas dos variables que quedan serán por tanto para el control de calidad de los productos. Su selección depende de factores que involucran principalmente la operación de la columna, los requerimientos de calidad de los productos y factores económicos asociados a la operación. Normalmente se controla como mínimo una composición (o temperatura) y un flujo o relación de flujo de las anteriores corrientes, otras situaciones comunes son:

- ✓ Controlar la composición del componente ligero en la corriente de fondos, y el componente pesado en la corriente de cima
- ✓ Controlar una temperatura en la sección de rectificación de la columna y una temperatura en la sección de despojamiento.
- ✓ Controlar el flujo de la corriente de reflujo y una temperatura en algún lado de la columna
- ✓ Controlar el flujo de vapor en el Rehervidor y una temperatura cercana a la cima de la columna.
- ✓ Controlar la relación de reflujo y una temperatura en la columna.

Una vez las seis variables para ser controladas han sido especificadas, el problema consistirá en seleccionar y decidir cuáles son las variables manipuladas para establecer los lazos de control, así como su apareamiento.

### 1.4 Selección y análisis de estrategias de control

Algunas de las principales técnicas para el análisis de la mejor selección del apareamiento entre variables manipuladas MVs y variables controladas CVs, así como sus interacciones, son: RGA estacionario, RGA dinámico o DRGA, SVD, Índice de Niederlinski NI, arreglo de Nyquist (INA) y  $\mu$ -

óptimo. La mayoría de estas técnicas están basadas en un análisis en estado estacionario. Entre estas, RGA y SVD son las técnicas más utilizadas e implementadas.

#### 1.4.1 Arreglo de ganancia relativa (RGA)

Las interacciones entre lazos, en esquemas de control multilazo, pueden desestabilizar los sistemas multivariables, y, en algunos casos, pueden ser útiles para rechazar los cambios ocurridos por las perturbaciones. Las interacciones ocurren cuando una variable manipulada afecta una variable controlada de otro lazo. Una de las herramientas más utilizadas para identificar dichas interacciones es el RGA.

El Arreglo de Ganancia Relativa RGA (por sus siglas en inglés *Relative Gain Array*) es una medida de la controlabilidad de un sistema, provee una medición del acoplamiento en sistemas multivariables y es usado para evaluar el acoplamiento en estado estable de cada configuración (Khaki 2009), en pocas palabras, proporciona una comparación cuantitativa de cómo un lazo de control puede afectar otro.

Esta técnica fue desarrollada por E. H. Bristol en 1966, ingeniero de control de Foxboro, con el fin de facilitar el diseño de sistemas de control descentralizado determinando la estrategia de control con mínima interacción. Fue la primera herramienta desarrollada al respecto y tuvo una gran acogida debido a que es independiente del escalizado de las variables y su fácil forma de calcularlo.

##### 1.4.1.1 Cálculo de RGA

Existen dos formas de determinar el RGA, esto depende de si se tiene el modelo del proceso o no (svrcek 2006):

##### (a) Método experimental

- i) El primer paso es determinar la ganancia del lazo que se va a analizar manteniendo el resto de lazos abiertos.

$$g_{ij} = \frac{\Delta y_i}{\Delta m_j}$$

- ii) Ahora se determina la ganancia del lazo con el resto de lazos cerrados.

$$g_{ij}^* = \frac{\Delta y_i}{\Delta m_j}$$

- iii) Finalmente se calculan los coeficientes de la matriz RGA:

$$\lambda_{11} = \frac{g_{ij}}{g_{ij}^*} = \frac{\text{ganancia en lazo abierto}}{\text{ganancia en lazo cerrado}}$$

$$RGA = \Lambda = \begin{bmatrix} \lambda_{11} & \lambda_{12} & \dots & \lambda_{1n} \\ \lambda_{21} & \lambda_{22} & \dots & \lambda_{2n} \\ \vdots & \vdots & \vdots & \vdots \\ \lambda_{n1} & \lambda_{n2} & \dots & \lambda_{nn} \end{bmatrix}$$

##### (b) Método Teórico (con modelo de la planta)

Sea K la matriz de ganancia en estado estacionario, la matriz RGA se calcula por medio de la siguiente ecuación:

$$\Lambda = K \cdot (K^{-1})^T$$

Donde “.” representa el producto elemento por elemento.

#### 1.4.1.2 Interpretación y análisis de RGA

Los siguientes aspectos describen el significado de RGA:

- i) La suma de cada fila y cada columna es siempre uno.
- ii) Cada elemento  $\lambda_{ij}$  es un número adimensional y no depende del escalamiento.
- iii) Si  $\lambda_{ij} = 0$ , indica que la variable manipulada  $m_j$  no tiene efecto en la variable controlada  $y_i$ .
- iv) Si  $\lambda_{ij} = 1$ , implica que  $m_j$  afecta  $y_i$  sin que se presenten interacciones con otros lazos.

Una vez se obtenga la matriz RGA, la recomendación para seleccionar la estructura de control es emparejar las variables de entrada y salida que tenga un positivo RGA y que su valor sea el más cercano a 1. Esta herramienta se ha utilizado ampliamente para el análisis de columnas binarias (Hurowitz, Skogestad), y más adelante se usará para el análisis de la columna de destilación extractiva.

#### 1.4.2 Descomposición en valores singulares (SVD)

La descomposición en valores singulares es una herramienta matricial que permite determinar cuantitativamente el grado de acople de un sistema (Svrcek 2006). Esta se aplica a la matriz de ganancia en estado estable, la cual se descompone en tres matrices:

$$G = U \Sigma V^T$$

Matemáticamente  $U$  es una matriz formada por los eigenvectores normalizados de  $GG^T$ ,  $V$  es la matriz de eigenvectores normalizados de  $G^TG$  y  $\Sigma$  es la matriz diagonal de los eigenvalores. Desde el punto de vista del proceso multivariable,  $U$  representa la sensibilidad de las CVs frente a las MVs. El primer vector de  $U$  indica la dirección del vector que es más sensible a cambios en las MVs, el segundo vector indica la dirección del siguiente más sensible y así sucesivamente con cada vector de  $U$ . Cada vector de  $U$  es ortogonal a los otros vectores. La matriz  $V$  da un grado de sensibilidad diferente. El primer vector  $V_1$  indica la combinación de las acciones de control que más afectan el sistema y así con los demás vectores (Moore en Luyben 1992).

La matriz  $\Sigma$  está conformada por los valores singulares del sistema en forma descendente en una matriz diagonal. Estos valores indican la ganancia multivariable en un proceso desacoplado. Estos valores singulares son siempre positivos y la relación del más grande al más pequeño se conoce como número condicional CN:

$$CN = \frac{s_{max}}{s_{min}}$$

El número condicional provee una indicación numérica del balance de sensibilidades en el sistema multivariable. Un CN bajo, indica que el sistema está bien balanceado, es decir, no se presentan acoples en el sistema; mientras que un CN alto indica un alto grado de acople, o que el sistema es casi singular, lo que conlleva a problemas en el control del proceso. Svrcek coloca el límite para definir un alto CN en 50 (Svrcek 2006).

### 1.5 Arreglos para el control del balance de materia

El control del balance de materia o control de inventario se logra con el control de la presión de la columna, el nivel en el acumulador y en el rehervidor o fondo de la columna. A continuación se describen los principales arreglos para éstos controladores:

### 1.5.1 Control de presión

La presión es uno de los parámetros que intervienen con mayor influencia para mantener constante la calidad de los productos, tanto en cima como en fondo de la columna. Esto se debe a que la presión afecta en gran medida la volatilidad relativa de los componentes, y por tanto, el grado de separación entre ellos.

Debido a lo anterior, la presión en columnas de destilación normalmente se mantiene en el mínimo valor posible. Típicamente en las refinерías se opera a la máxima transferencia de calor en el condensador, esto implica la mínima presión y por tanto máxima volatilidad relativa (Hurowitz 2003). Sin embargo, es importante prevenir un cambio fuerte en la presión, puesto que un incremento súbito en la presión disminuye el flujo de vapor causando flashing, mientras que un decremento súbito puede causar lloriqueo en la columna.

Existen diferentes configuraciones para controlar la presión en una columna. Seleccionar la configuración adecuada depende de tres aspectos fundamentales:

- ✓ Presión de operación de la columna: vacío, atmosférica o presionada
- ✓ Tipo de condensación: parcial o total
- ✓ Si hay corriente de venteo, determinar si presenta componentes condensables o no.

A continuación se describen los principales arreglos para el control de la presión en columnas de destilación:

- (a) En el esquema mostrado en la figura 1,5 la presión es controlada manipulando el flujo de refrigerante en el condensador, este lazo es el más utilizado en columnas donde la corriente de alimento no presenta gases inertes o no condensables. Puesto que lo que se está manipulando indirectamente es la transferencia de calor en el condensador, el lazo es ligeramente lento.

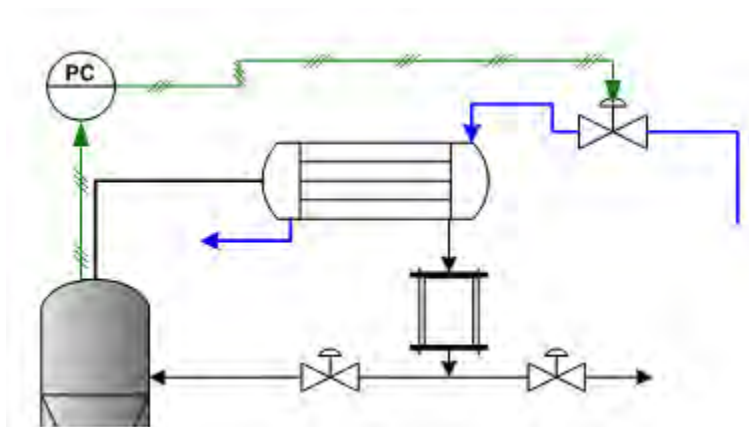


Figura 1.5 Esquema de control de presión para condensador total

- (b) En caso de que el condensador sea parcial o que el alimento contenga inertes, la mejor variable a manipular es la corriente de venteo, ver figura 1.6. Puesto que se está manipulando directamente un flujo del proceso, el lazo de control es rápido.



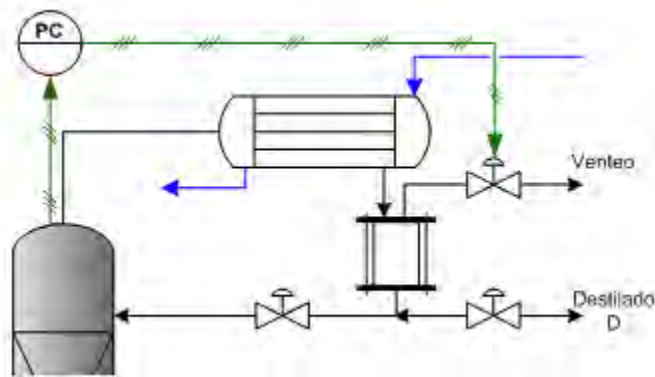


Figura 1.6 Esquema de control de presión para condensador parcial

- (c) Para columnas que operan a presión atmosférica, otra opción es controlar la presión en el reboilador puesto que se estaría controlando indirectamente el diferencial de presión en la columna. Para este caso la mejor opción para variable manipulada será el calor que se está suministrando en el reboilador, ver figura 1.7.

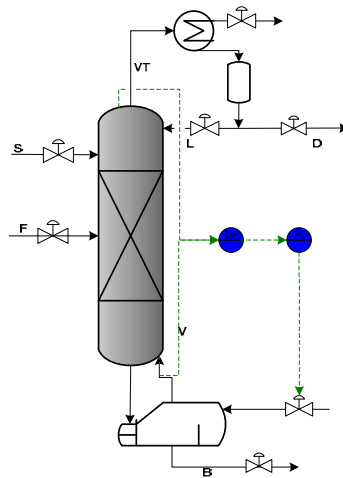


Figura 1.7 Esquema de control de presión diferencial

- (d) Otro arreglo típico para controlar la presión es vía condensador inundado, Figura 1.8. En este esquema, el nivel de líquido dentro del condensador afecta el área de transferencia de calor, la condensación de la corriente de vapor  $V_T$  y por ende la presión en la cima de la columna. Por tanto la variable a manipular es el nivel dentro del condensador.

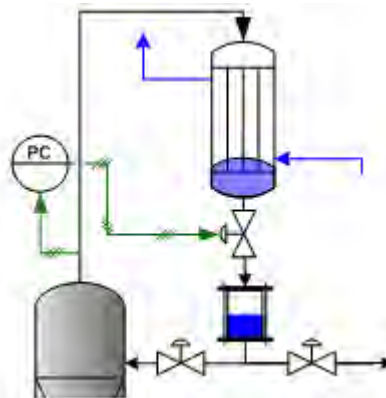


Figura 1.8 Esquema de control de presión vía condensador inundado

### 1.5.2 Control de Nivel

En columnas de destilación convencionales se debe controlar el nivel del tanque acumulador y del rehervidor. Si el acumulador se llena presionara la columna mientras que si el rehervidor está lleno o vacío causara serios problemas de operatividad en la columna. Para controlar el nivel en estos tanques las variables más adecuadas para manipular son los flujos de las corrientes de reflujo L y destilado D para el acumulador, y el vapor (V) para el rehervidor.

Lo convencional es utilizar la corriente de destilado y de fondos para controlar el nivel en el acumulador y rehervidor respectivamente. Esta configuración permite que las corrientes L y V queden libres para controlar otras variables, por esta razón se conoce como configuración LV, figura 1.9. Otras configuraciones comunes son la DV y LB y son conocidas como las configuraciones de balance de materia puesto que las corrientes D y B quedarían disponibles para ajustar el balance de materia de la columna respectivamente, figura 1,10. El nivel también puede ser controlado por las relaciones de las corrientes involucradas, algunos ejemplos son las configuraciones L/D-V y L/D-V/B.

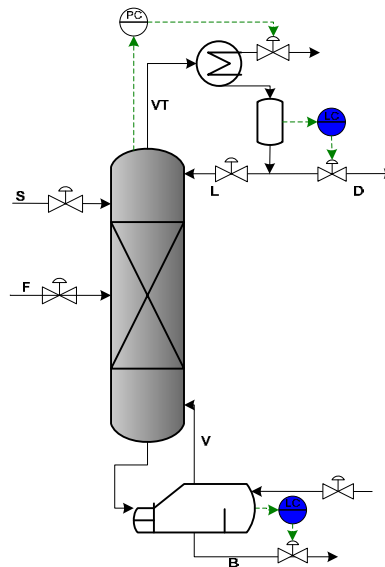


Figura 1.9 Configuración LV

En resumen, existen tres posibles variables a manipular para el control de nivel en el acumulador, estas son L, D y L/D; así mismo existen tres MVs para el control de nivel en el rehervidor o fondo de la columna: V, B y V/B. Por lo tanto existen 9 posibles tipos de configuraciones para el control de nivel, estas son: L-V, L-B, L-V/B, D-V, D-B, D-V/B, L/D-V, L/D-B y L/D-V/B.

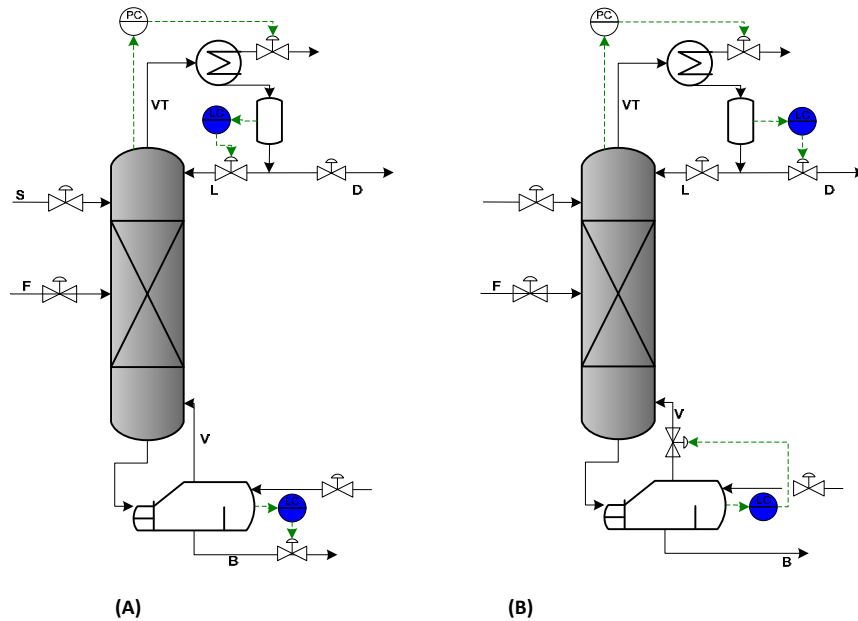


Figura 1.10(A) Configuración D-V, (B) Configuración L-B

La principal forma de seleccionar la configuración del control de nivel es seleccionando el flujo más grande, esto se debe a que las corrientes de mayor flujo absorben más fácilmente los cambios bruscos en el nivel y responden de forma más rápida. Por lo anterior, una relación de reflujo menor a uno ( $L/D < 1$ ), indica que el flujo de la corriente de reflujo es menor al flujo del destilado ( $L < D$ ), por lo tanto la corriente D es la más adecuada para controlar el nivel en el acumulador. Para relaciones de reflujo mayores a uno  $L/D > 1$ , la corriente L es la más apropiada para controlar el nivel.

Gran mayoría de los estudios realizados acerca de la selección de la mejor estrategia de control tratan el problema de encontrar y analizar la mejor configuración para el control de nivel del acumulador y el rehervidor. Stichlmair (1995) por ejemplo, plantea cual debe ser la mejor configuración, basado en el conocimiento de la relación de reflujo, la relación  $D/F$  y la relación en el rehervidor  $V/B$ . Liptak (2006) recomienda usar D para  $L/D < 0,5$  (columnas con baja relación de reflujo) y usar L para  $L/D > 6$  (columnas con alta relación de reflujo). En puntos intermedios cualquiera de las dos corrientes puede controlar el nivel en el acumulador. Argumentos similares aplican para el control de nivel en el fondo de la columna.

A pesar de los estudios anteriores, Skogestad (2007) afirma que las anteriores recomendaciones no aplican cuando el lazo de temperatura o composición es incluido. Por lo que concluye que debido a las interacciones entre los lazos de control y de composición, se prefiere la configuración LV, puesto que D y B no afectan por si solos el resto de la columna.

## 1.6 Arreglos para el control de composición

Como se había discutido anteriormente, quedan dos grados de libertad por definir. La definición de estos grados de libertad determinara cuáles serán los lazos de control a implementar para cumplir con los objetivos de control de calidad de los productos. Los dos lazos de control pueden estar conformados por lazos de composición, temperatura y/o flujo.

### 1.6.1 Lazos para control de calidad de los productos

La estructura ideal de control es mantener las cantidades deseadas del componente clave en las dos corrientes de productos. Sin embargo, el control de composición está muy ligado a las

restricciones y limitaciones económicas de la operación. Los analizadores de composición en línea, que utilizan métodos cromatográficos o de refracción, son costosos, requieren de mantenimiento y calibración y generalmente representan la adición de tiempos muertos considerables en el lazo de control. De allí que normalmente se prefiere inferir la composición a partir del conocimiento de la temperatura.

Entre las posibles variables a manipular se encuentra la corriente de reflujo  $L$ , la relación de reflujo  $L/D$ , el calor en el rehedidor y en columnas de destilación extractiva el flujo de solvente  $S$ . En estrategias de control dual, las variables a controlar son dos puntos de temperatura en la columna manipulando alguna de las corrientes antes mencionadas, esta estrategia trabaja satisfactoriamente en columnas binarias. Sin embargo en columnas multicomponente, es preferible trabajar con estrategias de control simple, donde se controla solo una temperatura y se mantiene constante la otra variable.

### 1.6.2 Lazo de control de composición-Temperatura

La medición de temperatura es simple, rápida, económica, fiable y no necesita un sistema de muestreo complejo que muchos analizadores requieren. Por lo anterior, es preferible implementar lazos de control de Temperatura que lazos de composición. Entre los beneficios de usar control de Temperatura se encuentran (Skogestad 2007):

- a) El control de la temperatura provee una forma simple de estabilizar el perfil de composición y temperatura a lo largo de la columna. Los lazos de presión y nivel no pueden realizar esto por sí solos.
- b) Control de nivel indirecto. Esto se debe a que, ante perturbaciones, el o los lazos de temperatura modifican el flujo interno de vapor y líquido dentro de la columna. Estas modificaciones de los flujos benefician el control de nivel en el acumulador y rehedidor.
- c) Permite controlar indirectamente las composiciones. Ubicar el sensor de temperatura en la posición adecuada, permitirá inferir la composición de dicha etapa. Este problema se abordara con más detalle.
- d) Hace que el problema de composición sea menos interactivo. Skogestad demostró que el RGA en estado estacionario es significativamente reducido adicionando el lazo de temperatura. Permitiendo que el lazo sea lo suficientemente rápido.
- e) Hace a la columna tener un comportamiento más lineal. Resultado de los beneficios a y b.

Quedando claro que la mejor forma de cumplir con los objetivos de control de calidad es con los lazos de temperatura, queda por responder las siguientes preguntas: Cuales la mejor variable a manipular para cerrar el lazo de temperatura? y donde se deben ubicar los sensores de temperatura en la columna? La respuesta a la primera pregunta no es inmediata, de ahí que se planteen diferentes posibilidades para cerrar este lazo como se verá en la sección 1.7. Para la segunda pregunta se han desarrollado un conjunto de herramientas o análisis que se muestran a continuación.

### 1.6.3 Selección de la etapa de control

Establecido que los lazos que mantienen la composición son los lazos de temperatura, ahora se debe determinar el o los puntos donde se va a controlar la temperatura en la columna. Rademaker en 1975 publicó al menos 10 criterios para la mejor selección de la ubicación de la medición de temperatura basado en recomendaciones empíricas y análisis en estado estacionario del sistema. Autores como Luyben (2006) y Skogestad (2007) han analizado 5 de los criterios más recomendados, estos son:

- i. Criterio de la pendiente: Este criterio se base en graficar el perfil de temperatura de la columna y determinar la pendiente en cada etapa, luego se selecciona la que presente una mayor pendiente. Un cambio considerable en la temperatura indica un punto donde la composición de algún componente está cambiando. Al controlar la temperatura en dicha etapa se estaría

manteniendo constante el perfil de composición. Skogestad establece que este criterio debe ser usado para evitar (en vez de seleccionar) una ubicación del sensor, puesto que el perfil de temperatura no presenta una relación rigurosa con el comportamiento de las composiciones en estado estacionario.

- ii. Criterio de sensibilidad: Encontrar la etapa donde exista el mayor cambio en la temperatura por un cambio en la variable manipulada. Se realiza un cambio muy pequeño en alguna de las variables a manipular, por ejemplo la relación de reflujo, y se selecciona la etapa donde ocurre el mayor cambio en la temperatura. Ésta etapa indica que es la más sensible y que puede ser efectivamente controlada por la correspondiente variable manipulada. Éste análisis da como resultado la matriz de ganancia del proceso en estado estable en lazo abierto.

Una ventaja importante de éste criterio es que no solo se puede seleccionar la etapa a controlar sino también cual es la mejor variable a manipular (Moore en Luyben 1992). Puesto que se puede observar la sensibilidad de la temperatura ante las diferentes posibles variables a manipular. A pesar de que es uno de los criterios más utilizados en la práctica, Skogestad afirma que el método no es confiable en sí mismo.

- iii. Criterio SVD: usar el análisis de descomposición en valores singulares. Para realizar éste análisis se requiere la matriz de ganancia en estado estable como se presentó en la sección anterior. Esta matriz estará formada por las  $N_T$  filas (número de etapas) y tantas columnas dependiendo del número de posibles variables a manipular. La matriz es descompuesta usando la herramienta SVD y luego se grafican los vectores de  $U$  contra el número de etapas. La etapa con mayor magnitud de  $U$  indica la localización en la columna que puede ser efectivamente controlada.

El número condicional (CN) en este análisis, permitirá determinar si es factible o no usar control dual en la columna (Moore en Luyben 1992). Si CN es menor a 50, el sistema de destilación no está acoplado y por tanto, se puede implementar una estrategia de control dual. Este criterio es el más recomendado por Luyben.

- iv. Temperatura invariante: Manteniendo constantes las composiciones de destilado y fondos, se varía la composición del alimento y se selecciona la etapa donde la temperatura no cambia. Es un método difícil de evaluar debido a que la temperatura no permanece constante, sobretodo para sistemas multicomponentes.
- v. Criterio de variabilidad mínima del producto: Seleccionar la etapa que produzca el menor cambio en la pureza de los productos cuando se apliquen perturbaciones en la corriente de alimento. Se fija la temperatura en un punto y se mantiene constante el segundo grado de libertad que puede ser la relación de reflujo o el calor en el rehedidor. Luego se cambia la composición en el alimento y se observa el cambio de composición en los productos. Luego se fija la temperatura en otro punto y se repite el procedimiento anterior. Finalmente se selecciona la etapa donde ocurra el menor cambio en la composición del producto.

Este criterio, aunque es el que mejor se acerca a nuestro objetivo, requiere de muchos cálculos, por lo que es difícil su implementación (Luyben 2006).

A la hora de seleccionar la etapa de control es recomendable usar más de uno de los anteriores métodos para tener mayor confiabilidad en el resultado.

### 1.7 Estrategia de control a implementar

Para la columna de destilación de la planta piloto se propone usar la siguiente configuración de control:

- i) Se mantendrá constante la relación alimento/solvente. Esto involucra tener dos lazos de control de flujo, uno de alimento de etanol azeotrópico y otro de solvente, los cuales se llamarán FC-01 y FC-02 respectivamente.
- ii) Es necesario que las dos corrientes de alimento se lleven a las temperaturas de trabajo. Por lo que se implementarán dos lazos de temperatura, TC-01 y TC-02. Estos 4 primeros lazos no hacen parte de la estrategia de control pero si son fundamentales para el funcionamiento apropiado de la operación.
- iii) Se usara la configuración L-V para el control de nivel. Se seleccionara esta configuración puesto que las corrientes D y B no afectan la dinámica del proceso. Esto involucra dos lazos que controlan el nivel en el acumulador y en el rehedidor manipulando la corriente de destilado y fondos respectivamente. Estos lazos se llamarán LC-01 y LC-02 respectivamente.
- iv) Para el control de presión la variable a manipular será el flujo de agua en el condensador como se mostró en la figura 1.5. Esto debido a que el condensador es total, se desea subenfriar el destilado, no se trabaja con condensador inundado y no hay inertes o gases no condensables en el sistema, este lazo de control se llamará TC-03.
- v) Para el control de composición-Temperatura se plantean tres alternativas con diferentes variables a manipular y controlar:

**E1:** Lazo de temperatura donde la variable a manipular es el calor en el rehedidor, este controlador será el TC-04, por otro lado el flujo de la corriente de reflujo se mantendrá constante. El esquema de esta estrategia de control se muestra en la figura 1.11 (a):

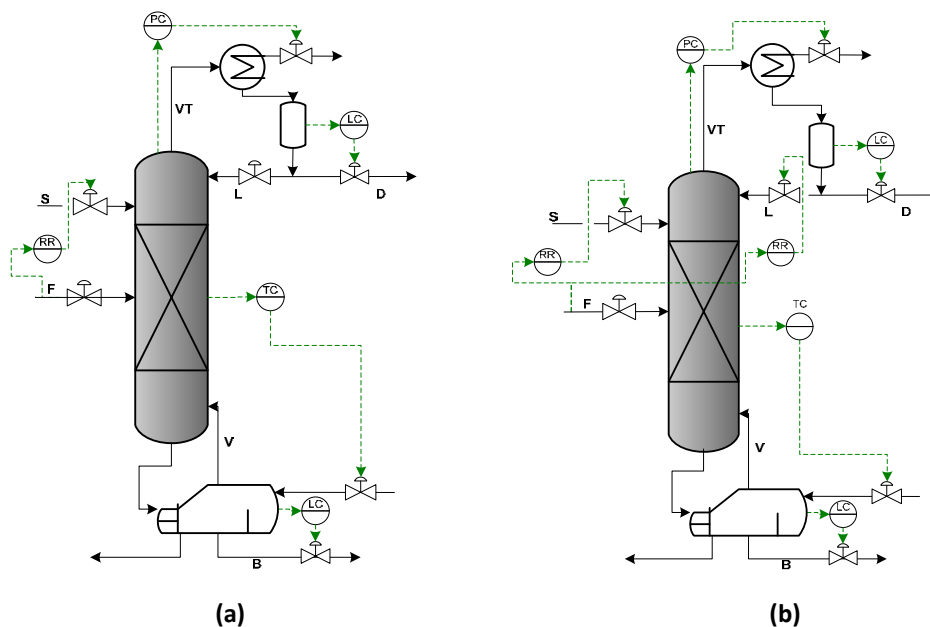
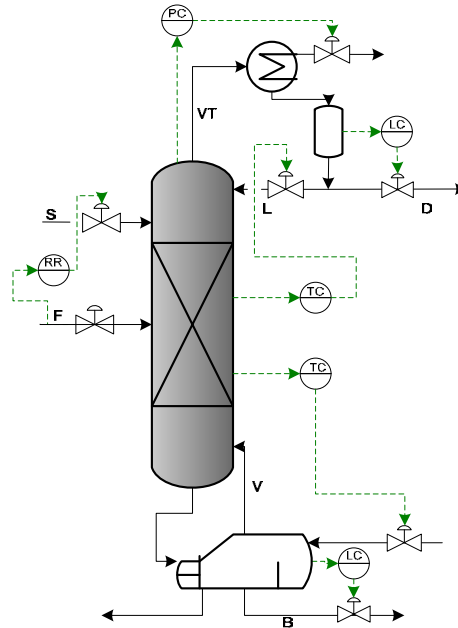


Figura 1.11. Estrategia de control (a) E1 y (b) E2

**E2:** En la figura 1.11 b se muestra la segunda alternativa como estrategia de control. Esta involucra un lazo de temperatura donde la variable a manipular es el calor en el rehedidor (TC-04) y otro lazo para controlar la relación alimento/reflujo manipulando el flujo de reflujo. Según Luyben esta estrategia de control realiza un muy buen trabajo manteniendo la pureza de los productos ante perturbaciones en la corriente de alimento (Luyben 2005, 2006), de ahí que se tenga en cuenta para este sistema.

**E3:** La figura 1.12 muestra la tercera alternativa como estrategia de control. Esta estrategia involucra dos Lazos de temperatura, uno en la sección superior manipulando el reflujo y otro en la sección inferior manipulando el calor en el rehervidor, estos lazos se llamarán TC-05 y TC-04 respectivamente. Esta estrategia se conoce como control dual y el esquema se puede ver en la figura 1.12



**Figura 1.12 Estrategia de control E3**

La sección o punto para controlar la temperatura de los lazos TC-04 y TC-05 se determinará con los procedimientos planteados en la anterior sección y utilizando la simulación en estado estacionario de la columna.

Las anteriores tres estrategias de control son las más opcionadas a implementar por los argumentos presentados en las secciones anteriores. El paso a seguir es analizar estas estrategias de control en estado estacionario y dinámico del sistema Etanol-Agua-Glicerina con la ayuda de simulaciones, para finalmente seleccionar la estrategia de control a implementar en la columna.

## 2. SIMULACIÓN Y ANÁLISIS DE LAS ESTRATEGIAS DE CONTROL

En el presente capítulo se muestra el análisis de las estrategias de control previamente seleccionadas aplicando diferentes herramientas basado en resultados de la simulación en estado estable y evaluando finalmente dichas estructuras por medio de la simulación dinámica. Todas las simulaciones se realizan en el software comercial AspenTech, específicamente en sus paquetes Aspen Plus y Aspen Dynamics, utilizados frecuentemente por ingenieros químicos para la simulación de procesos industriales.

Antes de entrar a simular la destilación extractiva de etanol azeotrópico usando como solvente glicerina hay que tener en cuenta la factibilidad termodinámica de la operación. Dicha factibilidad la analizó Gil en su tesis de maestría (Gil 2006), donde describe detalladamente el mapa de curva residual del sistema. Del análisis del mapa se concluye que no se forman nuevos azeótropos, no se presenta miscibilidad parcial y se recalca la importancia de que el solvente ingrese a la columna como una corriente de alimento separado, en una etapa cercana a la cima y por encima de la etapa de alimentación del etanol azeotrópico.

### 2.1 Bases de la simulación

#### 2.1.1 Modelo termodinámico

El estudio termodinámico del sistema es clave para definir las condiciones de operación del proceso. El modelo termodinámico debe ajustarse a los datos experimentales del equilibrio de fases entre los componentes a estudiar. El modelo termodinámico recomendado para establecer el equilibrio liquido-vapor del sistema etanol-agua-glicerina es el modelo NRTL (Gil 2003), los parámetros binarios del modelo que arroja AspenProperties se muestran en la tabla 2.1.

**Tabla 2.1 – Parámetros NRTL para el sistema etanol-agua-glicerina**

	ETHANOL	ETHANOL	WATER
	WATER	GLYCEROL	GLYCEROL
<b>A<sub>IJ</sub></b>	-0,8009	0,0	-1,2515
<b>A<sub>JI</sub></b>	2,4578	0,0	-0,7318
<b>B<sub>IJ</sub></b>	246,18	442,713	272,6075
<b>B<sub>JI</sub></b>	-586,0809	36,139	170,9167
<b>C<sub>IJ</sub></b>	0,3	0,3	0,3

Los parámetros binarios son utilizados en las siguientes ecuaciones del modelo NRTL:

$$\tau_{ij} = A_{ij} + \frac{B_{ij}}{T} \quad G_{ij} = \exp(-\alpha_{ij}\tau_{ij})\alpha_{ij} = c_{ij} \quad (2.1)$$

Dónde:

$$\tau_{ii} = 1 \quad G_{ii} = 0$$

De la tabla 2.1 se puede ver que para AspenProperties los parámetros  $A_{ij}$  entre etanol y glicerina son cero, esto implica que el modelo termodinámico supone que la mezcla entre estas dos sustancias es ideal, lo que únicamente se podría corroborar con datos de equilibrio experimentales. De no ser así, las simulaciones podrían dar resultados algo alejados del comportamiento real para este sistema de destilación.

Seleccionado el modelo termodinámico, se configura el diagrama de proceso y se establecen las condiciones para realizar la simulación en estado estacionario.



### 2.1.2 Condiciones de entrada

La columna que se va a simular y donde se implementará la estrategia de control es la columna de destilación extractiva de la planta piloto del laboratorio de ingeniería química (LIQ). Esta columna fue diseñada y montada por el Ingeniero Iván Gil como trabajo de tesis de maestría. A pesar de que la columna se diseñó para la destilación extractiva de etanol usando como solvente etilenglicol, también servirá usando glicerina como solvente, puesto que la glicerina tiene un efecto superior al del etilenglicol como lo demuestra Gil en su tesis (Gil 2006).

La columna de destilación extractiva del LIQ es una columna empacada, con una altura de nueve metros distribuidos en 6 secciones, cada sección de 1,5 m. El tipo de empaque es Nutter Ring #0.7 en acero inoxidable 316. El solvente se alimenta entre las secciones 1 y 2, y la corriente de alimento, en este caso la mezcla azeotrópica etanol-agua, entre las secciones 4 y 5. La columna cuenta con un Rehervidor con capacidad de 50L, el cual cuenta con una chaqueta de calentamiento para la entrada de vapor en la que se suministra la energía necesaria para realizar la separación.

Además se dispone de tres intercambiadores para calentar las corrientes de etanol de alimento, solvente y reflujo hasta las temperaturas de entrada en la etapa correspondiente de la columna. Estos intercambiadores son de tubo y coraza en los que por la coraza fluye vapor como medio de calentamiento y por los tubos la respectiva corriente. El material de construcción de todos los equipos es de acero inoxidable 304 para evitar problemas de corrosión.

Basado en el trabajo de Gil (Gil 2006), donde se realizó la simulación de la destilación extractiva de etanol azeotrópico usando como solvente etilenglicol, se tomarán las siguientes condiciones de entrada de las corrientes:

- ✓ Alimento: La corriente de alimento tiene un flujo de 50L/h, con una composición molar de 87% de etanol y 13% de agua. La corriente se bombea y se calienta hasta una temperatura de 70°C.
- ✓ Solvente: El solvente es 100% glicerina el cual se bombea y se calienta hasta 70°C. El flujo de glicerina se definirá con las simulaciones.

La presión de operación de la columna es la presión atmosférica en Bogotá (563mmHg). Operando a estas condiciones se puede trabajar el condensador con agua de enfriamiento y con vapor como medio de calentamiento en el rehervidor, ambos disponibles en la planta piloto.

## 2.2 Simulación en estado estacionario

Establecidas las bases de la operación y el modelo termodinámico, se configura el esquema de la simulación en el simulador AspenPlus, ver figura 2.1.

Para determinar las condiciones de operación de la columna se realizará un análisis de sensibilidad de algunas de las variables de la columna, entre ellas la relación solvente/alimento, la relación de reflujo y las temperaturas de las corrientes de entrada. El análisis se realizará manteniendo una recuperación de etanol constante de 99,5% molar en la corriente de destilado.

Un análisis muy similar en la selección de las condiciones de operación para la destilación extractiva lo realizó Gil y Uyazán (Uyazán 2004) para el sistema etanol-agua-glicerina y Gil (Gil 2006) para el sistema etanol-agua-etilenglicol. Estas simulaciones sin embargo, se realizaron con modelos de etapa de equilibrio. En el presente estudio se realizará la simulación de la columna extractiva con modelo de etapa de equilibrio y no-equilibrio. Los anteriores casos servirán entonces como punto de comparación.

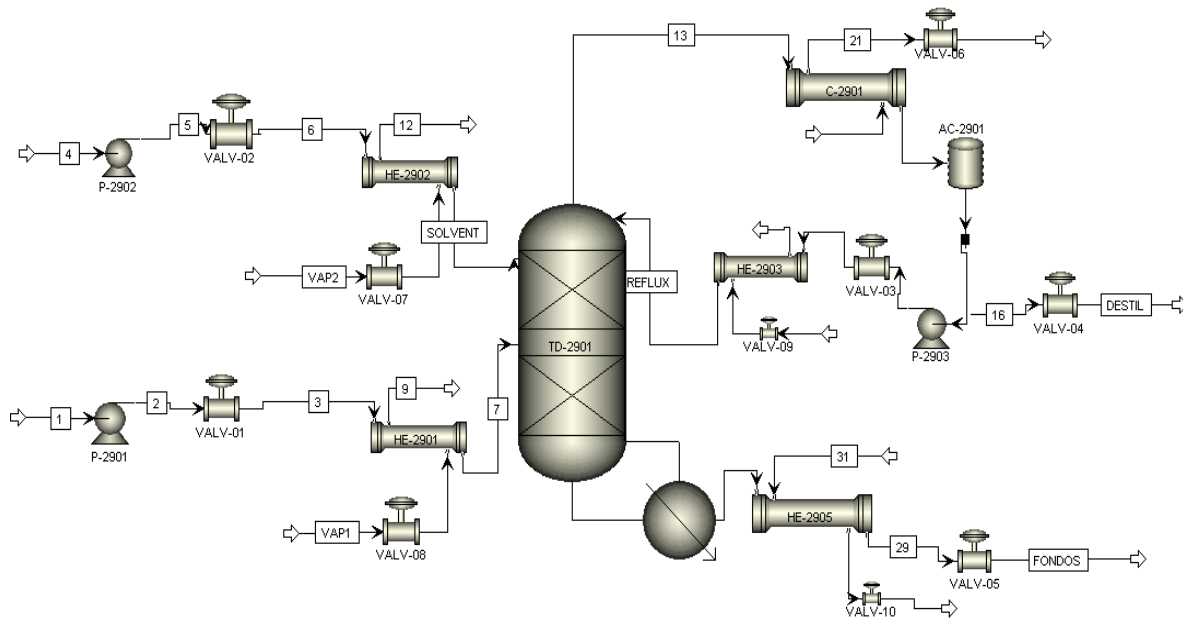


Figura 2.1 Esquema de la simulación en AspenPlus

### 2.2.1 Simulación de la columna con modelo de etapa de equilibrio

La aproximación tradicional para solucionar columnas de destilación utiliza el concepto de etapas teóricas o etapas de equilibrio. Este concepto asume que las fases vapor y líquido dejan la etapa en equilibrio termodinámico, la cual es una visión muy limitada en la práctica. Las ecuaciones que resultan de dicho modelamiento se conocen como ecuaciones MESH.

Una de las principales variables a definir para la solución del modelo de equilibrio es el número de etapas teóricas. El estudio realizado por Uyazán y Gil (Uyazán 2004) a través de simulación permitió establecer que un número de etapas teóricas menores a 17 no conducen a obtener etanol por encima del 99,5% molar. Por lo que se seleccionarán 20 etapas sin incluir el condensador y rehervidor. Haciendo la relación número de etapas / altura de la columna, se encuentra que el solvente se alimenta en la etapa 3 y el etanol azeotrópico en la etapa 14.

Las variables más importantes de operación a definir son la cantidad de solvente a utilizar y la relación de reflujo en la columna. Estas variables son las más influyentes en el grado de separación del etanol y el consumo energético de la operación. En la figura 2.2 y 2.3 se pueden ver la influencia de las anteriores variables sobre la fracción molar de etanol en el destilado y el calor en el rehervidor para un modelo de etapa de equilibrio:

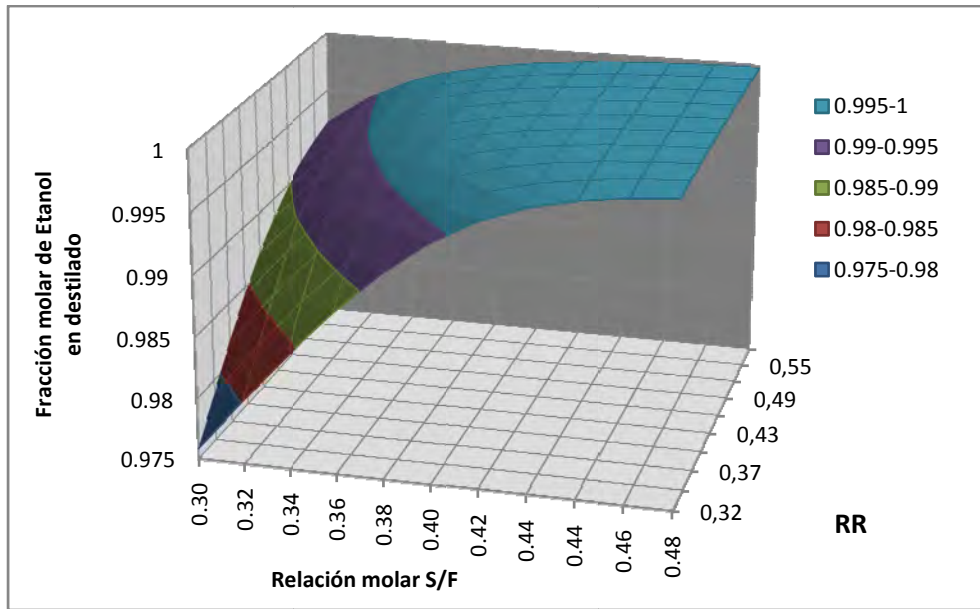


Figura 2.2 Efecto de la relación molar solvente/Alimento (S/F) y la relación de reflujo (RR) sobre la composición de etanol en el destilado

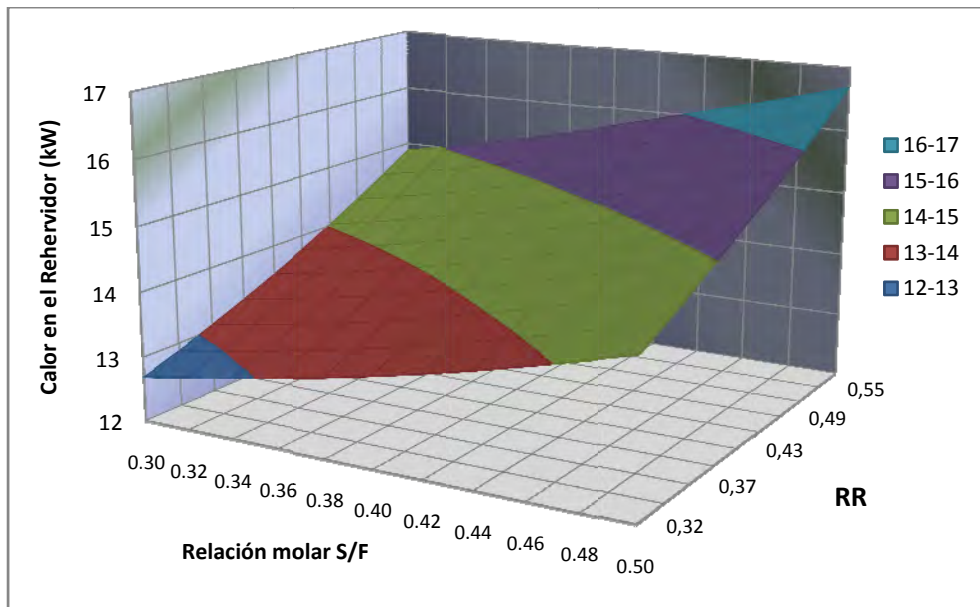


Figura 2.3 Efecto de la relación molar solvente/Alimento y la relación de reflujo sobre el consumo de calor en el Rehervidor

Como se puede ver en la figura 2.2, la relación molar solvente/Alimento o Glicerina/Etanol Azeotrópico influye considerablemente en la composición de etanol en la corriente de destilado hasta un valor aproximado de 0,36. Por ejemplo, un cambio en S/F de 0,32 a 0,34 cambia la composición de etanol del 99,3% al 99,53% para una RR de 0,49. Mientras que por encima de 0,36 la composición de etanol permanece mayor al 99,6% y no se ve afectado prácticamente por la relación de reflujo en la columna.

El caso del consumo de energía es muy diferente, puesto que a mayor relación S/F y RR el consumo se incrementa linealmente. La superficie que resulta es muy cercana a un plano, donde se puede determinar una pendiente para cada variable, que para la relación S/F es de 8,2 y para RR es de 8,7. Esto significa que para un cambio de 0,1 en la relación S/F el consumo de energía

se incrementa en 0,82kW, mientras que un cambio en 0,1 en la relación de reflujo, el consumo de energía se incrementa en 0,87kW. En conclusión se demostró que la relación de reflujo presenta una baja influencia en la composición de etanol en el destilado, mientras que si produce incrementos considerables en el consumo energético de la operación.

Del anterior análisis de sensibilidad se puede determinar unas condiciones apropiadas de operación, que para la relación solvente a alimento azeotrópico es de 0,375 y una relación de reflujo en la columna de 0,42. Al realizar la simulación con estas condiciones de operación se obtiene 38,3 kg/hr de etanol al 99,67%, con un consumo energético en el rehervidor de 14kW, lo que equivale a 1316 kJ por kg de etanol anhidro producido.

Los anteriores resultados comparados con el estudio de Uyazán y Gil (2004) muestran unas pequeñas diferencias: menor relación Glicerina a Etanol azeotrópico, mayor relación de reflujo y un mayor consumo energético. Estas diferencias, aunque no son muy grandes, se deben principalmente a que esta simulación se realizó a una presión en la cima de 75kPa y la recuperación deseada de etanol era del 99,5%, mientras que la simulación realizada por Uyazán et al. se realizó a 101kPa y no se recuperaba etanol superior al 98%. La presión de operación influye considerablemente en la operación, a menor presión la separación es más efectiva puesto que aumenta la volatilidad relativa de la mezcla, por esta razón es que a menor presión se requerirá menor cantidad de solvente para obtener la misma concentración de etanol en el destilado. Por otra parte al requerirse una mayor recuperación de etanol, se requiere una mayor relación de reflujo y por tanto una mayor cantidad de energía.

En la figura 2.4 y 2.5 se pueden ver el perfil de temperatura y de composición respectivamente con las condiciones de operación anteriormente determinadas.

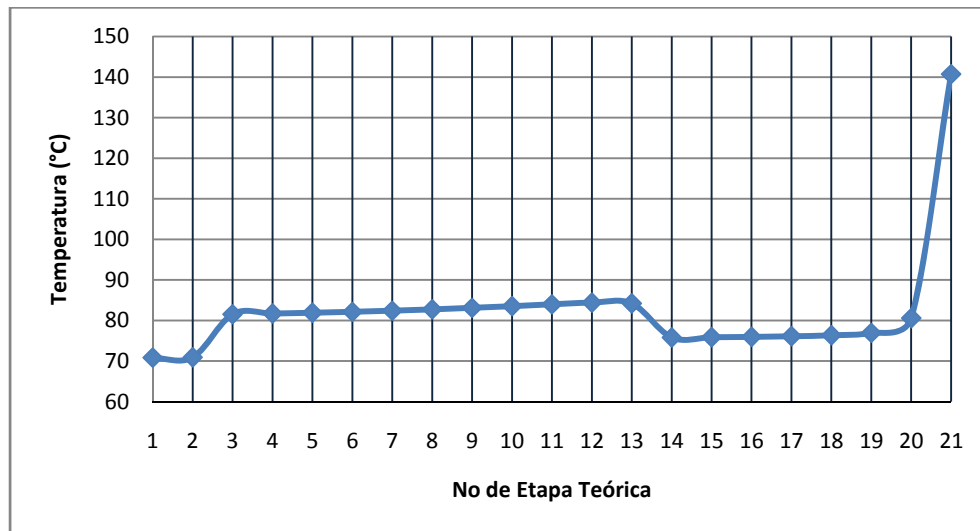


Figura 2.4 Perfil de Temperatura de la columna en el modelo de etapa de equilibrio

El perfil de temperatura para la columna extractiva es aproximadamente constante a lo largo de las dos secciones de la columna. En la zona de enriquecimiento, que comprende desde la etapa 1 hasta la etapa 14 donde se alimenta el etanol azeotrópico, la temperatura es ligeramente mayor que en la zona de despojamiento, etapa 14 hasta la etapa 20. Esto se debe a que en la zona de enriquecimiento hay una mayor concentración molar de la glicerina. En la etapa 21, que corresponde al rehervidor, la temperatura es de 140,7°C, debido a la elevada concentración de glicerina (ver figura 2.5). Para poder conseguir esta temperatura se necesitará de vapor de al menos 60psi.

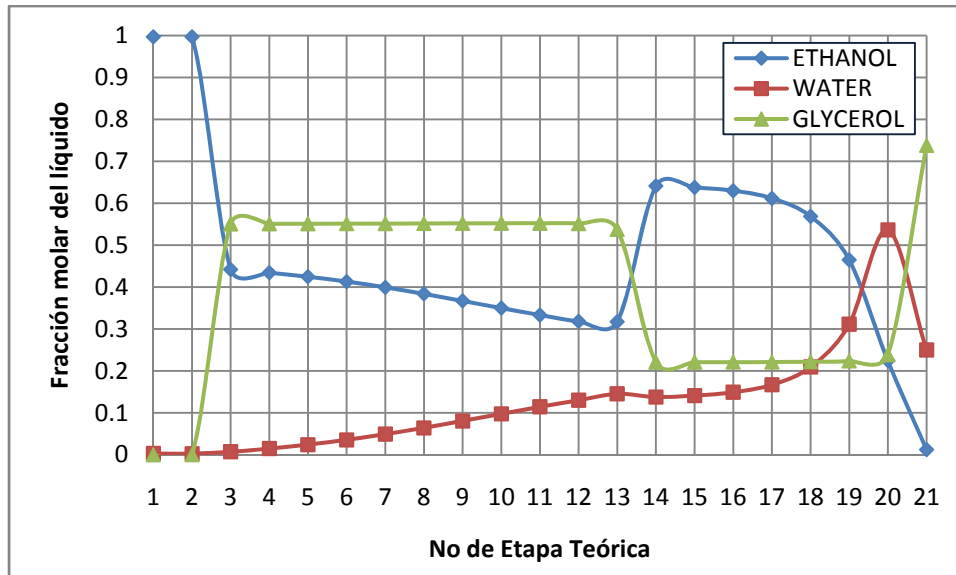


Figura 2.5 Perfil de composición en fase líquida para la columna extractiva en el modelo de etapa de equilibrio

Los perfiles de composición muestran, como era de esperar, que la mayor separación se produce en la zona de enriquecimiento de la columna con dos zonas importantes, el primero en la etapa 3 donde entra el solvente y la concentración de etanol crece abruptamente. La segunda zona se presenta entre la etapa 3 y 14, justo antes de entrar la corriente de etanol azeotrópico, donde la constante concentración de glicerina (55% molar) ejerce el efecto de modificar la volatilidad relativa de la mezcla etanol-agua. En la sección de despojamiento por otra parte, la concentración de glicerina disminuye debido a que la corriente de etanol azeotrópico entra como líquido ligeramente subenfriado. En esta sección la concentración de etanol disminuye drásticamente, mientras el líquido se enriquece de agua.

El anterior análisis da una idea de las condiciones mínimas de operación de la columna, dada por la termodinámica del sistema. Así mismo se confirmó la viabilidad técnica del proceso. Sin embargo, es una simulación que está lejos de la realidad por no considerar los fenómenos de transferencia de calor y masa, y por consiguiente, la configuración geométrica e internos de la columna. Una de las formas para aproximar la solución a las condiciones reales es utilizando el concepto de eficiencia de etapa.

Las eficiencias de plato son usadas para determinar las desviaciones del equilibrio y existen diferentes definiciones, tales como la eficiencia global, eficiencia de vaporización y la eficiencia de Murphree. Estas dos últimas se pueden especificar en la solución de la columna RadFrac de AspenPlus. La eficiencia de vaporización se define como:

$$E_{ij}^V = \frac{y_{ij}}{K_{ij}x_{ij}} \quad (2.2)$$

Sin embargo la expresión más conocida y que se utiliza con mayor frecuencia es la eficiencia de etapa de Murphree, la cual se define como la aproximación fraccionaria de una corriente saliente al equilibrio con la concentración real en la otra corriente saliente (Treybal 1988):

$$E_{ij}^M = \frac{y_{ij} - y_{i,j+1}}{y - y_{i,j+1}} \quad (2.3)$$

En sistemas multicomponentes, la eficiencia de vaporización o de Murphree resultara en una matriz de eficiencias donde se relaciona la eficiencia de cada componente  $i$  en cada etapa  $j$ . En columnas

empacadas por otro lado, se utiliza el concepto de altura equivalente de plato teórico HETP, y al igual que la eficiencia de plato, se estima a partir de experiencia adquirida en el proceso en particular. Taylor recomienda sin embargo, que es mejor trabajar con el mismo valor de eficiencia para todos los componentes y en algunos casos en todas las etapas.

El modelo matricial de eficiencias es rara vez empleado en el diseño o simulación de columnas de destilación (Taylor y Krishna 1993), debido principalmente a lo difícil que es de determinar. Por lo que la mejor opción para simular una columna de destilación es usando un modelo más riguroso, donde se tenga en cuenta los fenómenos de transferencia de masa, calor y momentum. Este modelo se conoce como modelo de etapa de no-equilibrio. El concepto de eficiencia y modelo de equilibrio se retomará más adelante, puesto que en el simulador dinámico AspenDynamics no se puede trabajar con columnas con modelos de no-equilibrio.

### 2.2.2 Simulación de la columna con modelos de no equilibrio

La simulación de columnas de destilación utilizando modelos de no-equilibrio es una aproximación rigurosa y evita el concepto de eficiencia de plato o HETP para columnas empacadas. El modelo matemático consiste de balances de materia, balance de energía, transferencia de masa, transferencia de energía y las ecuaciones que relacionan el equilibrio termodinámico. Una descripción del modelo de la etapa (plato simple o sección de empaque para columnas empacadas) se puede ver en la figura 2.6:

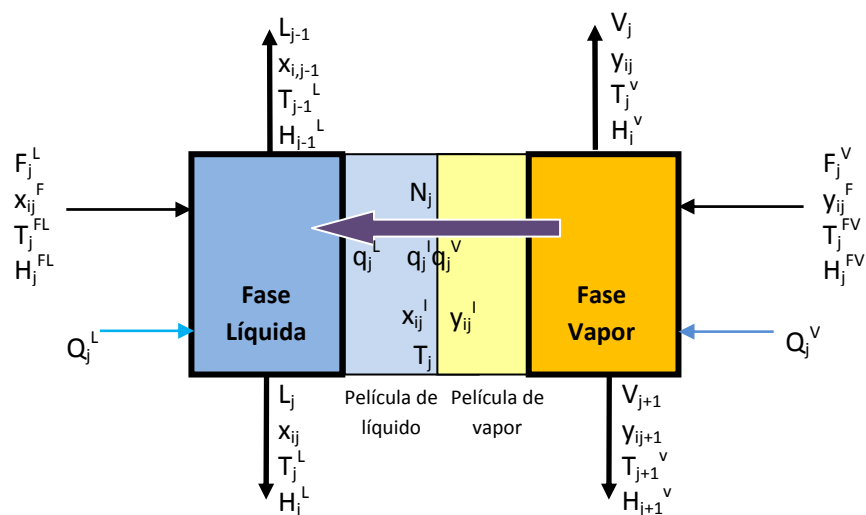


Figura 2.6 Esquema de una etapa de no-equilibrio (Tomado de AspenPlus Help, Rate-Based Distillation)

Este modelo fue desarrollado por Taylor y Krishna y se describe con más detalle en su libro (Taylor y Krishna 1993). Este modelo fue adoptado por AspenPLUS en su columna RatFrac y consiste en un modelo de película donde la resistencia a la transferencia de masa y calor se concentra en una delgada película o capa adyacente a la frontera de cada fase. Este modelo, aunque difícil de comprobar experimentalmente, ha dado resultados muy cercanos a la realidad por lo que tiene gran acogida en el modelamiento de fenómenos convectivos de transferencia de masa y calor. Las ecuaciones relacionadas a la etapa son:

i) Ecuaciones de conservación:

-Balance de materia por componente para la fase líquida y vapor:

$$F_j^L x_{ij}^F + L_{j-1} x_{i,j-1} + N_{ij}^L - L_j x_{ij} = 0 \quad (2.4)$$

$$F_j^V y_{ij}^F + V_{j+1} x_{i,j+1} + N_{ij}^V - V_j x_{ij} = 0 \quad (2.5)$$

$V_j$  y  $L_j$  son los flujos de vapor y líquido totales que dejan la etapa  $j$ .  $N_{ij}^L$  y  $N_{ij}^V$  son los fluxes molares del componente  $i$  en la etapa  $j$  para la fase líquida y vapor respectivamente. Si no hay reacción química presente, estos fluxes son iguales:

$$N_{ij}^L = N_{ij}^I = N_{ij}^V \quad (2.6)$$

-Balance de energía para la fase líquida y vapor:

$$F_j^L H_j^{FL} + L_{j-1} H_{j-1}^L + Q_j^L + q_j^L - L_j H_j^L = 0 \quad (2.7)$$

$$F_j^V H_j^{FV} + V_{j+1} H_{j+1}^V + Q_j^V - q_j^V - V_j H_j^V = 0 \quad (2.8)$$

Donde  $Q_j^V$  es el calor externo transferido en la etapa  $j$ . El balance de energía en la interface es:

$$q_j^L = q_j^I = q_j^V \quad (2.9)$$

## ii) Ecuaciones de transferencia

-Los fluxes molares para cada fase están dados por las ecuaciones 2.10. Estos fluxes de transferencia de masa se dan por contribuciones difusivas y convectivas:

$$N_i^L = J_i^L + N_t^L x_i^L N_i^V = J_i^V + N_t^V x_i^V \quad (2.10)$$

Los fluxes de difusión están dados por las ecuaciones 2.11:

$$J_i^L = [\mathbf{k}^L](x_i^I - x_i^L) J_i^V = [\mathbf{k}^V](y_i^V - y_i^I) \quad (2.11)$$

Las matrices de coeficientes de transferencia de masa  $[\mathbf{k}^L]$  y  $[\mathbf{k}^V]$  para sistemas multicomponentes no ideales se determinan a partir de la matriz de factores termodinámicos y la inversa de la matriz de coeficientes binarios de transferencia de masa:

$$[\mathbf{k}] = [\mathbf{R}]^{-1}[\mathbf{\Gamma}] \quad (2.12)$$

La matriz  $\mathbf{\Gamma}^L$  es la matriz de factores termodinámicos y representa una corrección de no-idealidad del sistema en el cálculo de los coeficientes de transferencia de masa. Esta matriz se determina con la ecuación 2.13 y 2.14 para el líquido y vapor respectivamente:

$$\mathbf{\Gamma}_{i,k,j}^L = \delta_{i,k} + x_{ij} \left| \frac{\partial \ln \phi_{ij}^L}{\partial x_{kj}} \right|_{T_j^L, P, \Sigma} \quad (2.13)$$

$$\mathbf{\Gamma}_{i,k,j}^V = \delta_{i,k} + y_{ij} \left| \frac{\partial \ln \phi_{ij}^V}{\partial y_{kj}} \right|_{T_j^V, P, \Sigma} \quad (2.14)$$

El símbolo  $\Sigma$  es usado para indicar que la diferenciación de  $\ln \phi_{ij}^L$  con respecto a la fracción molar  $x_{ij}$  se realiza manteniendo constante la fracción molar de las demás especies excepto la  $n$ -ésima. La matriz de coeficientes binarios de transferencias de masa está dada por las ecuaciones 2.15 y 2.16:

$$\mathbf{R}_{i,i,j}^L = \frac{x_{ij}}{\bar{\rho}_j^L a_j^L k_{i,n,j}^L} + \sum_{\substack{m=1 \\ m \neq j}}^n \frac{x_{mj}}{\bar{\rho}_j^L a_j^L k_{i,m,j}^L} \quad \text{para } i = 1, \dots, n-1 \quad (2.15)$$

$$\mathbf{R}_{i,k,j}^L = -x_{ij} \left( \frac{1}{\bar{\rho}_j^L a_j^L k_{i,k,j}^L} - \frac{1}{\bar{\rho}_j^L a_j^L k_{i,n,j}^L} \right) \quad \text{para } i = 1, \dots, n-1, i \neq k \quad (2.16)$$

Para la fase vapor las expresiones son similares:

$$\mathbf{R}_{i,i,j}^V = \frac{y_{ij}}{\bar{\rho}_j^V a_j^I k_{i,n,j}^V} + \sum_{\substack{m=1 \\ m \neq j}}^n \frac{y_{mj}}{\bar{\rho}_j^V a_j^I k_{i,m,j}^V} \text{ para } i = 1, \dots, n-1 \quad (2.17)$$

$$\mathbf{R}_{i,k,j}^V = -y_{ij} \left( \frac{1}{\bar{\rho}_j^V a_j^I k_{i,k,j}^V} - \frac{1}{\bar{\rho}_j^V a_j^I k_{i,n,j}^V} \right) \text{ para } i = 1, \dots, n-1, i \neq k \quad (2.18)$$

Donde  $\bar{\rho}$  es la densidad molar en  $\text{kmol/m}^3$ . Como se puede ver en las ecuaciones 2.15 a 2.18, se requieren del área interfacial y de los coeficientes binarios de transferencia de masa. Las correlaciones para determinar los anteriores parámetros requieren de los internos de la columna y se presentaran en la sección 2.2.2.2. Reemplazando las ecuaciones 2.12 y 2.11 en las ecuaciones 2.10 y reacomodando términos:

$$\mathbf{\Gamma}_j^L (x_j^I - x_j) - \mathbf{R}_j^L (N_j^L - N_t^L x_j) = 0 \quad (2.19)$$

$$\mathbf{\Gamma}_j^V (y_j^I - y_j) - \mathbf{R}_j^V (N_j^V - N_t^V y_j) = 0 \quad (2.20)$$

Las anteriores dos expresiones son las que utiliza AspenPlus para el cálculo de los fluxes de transferencia de masa para las dos fases.

-Los fluxes de calor para la fase líquida y vapor están dados por las ecuaciones 2.21 y 2.22:

$$q_j^L = a_j^I h_j^L (T_j^I - T_j^L) + \sum_{i=1}^n N_{ij}^L \bar{H}_{ij}^L \quad (2.21)$$

$$q_j^V = a_j^I h_j^V (T_j^I - T_j^V) + \sum_{i=1}^n N_{ij}^V \bar{H}_{ij}^V \quad (2.22)$$

Donde  $h_j$  es el coeficiente de transferencia de calor,  $\bar{H}_{ij}$  es la entalpía molar parcial y  $T_j^I$  la temperatura en la interface.

### iii) Ecuaciones de equilibrio en la interface

El equilibrio solo ocurre en la interface con las fracciones molares en ambas fases relacionadas por la ecuación 2.23:

$$y_{ij}^I - K_{ij} x_{ij}^I = 0 \quad (2.23)$$

Las fracciones molare en la interface y en cada fase deben cumplir además las siguientes ecuaciones:

$$\sum_{i=1}^n y_{ij}^I - 1 = 0 \quad (2.24)$$

$$\sum_{i=1}^n x_{ij}^I - 1 = 0 \quad (2.25)$$

$$\sum_{i=1}^n y_{ij} - 1 = 0 \quad (2.26)$$

$$\sum_{i=1}^n x_{ij} - 1 = 0 \quad (2.27)$$

#### 2.2.2.1 Simulación de la columna en AspenPlus con la herramienta Rate-Based

Para simular una columna de destilación en AspenPlus con modelos de etapa de no-equilibrio se utiliza la misma columna RadFrac pero se configura para que el tipo de cálculo no sea de equilibrio sino Rate-Based. Para solucionar el modelo es necesario seleccionar la configuración geométrica



de la columna así como los internos. Para columnas de platos (tray rating) se requiere del diámetro de la columna, tipo de plato y distancia entre platos. Para columnas empacadas (pack rating) se requiere del diámetro de la columna, tipo de empaque, tamaño del empaque y altura del lecho empacado.

Como se había mencionado anteriormente, la columna de destilación extractiva es una columna empacada cuyas especificaciones se presentan en la Tabla 2.2

**Tabla 2.2 Especificaciones de la columna de destilación extractiva**

Número de secciones	6
Internos de la columna	Anillos Nutter Ring #0.7
Altura total del empaque (m)	8,5
Altura de empaque sobre alimentación de solvente (m)	1
Altura de empaque sobre alimentación de etanol azeotrópico (m)	5,5
Diámetro de la columna (in)	5
Fracción vacía	0,977
Tamaño del empaque (m)	0,0229
Material del empaque	Acero Inoxidable 316L

Un modelo riguroso de una columna empacada resulta en ecuaciones diferenciales puesto que las variables y propiedades cambian de manera continua con la altura del empaque. Debido a lo complejidad del modelo que resulta para un sistema multicomponente, AspenPlus no utiliza un modelo diferencial sino que divide la columna empacada en segmentos, de esta forma se estarían resolviendo las ecuaciones del modelo por diferencias finitas.

Al incrementar el número de segmentos, la altura de empaque por segmento disminuye y la precisión en los resultados aumenta. Esto se debe a que la altura del segmento representa el tamaño del paso en la solución de las ecuaciones de diferencias finitas. Sin embargo, un mayor número de segmentos resulta en una mayor carga computacional, lo que puede llevar a problemas de convergencia del modelo. Por lo tanto, se debe seleccionar un número de segmentos que de una precisión satisfactoria sin causar problemas de convergencia. Una de las formas de determinar un número apropiado de segmentos es comenzar con un número dado de segmentos e irlos aumentando hasta que no se vea un cambio considerable en los resultados. Esto involucraría correr varias veces la simulación lo que gastaría mucho tiempo. Una forma más práctica para encontrar el número de segmentos (y recomendada por AspenTech) es haciendo que la altura de empaque de cada segmento sea menor a la HETP, Por lo que se necesitaría un estimado inicial de la HETP.

Una simulación inicial de la columna de destilación extractiva indicó que la HETP se encontraba entre 0,2 y 0,4m, y puesto que la columna tiene 8,5m de altura, un número adecuado de segmentos puede ser mayor a 42. Considerando un factor de tolerancia para dar mayor precisión, se seleccionará finalmente 48 segmentos para la columna. Relacionando las alturas con la tabla 2.2, el solvente se estaría alimentando en el segmento 7 y el etanol azeotrópico en el segmento 32.

Otros de las especificaciones a definir al realizar una simulación de una columna de destilación con modelo de etapa de no-equilibrio es el modelo de flujo, tipo de película y corrección de no-idealidad de la película. Estos parámetros se describen a continuación:

- i) Modelo de flujo. Aspen Rate-Based Distillation permite especificar entre cuatro modelos para determinar las propiedades "bulk" usadas para determinar los fluxes de masa y energía, los modelos son:
  - Mezcla: Así como en el modelo de etapas de equilibrio, las propiedades *bulk* para cada fase se determinan a partir de las condiciones de salida de la etapa. Este modelo de flujo es el recomendado para columnas de platos.

- Contracorriente: En el modelo de flujo contracorriente, las propiedades *bulk* para cada fase son determinadas como un promedio de las condiciones de entrada y salida. Este método arroja resultados más precisos para columnas empacadas aunque la carga computacional es mucho mayor. Este será el modelo de flujo que se usará para la simulación de la columna de destilación extractiva.
  - VPlug: Las condiciones de salida son usadas para la fase líquida y las condiciones promedio para la fase vapor.
  - VPlugP: Es similar al anterior modelo solo que se utiliza la presión promedio.
- ii) Tipo de película y corrección de no idealidad. Aspen Rate-Based permite especificar el tipo de película dependiendo de si hay reacción química o no. En caso de no haber reacción química, como en este caso, el tipo de película adecuado a especificar es "Film" para las dos fases. En cuanto a la corrección de no idealidad de la película consiste en permitir si se usa o no la matriz de factores termodinámicos  $F$  dada por la ecuación 2.13 para la fase líquida y 2.14 para la fase vapor. En caso de no seleccionar la corrección, en la ecuación 2.12 será la matriz identidad la que multiplique la matriz de coeficientes de transferencia de masa.

### 2.2.2.2 Correlaciones para calcularlos coeficientes de transferencia

Aspen RateBased Distillation usa correlaciones bien conocidas y aceptadas para el cálculo de los coeficientes binarios de transferencia de masa para las fases vapor y líquido, áreas interfaciales y coeficientes de transferencia de calor. Estas correlaciones utilizan grupos adimensionales y han sido ajustados a datos experimentales. Algunas de las correlaciones para determinar los coeficientes de transferencia de masa binarios para diferentes tipos de internos de columna se referencian en la tabla 2.3:

**Tabla 2.3 - Correlaciones para cálculos de coeficientes binarios de transferencia de masa (Aspen Help Rate-Based Distillation)**

Platos de capucha	Platos perforados	Platos de válvula	Empaque aleatorio	Empaque estructurado
Gerster et al.	Gerster et al.	Gerster et al.	Onda	Bravo et al. (1985)
Hughmark	Chan and Fair	Scheffe and Weiland	Bravo and Fair	Bravo et al. (1992)
	Zuiderweg		Shultes	Billet and Shultes

Puesto que la columna de destilación a simular es una columna empacada con empaque aleatorio, se describirán únicamente las correlaciones correspondientes a este tipo de interno. Para determinar los coeficientes binarios de transferencia de masa en una columna empacada con empaque aleatorio existen tres correlaciones utilizadas por el simulador de acuerdo a la tabla 2.3. La primera fue desarrollada por Onda en 1968 y más adelante Bravo & Fair en 1982 realizaron cierta modificación.

i) Correlación de Onda (1968)

$$k_{i,k}^L = 0,0051(Re_L')^{0,667} Sc_{L,i,k}^{-0,5} (a_p d)^{0,4} \left( \frac{\mu^L g}{\rho_t^L} \right)^{0,333} \quad (2.28)$$

$$k_{i,k}^V = A(Re_V)^{0,7} Sc_{L,i,k}^{-0,5} a_p D_{i,k}^V (a_p d)^{-2} \quad (2.29)$$

Donde,

$d$ , es el tamaño nominal del empaque (m),  
 $a_p$ , es el área superficial específica del empaque (m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>)

$D_{i,k}^V, D_{i,k}^L$ , Difusividad del vapor y del líquido ( $m^2/s$ )

La constante A vale 2,0 para tamaño de empaque (dp) menor a 0,015m y 5,23 para  $dp > 0,015$

El número de Reynolds relaciona las fuerzas de inercia y las viscosas, mientras el número de Schmidt relaciona las difusividades de momento y de masa. Estos números adimensionales se determinan a partir de las siguientes expresiones:

$$Re_V = \frac{\rho_t^V u_s^V}{\mu^V a_p} \quad Sc = \frac{\mu^V}{\rho_t^V D_{i,k}^V} \quad Re_L' = \frac{\rho_t^L u_s^L}{\mu^L a_W} \quad Sc = \frac{\mu^L}{\rho_t^L D_{i,k}^L} \quad (2.30)$$

El cálculo del coeficiente de transferencia de masa de la fase líquida (Ec 2.28) utiliza el número de Reynolds modificado, el cual se determina con el área superficial húmeda por unidad de volumen de la columna  $a_W$  ( $m^2/m^3$ ). Este parámetro se obtiene con la tercer parte de la correlación de onda:

$$a_W = a_p \left[ 1 - \exp \left( -1,45 \left( \frac{\sigma_c}{\sigma} \right) Re_L'^{0,1} Fr_L^{-0,05} We_L^{0,2} \right) \right] \quad (2.31)$$

Donde  $\sigma$  es la tensión superficial del líquido (N/m) y  $\sigma_c$  la tensión superficial crítica del empaque (N/m). Valores de  $\sigma_c$  son tabulados por Onda para empaques de diferentes materiales, que para empaques de acero, la tensión crítica tiene un valor de 75 dyn/cm (AspenSupport).

El número de Froude (Fr) relaciona las fuerzas de inercia a las de la gravedad y el número de Weber (We) relaciona las fuerzas de inercia a las de tensión superficial.

$$Re_L = \frac{\rho_t^L u_s^L}{\mu^L a_p} \quad Fr_L = \frac{a_p (u_s^L)^2}{g} \quad We_L = \frac{\rho_t^L u_s^L}{a_p \sigma} \quad (2.32)$$

Finalmente el área total interfacial para la transferencia de masa es:

$$a^I = a_W A_t H \quad (2.33)$$

Dónde:

$A_t$ , Área de la columna ( $m^2$ )

H, Altura de lecho empacado (m)

## ii) Correlación de Bravo & Fair

La correlación de Bravo & Fair fue planteada en 1982 y usa las mismas expresiones para el cálculo de los coeficientes de transferencia de masa que en la correlación de Onda, la gran diferencia radica en el cálculo del número de Reynolds modificado, donde se utiliza el área superficial efectiva en vez del área superficial húmeda:

$$a_e = 19,78 a_p (Ca_L Re)^{0,392} \frac{\sigma^{0,5}}{H^{0,4}} a^I = a_e A_t H \quad (2.34)$$

Donde Ca es el número de capilaridad, el cual representa el efecto relativo entre las fuerzas viscosas y la tensión superficial que actúa a través de la interface gas-líquido. El número de capilaridad está dado por:

$$Ca_L = \frac{u_L^2 \mu_L}{\sigma} \quad (2.35)$$

Los coeficientes de transferencia de masa determinados a partir de la correlación de Bravo & Fair dan muchas de las veces muy diferentes si se determinan por la correlación de Onda, esto debido a la gran diferencia en la determinación del área interfacial.

iii) Correlación para el cálculo del coeficiente de transferencia de calor

El coeficiente de transferencia de calor se determina a partir de la analogía de Chilton & Colburn, la cual establece que:

$$St_H Pr^{2/3} = St_m Sc^{2/3} \quad (2.36)$$

El número de Stanton relaciona otros números adimensionales. Las expresiones se muestran en las ecuaciones 2.37 para el número de calor y masa:

$$St_H = \frac{Nu}{RePr} = \frac{h}{\rho c p \bar{u}} St_m = \frac{Sh}{ReSc} = \frac{k}{\bar{u}} \quad (2.37)$$

El número de Prandtl relaciona las difusividades de momento y térmica. Al reemplazar las ecuaciones 2.37 y el número de Pr en la ecuación 2.36 y despejando se obtienen las expresiones para determinar los coeficientes de transferencia de calor para cada fase:

$$h^L = \bar{k}^L \bar{\rho}^L c p^L \left( \frac{\lambda^L}{\bar{k}^L \bar{\rho}^L \bar{D}^L} \right)^{2/3} \quad (2.38)$$

$$h^V = \bar{k}^V \rho^V c p^V \left( \frac{\lambda^V}{\bar{k}^V \bar{\rho}^V c p^V} \right)^{2/3} \quad (2.39)$$

### 2.2.2.3 Determinación de las condiciones de operación de la columna

Una vez configurada la columna en PackRating (para columnas empacadas) y definiendo las correlaciones y demás especificaciones para la solución del modelo se puede simular la columna. El punto ahora es determinar las condiciones de operación que permitan obtener etanol mayor al 99,5% molar, con una recuperación del 99,5% molar y sin llevar a exagerados consumos energéticos en el rehervidor.

El primer análisis de sensibilidad se realizará de igual forma que con el modelo de etapa de equilibrio. Nuevamente se analizará el efecto de la relación molar solvente/alimento y la relación de reflujo sobre la composición de etanol en el destilado y el consumo energético en el Rehervidor, ver figura 2.7 y 2.8 respectivamente.

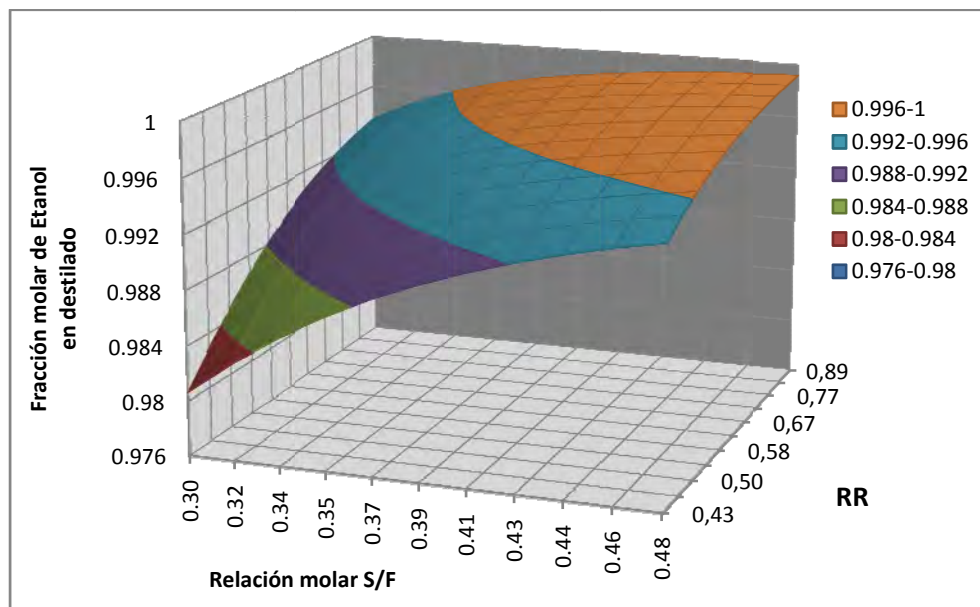


Figura 2.7 Efecto de la relación molar solvente/Alimento y la relación de reflujo sobre la composición de etanol en el destilado con modelo de no-equilibrio

En este análisis de sensibilidad se observa de nuevo un efecto importante de la relación Glicerina a Etanol azeotrópico sobre la composición de etanol en el destilado. Solo que esta vez se llega a una región constante para S/F mayor a 0,46. La relación de reflujo presenta ahora un efecto que debe considerarse sobre la fracción de etanol en el destilado, caso que no se veía muy marcado con el modelo de etapa de equilibrio, ver figura 2.2. De todas formas, se puede ver que la relación S/F tiene un efecto mayor que la relación RR sobre la composición de etanol en el destilado.

Comparando la figura 2.2 con la figura anterior se puede ver una gran diferencia en el efecto que tiene la relación de reflujo sobre la composición de etanol en el destilado. En la primera el efecto era muy pequeño y se podía decir que con una relación RR de 0,4 era suficiente. En la simulación con modelo de etapa de no-equilibrio el efecto de RR es mayor y para obtener etanol mayor al 99,5% se requiere de por lo menos una relación de reflujo de 0,5.

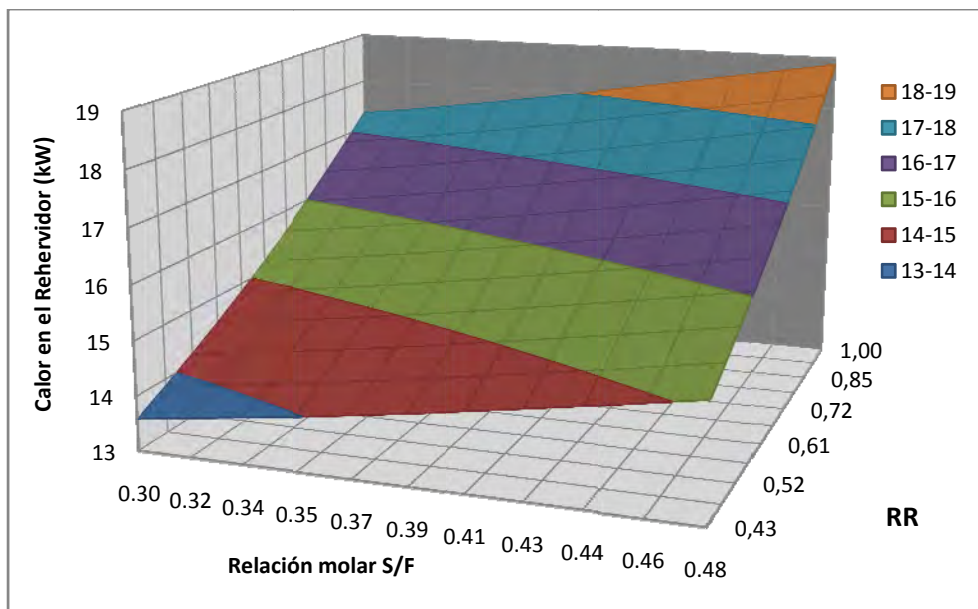


Figura 2.8 Efecto de la relación Solvente/Alimento (S/F) y la relación de reflujo (RR) sobre el flujo de calor en el Rehervidor

En cuanto al efecto sobre el calor en el rehervidor, de nuevo se observa una superficie muy cercana a un plano, solo que esta vez las pendientes se alejan de los valores de equilibrio, ver figura 2.3. Con el modelo de no-equilibrio la pendiente para la relación S/F es de 6,85 y para RR es de 9,09. Lo anterior implica que al aumentar en 0,1 la relación S/F, el consumo de energía se incrementa en 685W, mientras que un aumento de 0,1 en la relación RR, el consumo se incrementa en 909W. En conclusión, la relación de reflujo toma un papel muy importante en el efecto que tiene sobre la composición de etanol en el destilado y mucho mayor en el consumo energético de la columna.

Del análisis de sensibilidad anterior se selecciona una relación S/F de 0,43 y una relación de reflujo de 0,6, valores más grandes que las condiciones de la columna si las etapas se consideraran de equilibrio. Estas diferencias indican que la columna requiere mayor altura si se quiere llegar a condiciones de equilibrio en los segmentos. Con la altura actual, las condiciones anteriores de S/F y RR, y alimentando las corrientes a 70°C, se obtiene etanol al 99,68% con un consumo energético en el rehervidor de 16,09kW.

En un segundo análisis de sensibilidad se observa el efecto de la temperatura de alimentación de la glicerina y del etanol azeotrópico a la columna extractiva, los resultados se muestran en las figura 2.9 y 2.10. Este segundo análisis de sensibilidad se realizó con las condiciones de operación para la relación S/F y RR dados por el primer análisis.

Observando detalladamente las figuras 2.9 y 2.10 se puede ver que las superficies de respuesta son de nuevo planos, donde la fracción de etanol en el destilado y el consumo energético en el rehervidor disminuyen linealmente con el aumento de la temperatura en las corrientes de entrada a la columna. La composición de etanol disminuye en  $4,45 \cdot 10^{-3}\%$  al aumentar en un grado la temperatura de glicerina, y disminuye en  $1,04 \cdot 10^{-3}\%$  al aumentar un grado la temperatura del etanol de entrada, por lo que la temperatura de la glicerina tiene un efecto mayor que la temperatura del etanol azeotrópico sobre la composición de etanol en el destilado. Sin embargo, este efecto es muy pequeño.

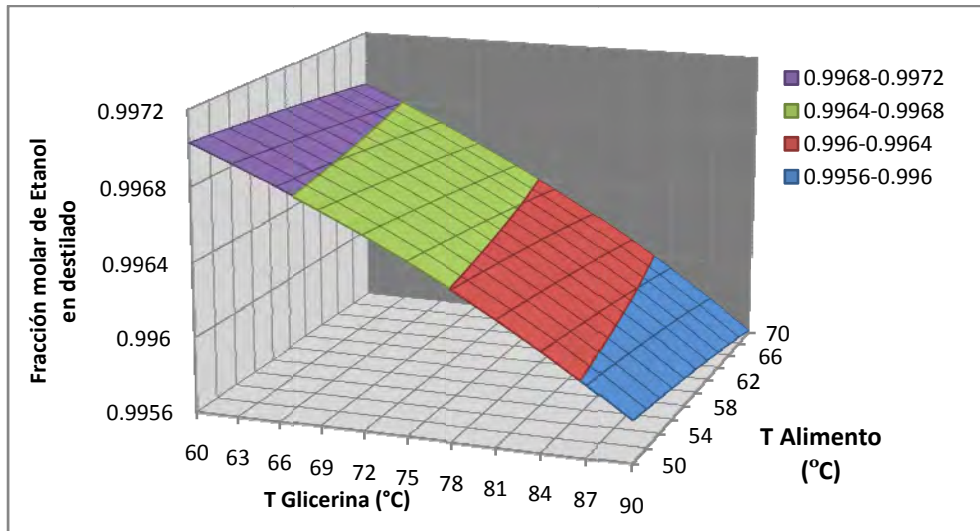


Figura 2.9 Efecto de la temperatura de alimentación de la glicerina y del etanol azeotrópico sobre la composición de etanol en el destilado

De la figura 2.10 se obtiene que el calor en el rehervidor disminuye en 24W al aumentar en un grado la temperatura de entrada de la glicerina, y en 36W al aumentar en un grado la temperatura de entrada del etanol azeotrópico. En este caso, contrario al anterior, el efecto de la temperatura de entrada del etanol es mayor que el efecto que tiene la temperatura de la glicerina. Comparando con la figura 2.9, también se puede concluir que las temperaturas de alimentación afectan en mayor medida el consumo energético en el rehervidor que la composición de etanol en el destilado.

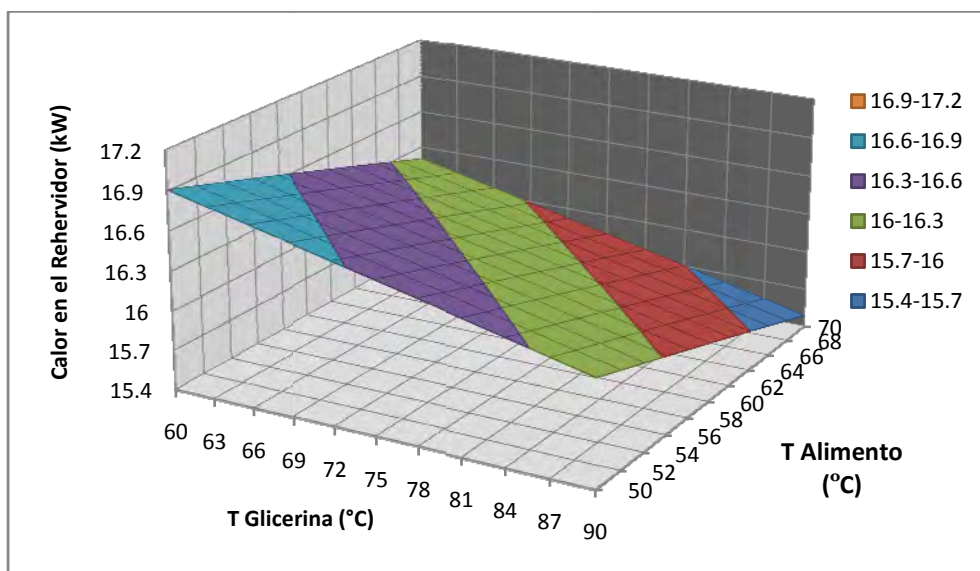


Figura 2.10 Efecto de la temperatura de alimentación de la glicerina y del etanol azeotrópico sobre el calor en el rehervidor

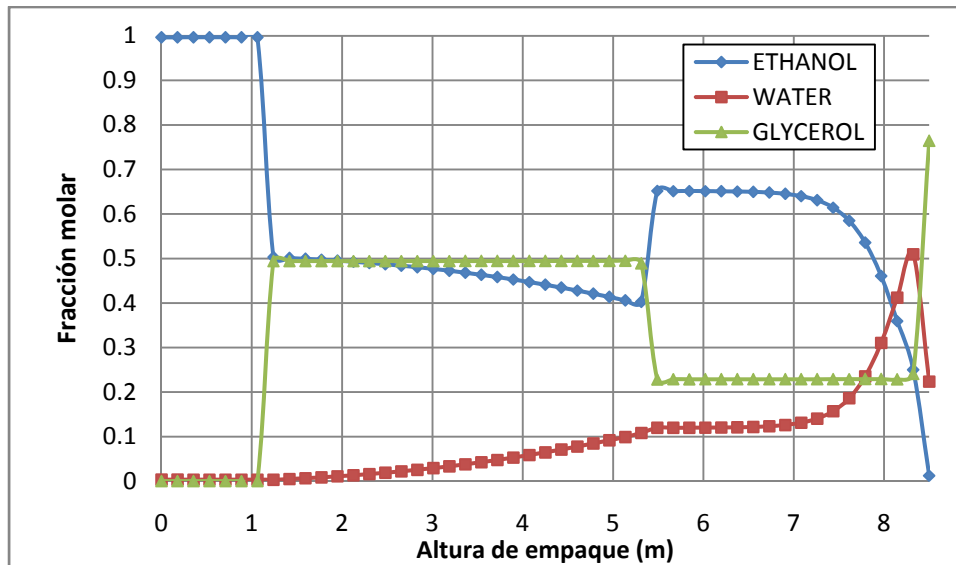


Cabe mencionar que al aumentar las temperaturas de entrada de las corrientes también se está incrementando el consumo energético en los intercambiadores. Solo que el calor que se transfiere es calor sensible, el cual es mucho menor al que se transfiere en el rehevador. Teniendo en cuenta todo lo anterior, unas condiciones adecuadas de temperatura de alimentación son de 80°C para la glicerina y de 70°C para el etanol azeotrópico. Con las condiciones de operación anteriores, se obtiene etanol al 99,6% y un consumo en el rehevador de 15,7kW. Los resultados de los análisis de sensibilidad para las condiciones de operación de la columna de destilación extractiva se resumen en la tabla 2.4.

**Tabla 2.4 – Condiciones de operación y resultados de la destilación extractiva**

Relación molar Glicerina/Etanol	0,42
Azeotrópico	
Flujo de glicerina	30L/hr
Relación de Reflujo	0,6
Temperatura de alimentación de la Glicerina	80°C
Temperatura de alimentación del etanol azeotrópico	70°C
Consumo energético en condensador	15,3kW
Consumo energético en el rehevador	15,7kW
Consumo energético en el rehevador por kg de etanol	1489kJ/kg
Presión de operación	75kPa
<b>Fracciones molares en el destilado</b>	
Etanol	0,9960
Agua	0,0040
Glicerina	90PPB

Con las condiciones anteriores se obtienen los siguientes perfiles de composición, flujo y temperatura en la columna de destilación extractiva:



**Figura 2.11 Perfil de composición de la columna en el modelo de no-equilibrio**

En la figura 2.11 se muestra el perfil de flujo molar del líquido en la columna extractiva, allí se observan claramente los puntos de alimentación de la glicerina a 1m y de etanol azeotrópico a los 5,5m desde la cima de la columna. El perfil de la glicerina es constante en las diferentes zonas debido a su no-volatilidad. En la zona de enriquecimiento se puede ver que la composición de

glicerina es mayor que la de los otros dos componentes, esto es lo que permite que la glicerina modifique la volatilidad relativa del etanol-agua, haciendo que el líquido se enriquezca de etanol hasta que finalmente llegue a ser mayor al 99,5% en la cima de la columna.

En la zona de despojamiento la composición de etanol se incrementa debido a la alimentación de etanol azeotrópico. Esta concentración va disminuyendo a medida que se acerca al fondo de la columna, mientras que la concentración de agua aumenta. En esta zona se favorece el despojamiento de etanol y el enriquecimiento de agua en el fondo de la columna.

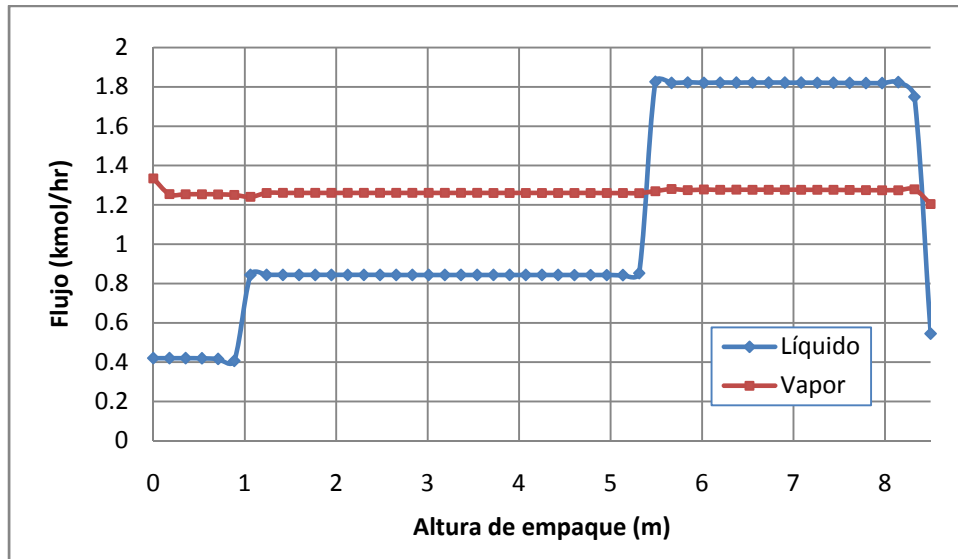


Figura 2.12 Perfil de flujo molar en la columna

En cuanto a los perfiles de flujo molar dado por la figura 2.12 se puede observar un flujo constante de vapor y líquido, este último afectado únicamente por los puntos de alimentación de líquido en la columna. Estos perfiles planos de flujo molar indican una velocidad neta de transferencia de masa muy cercana a cero, como se puede ver en la figura 2.13.

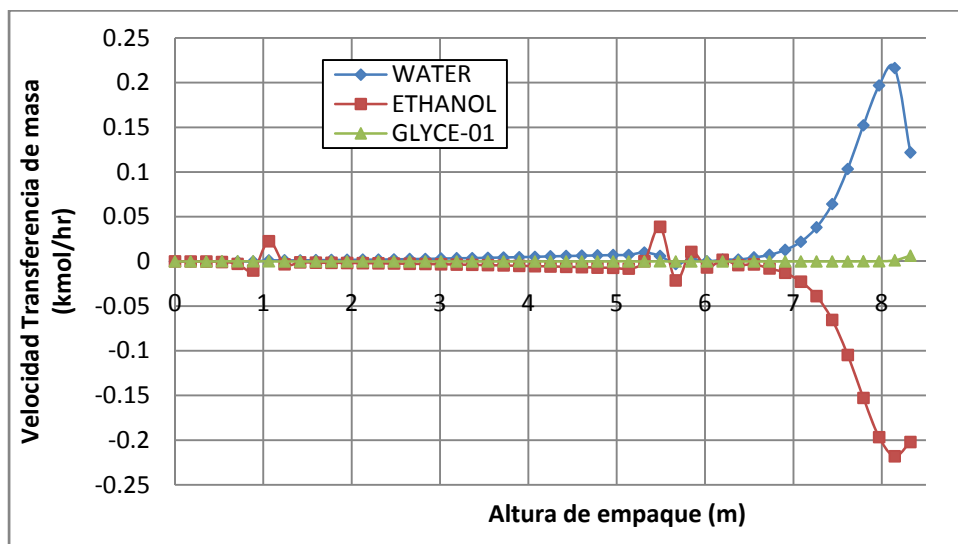


Figura 2.13 Velocidad de transferencia de masa por componente en la columna de destilación extractiva

En la anterior figura se muestra la velocidad de transferencia de masa de cada componente. Para la glicerina es prácticamente cero debido a la no-volatilidad de este componente. Mientras que la



velocidad de transferencia de masa para el agua es positiva debido a que se transfiere desde la fase vapor a líquido y para el etanol es negativo puesto que se transfiere del líquido al vapor. La velocidad de transferencia de estos dos componentes es de igual magnitud pero en sentido contrario, por lo que la velocidad neta de transferencia de masa es aproximadamente cero, lo que explica el perfil plano dado en la figura 2.12. De la figura 2.13 también se puede observar que la transferencia de masa en la zona de despojamiento es mucho mayor que en la zona de enriquecimiento. Esto explica el perfil de composición de etanol y del agua dado por la figura 2.11. Esta última característica servirá más adelante para la selección de la estrategia de control, puesto que como en la zona de despojamiento se presentan una mayor transferencia de masa, es una zona que se debe controlar si se quiere mantener el mismo perfil de composición en la columna.

La figura 2.14 muestra que el perfil de temperatura de la columna de destilación extractiva es prácticamente constante en las secciones de enriquecimiento y despojamiento. La temperatura en la cima corresponde a la temperatura de ebullición del etanol anhidro a 75kPa, luego aumenta en la zona de enriquecimiento hasta 80°C debido a la mayor concentración de glicerina en esta zona. En la zona de despojamiento, posterior al punto de alimentación de etanol azeotrópico, la temperatura decae un poco hasta 75°C y finalmente se eleva hasta 145°C por la recolección de glicerina y agua en el tanque rehervidor.

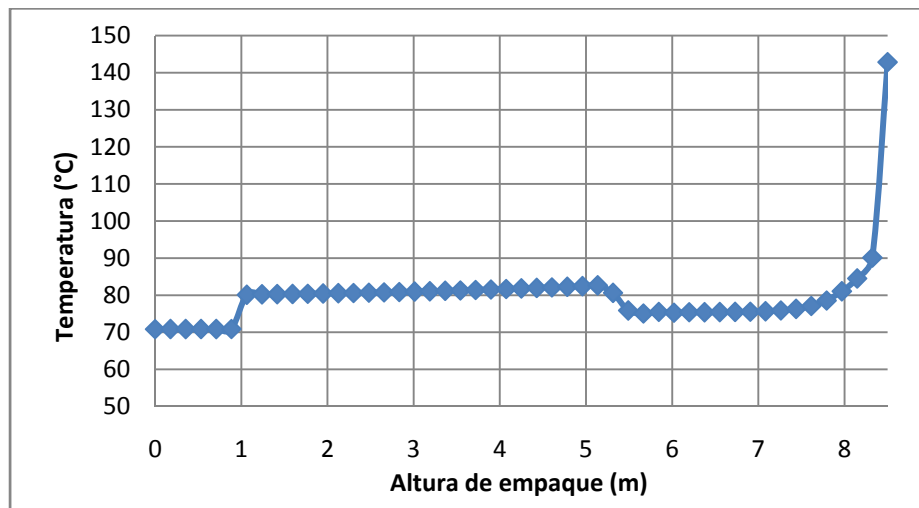


Figura 2.14 Perfil de Temperatura de la columna en el modelo de no-equilibrio

Con una temperatura de 145°C en el fondo de la columna, no se produce descomposición de la glicerina, y si se cuenta con vapor de 70 a 80 psia, no será necesario trabajar a una presión de vacío en la columna de destilación extractiva.

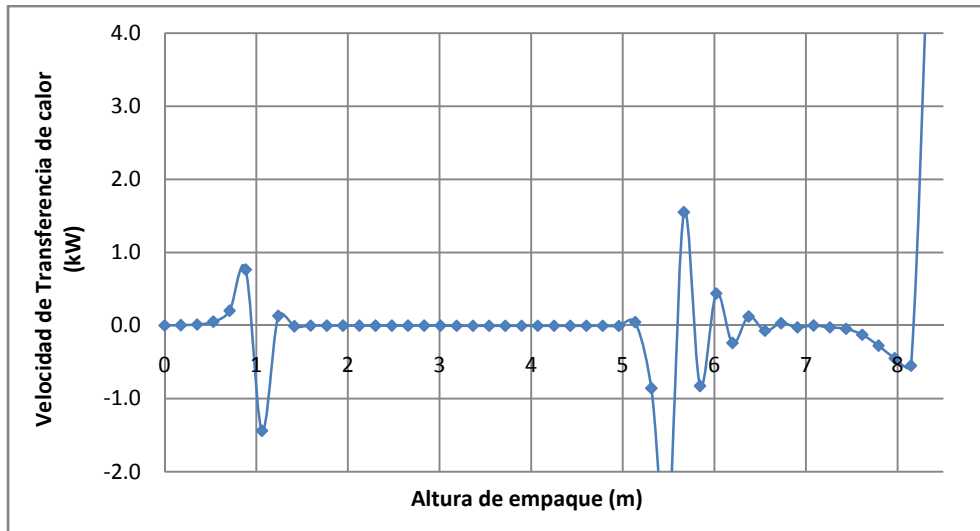


Figura 2.15 Velocidad de transferencia de calor en la columna de destilación extractiva

De la figura 2.15 se puede ver la velocidad neta de transferencia de calor. Esta velocidad es muy cercana a cero debido a lo muy cercanas que son la temperatura del vapor y líquido. Únicamente se presenta transferencia de calor en los puntos de alimentación puesto que las corrientes de alimentación no entran a la misma temperatura de la correspondiente sección en la columna. Por ejemplo, en el punto de entrada del etanol azeotrópico, puesto que éste entra más frío (70°C) que la temperatura del segmento correspondiente (75°C), ocurre una ligera condensación del vapor y genera transferencia de calor desde la fase vapor a la fase líquida en aproximadamente 1,5kW. Posteriormente corriente arriba se estabiliza el perfil de temperatura hasta que la transferencia de calor vuelve a ser muy cercana a cero. Mientras que corriente abajo vuelve a cero a los 7m y más adelante se vuelve a incrementar hasta 4,7kW, debido a que buena parte del vapor proveniente del rehevridor se condensa en el fondo de la columna.

Ahora se muestran los resultados de las eficiencias calculadas por el simulador a lo largo de la columna. En la figura 2.16 se muestra la eficiencia de Murphree por componente y en la figura 2.17 la altura equivalente de plato teórico.

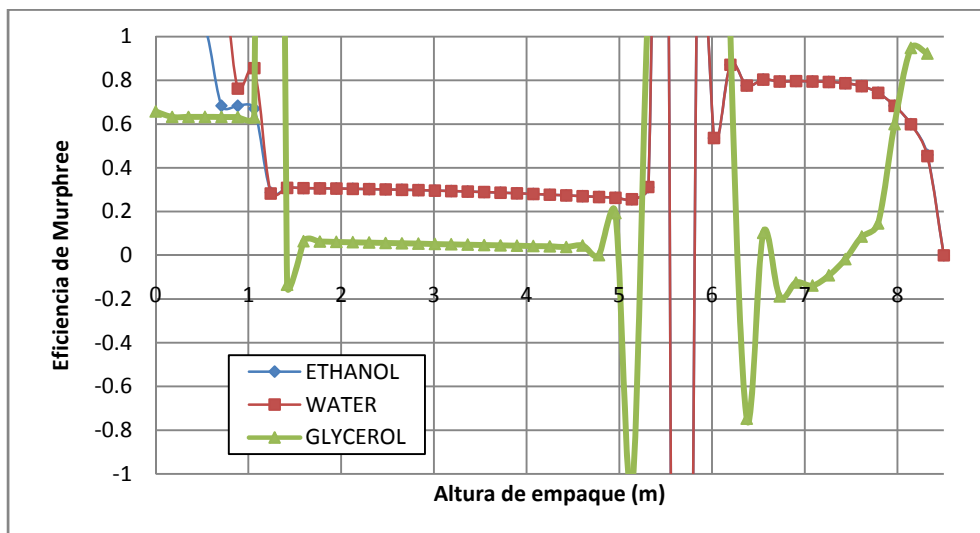


Figura 2.16 Perfil de eficiencia de componente en la columna extractiva

La figura 2.16 muestra iguales valores de eficiencia para el etanol y el agua, que para la zona de enriquecimiento es del 30% y para la zona de despojamiento del 80%. Para la glicerina por otro

lado, la eficiencia en la zona de enriquecimiento es inferior al 10% y en la zona de despojamiento aumenta hasta el 100% en el fondo de la columna. También se puede ver que en algunas zonas la eficiencia se sale de los límites del 0 a 100%. Esta condición de que la eficiencia de los componentes cambie de etapa a etapa y que inclusive no esté entre 0 y 100% la justifica Taylor en su libro (Taylor y Krishna, 1993) y se debe principalmente a que el proceso es multicomponente, la separación es de alta pureza (destilación azeotrópica o extractiva) y la diferencia de propiedades físicas para este caso entre la glicerina y el etanol-agua.

Los valores de eficiencia de los componentes a lo largo de la columna muy pequeños, resaltando la eficiencia de la glicerina que es muy pequeña, lo que indica la difícil condición de este componente y del sistema en general, para llegar al equilibrio. Esto se debe principalmente a la alta viscosidad de la glicerina, lo que conduce a la formación de películas o una interface donde la resistencia a la transferencia de masa es alta. Puesto que al incrementar la viscosidad, el número de Reynolds disminuye y el número de Schmidt aumenta como lo indican las ecuaciones 2.30. El efecto neto será la disminución del coeficiente de transferencia de masa dado por las ecuaciones 2,28 y 2,29.

Lo anterior se comprueba al comparar con los resultados obtenidos por Gil (2006) para el etilenglicol. Puesto que el etilenglicol al tener menor viscosidad, presenta mayores eficiencias que la glicerina a lo largo de la columna.

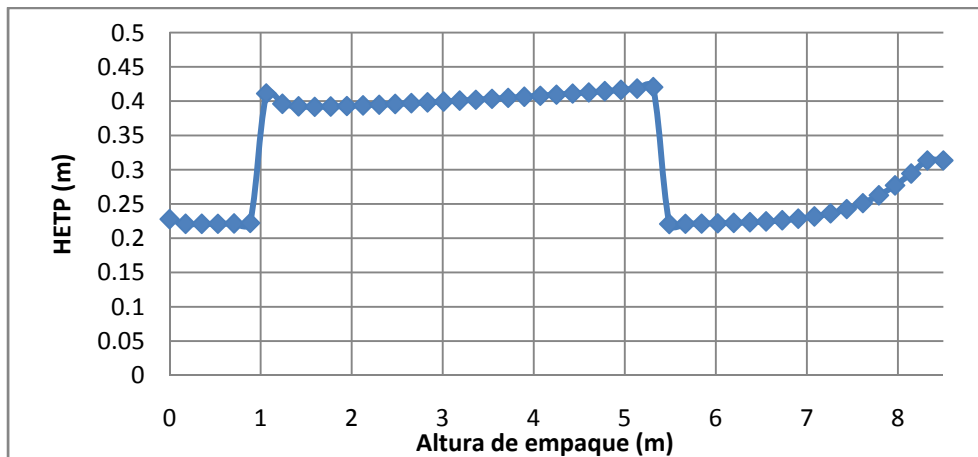


Figura 2.17 Altura equivalente de plato teórico en la columna de destilación extractiva

Con respecto al perfil de HETPse observa que es mayor entre los puntos de alimentación con un valor casi constante de 0,4m. Mientras que en la zona de despojamiento se tiene un valor entre 0,22 y 0,23m. La HETP se puede considerar como una eficiencia neta por segmento, por lo que se puede decir que la zona de enriquecimiento es más eficiente que la zona de despojamiento para la columna empacada. Esto se puede atribuir a la mayor concentración de glicerina y mayor temperatura en la zona de enriquecimiento.

El valor promedio de HETP es de 0,324m, el cual es mayor comparado con el reportado por Gil (2006) para la destilación extractiva con etilenglicol que es de 0,292. Esto permite concluir que a pesar de que la eficiencia de la glicerina es menor que la del etilenglicol, en términos globales el proceso de destilación extractiva de etanol azeotrópico usando glicerina es más eficiente que si se usa etilenglicol como solvente.

### 2.2.3 Simulación de la columna con modelo de etapa de equilibrio y eficiencia

Dado que no se puede trabajar en modo dinámico con la columna RadFrac utilizando modelo de no-equilibrio (RateBased), es necesario implementar las eficiencias de componente en una

columna con modelo de equilibrio. De esta forma se estaría trabajando con un modelo un poco más riguroso que con el modelo de etapa de equilibrio.

Por lo que fue necesario ajustar la simulación con modelo de equilibrio utilizando eficiencias de Murphee en cada etapa y para cada componente. Los resultados del ajuste de las eficiencias de componente en una columna con 21 etapas teóricas se muestran en la tabla 2.5. Con éstos valores de eficiencia y con las condiciones de operación obtenidas del análisis riguroso de la columna (ver tabla 2.4), se obtiene etanol del 99,60%, con una recuperación del 99,5% y un consumo energético en el rehedidor de 16,37kW.

**Tabla 2.5 – Eficiencias de Murphee por componente de la columna extractiva**

Etapa	Etanol	Agua	Glicerina
1	0,7	0,7	0,5
2	0,7	0,7	0,5
3	0,7	0,7	0,5
4	0,65	0,65	0,45
5	0,65	0,65	0,45
6	0,65	0,65	0,45
7	0,65	0,65	0,45
8	0,65	0,65	0,45
9	0,65	0,65	0,45
10	0,65	0,65	0,45
11	0,65	0,65	0,45
12	0,65	0,65	0,45
13	0,65	0,65	0,45
14	0,7	0,7	0,5
15	0,7	0,7	0,5
16	0,7	0,7	0,5
17	0,7	0,7	0,5
18	0,7	0,7	0,5
19	0,7	0,7	0,5
20	0,7	0,7	0,5

#### 2.2.4 Análisis hidráulico de la columna de destilación

Las simulaciones realizadas indican que la caída de presión en la columna es de 1,2 kPa (0,174 psig). Cabe mencionar que en las simulaciones no se tuvieron en cuenta los soportes de empaque y los redistribuidores de líquido, los cuales afectan de forma considerable la caída de presión en la columna.

### 2.3 Análisis del estado estacionario

El análisis de la operación de la columna en estado estacionario permitirá dar un buen estimado del segmento o etapa de control de temperatura, así como una consideración de si es posible utilizar o no una estrategia de control dual. Para ello se utilizaran los conceptos tratados en la sección 1.6 relacionados a la selección de la etapa de control. La simulación que se va a analizar será la simulación con modelo riguroso, es decir la columna empacada con modelo de etapa de no-equilibrio.

#### i) Criterio de la pendiente

La grafica en la figura 2.18 muestra la diferencia de temperatura entre segmentos de la columna calculados a partir del perfil de temperatura, ver figura 2.11.

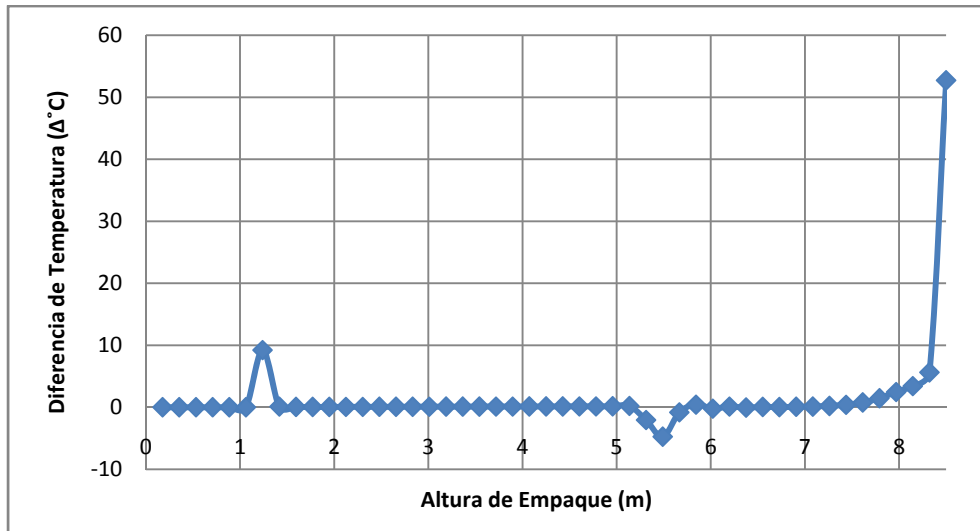


Figura 2.18 Pendiente de Temperatura en la columna

En esta grafica se puede ver que los únicos puntos donde se presenta un cambio en la temperatura ocurren en los puntos de alimentación y en el fondo de la columna. Esto se debe a la constante transferencia de calor y masa en la columna por lo que no existen zonas donde la composición y la temperatura cambien considerablemente excepto en las zonas de alimentación y en el fondo. Del análisis anterior se concluye que por este método el punto de control de temperatura de la columna debe ser el rehevridor.

ii) Criterio de sensibilidad

La figura 2.19 muestra la sensibilidad del perfil de temperatura ante un cambio en el valor del calor en el rehevridor de +5% y -5%.

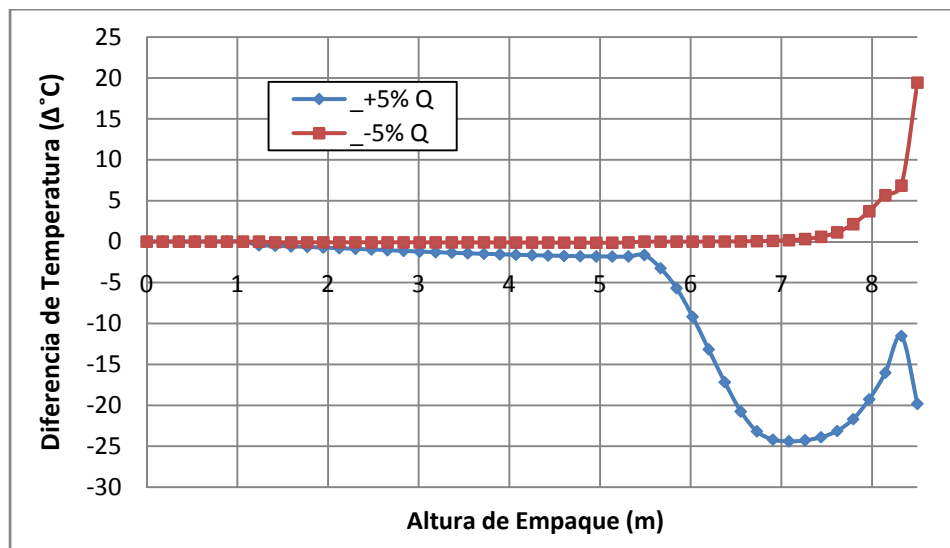


Figura 2.19 Sensibilidad del Perfil de temperatura ante un cambio en el flujo de calor en el rehevridor

De la figura anterior se puede ver que al incrementar el calor en el rehevridor en +5%, el máximo cambio de temperatura se presenta a una distancia cercana a los 7m, mientras que con un decremento del 5%, la máxima diferencia de temperatura se presenta en el fondo de la columna. Lo anterior demuestra la no linealidad del proceso.

La figura 2.20 muestra el resultado del cambio de temperatura en la columna al aumentar y disminuir en 5% la relación de reflujo. En ambos casos la sección que se ve más afectada por el cambio en el reflujo es en el rehervidor.

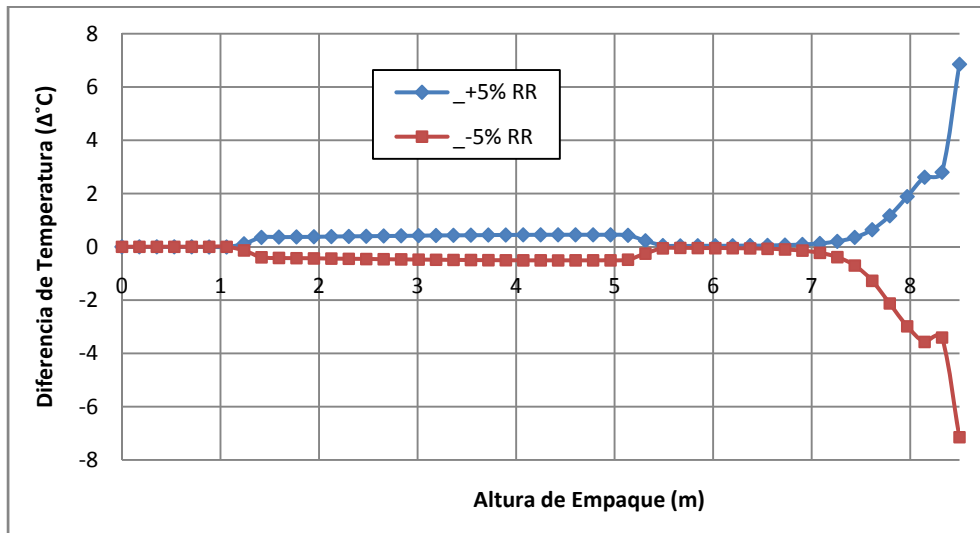


Figura 2.20 Sensibilidad del Perfil de temperatura ante un cambio en la relación de reflujo

iii) Criterio SVD

En la figura 2.21 se muestran los vectores  $u_1$  y  $u_2$  del análisis SVD. La primera línea  $U_1$  esta asociada con el calor en el rehervidor y la línea  $U_2$  esta asociada con la relación de reflujo. Los resultados del análisis SVD son similares a los resultados del criterio de sensibilidad, donde se sugiere que el punto de control de temperatura se debe encontrar o a una altura de 7m ó en el rehervidor.

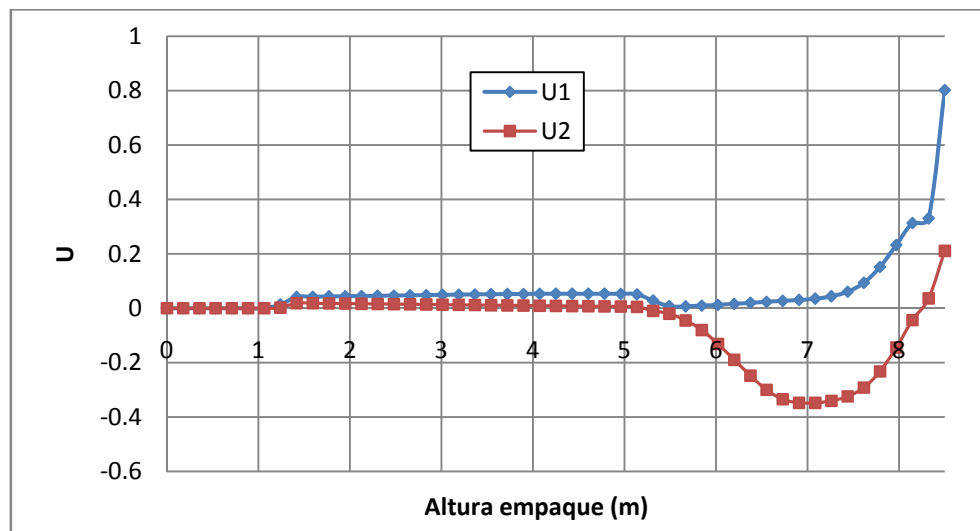


Figura 2.21 Resultados del Criterio SVD

Los valores singulares de la matriz de ganancia en estado estacionario son  $\sigma_1=285,81$  y  $\sigma_2=85,42$ , lo cual da un numero condicional de  $CN=\sigma_1/\sigma_2=3,35$  (ver sección 1.4.2). Esto indica que las dos posibles variables a manipular son independientes, por lo que una estrategia de control dual podría ser efectiva si se requiere.

Analizando los anteriores tres métodos en conjunto se concluye que el mejor punto de control de temperatura es en el fondo o rehervidor de la columna, por lo que se seleccionará la temperatura de esta etapa como variable a controlar de los lazos de control TC-04 de las estrategias de control planteadas. Por otro lado ninguna de las anteriores análisis mostró un cambio de temperatura significativo en la sección de enriquecimiento de la columna, por lo que no se tiene, a nivel teórico, una temperatura de control para el lazo TC-05 de la estrategia E3.

## 2.4 Simulación y Análisis en estado dinámico

Hasta este punto se ha considerado solo los aspectos del estado estacionario del proceso. Ahora se describirán las simulaciones realizadas en estado dinámico para evaluar la controlabilidad del proceso y las estrategias de control seleccionadas.

Las simulaciones dinámicas ayudan a mejorar el diseño, optimización y operación de la planta química. En realidad una planta industrial nunca trabaja en estado estable, puesto que cambios en las corrientes de alimentación, condiciones ambientales, ensuciamiento de equipos como los intercambiadores, entre otros, alteran las condiciones de operación del proceso. Las características transientes o dinámicas del proceso se pueden estudiar con una herramienta de simulación dinámica como Aspen Dynamics o Hysys Dynamics. Simuladores ampliamente utilizados hoy en día en la industria para este tipo de análisis.

Con la simulación dinámica se consigue:

- ✓ Optimización del proceso
- ✓ Selección, sintonización y optimización de los controladores
- ✓ Evaluación de seguridad
- ✓ Transiciones entre condiciones de operación
- ✓ Condiciones de arranque y parada de la planta

A continuación se revisarán algunos conceptos relacionados al modelamiento dinámico de columnas de destilación y posteriormente se realizarán las simulaciones con el simulador dinámico AspenDynamics. El modelo dinámico se realizará por leyes fundamentales.

### 2.4.1 Modelamiento dinámico de columnas de destilación

El modelamiento dinámico de columnas de destilación se encuentra entre los modelos de mayor complejidad. La complejidad del modelo se encuentra en la gran cantidad de ecuaciones diferenciales y algebraicas no lineales que se deben resolver. A continuación se describen las principales ecuaciones del modelo dinámico de una columna de destilación (Bequette 1998).

Balance total de masa:

$$\frac{dM_j}{dt} = L_{j-1} + V_{j+1} - L_j - V_j \quad (2.40)$$

Donde M es el líquido residual en la etapa j y es mejor conocido como *holdup*.

Balance del componente i en la etapa j:

$$\frac{dM_j x_{ij}}{dt} = L_{j-1} x_{j-1} + V_{j+1} y_{i,j+1} - L_j x_{i,j} - V_j y_{i,j} \quad (2.41)$$

Despreciando las pérdidas de calor, el balance de energía en el segmento j se expresa como:

$$\frac{dM_j U_j}{dt} = L_{j-1} H_{j-1}^L + V_{j+1} H_{j+1}^V - L_j H_j^L - V_j H_j^V \quad (2.42)$$

Las ecuaciones relacionadas al equilibrio son las mismas que en el modelo en estado estacionario, además se incluye las ecuaciones de eficiencias de Murphree para cada componente. Para el rehervidor el balance de materia está dado por la siguiente ecuación:

$$\frac{dM_B}{dt} = L_{NT} - B - V_{NT+1} \quad (2.43)$$

Donde  $M_B$  es el líquido almacenado en el rehervidor y  $B$  es el flujo molar de producto de fondos. El balance por componente y energético están dados por las siguientes expresiones:

$$\frac{dM_B x_{i,B}}{dt} = L_{NT} x_{i,NT} - B x_{i,B} - V_{NT+1} y_{i,NT-1} \quad (2.44)$$

$$\frac{dM_B U_B}{dt} = L_{NT} H_{NT}^L - B H_B^L - V_{NT+1} H_{NT-1}^V + U_R A_R (T_S - T_B) \quad (2.45)$$

Donde  $U_R$  y  $A_R$  son el coeficiente global y el área de transferencia de calor del rehervidor respectivamente. El balance de energía en el condensador está dado por la ecuación 2.45:

$$\frac{dM_C U_C}{dt} = V_1 (H_1^V - H_C^L) - U_C A_C (T_C - T_R) \quad (2.46)$$

La acumulación de materia en el condensador se considera despreciable. Por lo que el flujo másico y molar de vapor que entra al condensador será el mismo que entra al acumulador. El balance de materia en el acumulador estará dado entonces por la siguiente ecuación:

$$\frac{dM_D}{dt} = V_1 - L - D \quad (2.47)$$

Para la solución de las anteriores ecuaciones se requiere métodos de solución de sistemas de ecuaciones diferenciales, ecuaciones algebraicas no lineales y calcular los valores iniciales a partir de la simulación en estado estacionario. Algunos autores como Skogestad han trabajado en la solución de estos modelos (Skogestad 1997) y Rodríguez en sus tesis de maestría (Rodríguez 2005) describe con mayor detalle los tipos de modelos y consideraciones para la solución del modelo dinámico de la columna. En este trabajo únicamente se considera la solución del modelo por medio del simulador.

#### 2.4.2 Simulación dinámica con AspenPlus Dynamics

Antes de exportar la simulación de AspenPlus a AspenDynamics es necesario especificar la geometría y volumen de cada uno de los equipos involucrados en el proceso. Esto se debe a que la respuesta dinámica del proceso está relacionada directamente con el tamaño de los equipos. El equipo más grande y el cual se desea analizar dinámicamente es la columna de destilación, por lo que es necesario especificar la geometría de la torre empacada, el acumulador y el rehervidor, estos se pueden ver en la tabla 2.6:



**Tabla 2.6–Especificaciones geométricas de los equipos de la columna de destilación extractiva**

	Acumulador	Rehervidor	Torre empacada
<b>Diámetro</b>	4 in	34 cm	5 in
<b>Longitud (m)</b>	0,2	0,6	8,5 m
<b>Tipo de cabezal</b>	Plano	Elipsoidal	-
<b>Volumen (L)</b>	1,62	64,5	

La simulación en AspenDynamics tiene dos formas de ejecución dependiendo si es conducida por flujo o por presión. Esta última es más real, debido a que si no se presenta una caída de presión en algún equipo o tubería, no habrá flujo. O si por ejemplo el gradiente de presión es positivo, entonces se presentara un flujo negativo en dicho equipo. Por lo anterior es importante chequear que exista una caída de presión significativa en todos los equipos, para lo cual AspenPlus tiene esa herramienta incluida.

Verificando las condiciones para la simulación dinámica con la herramienta *pressure checker*, se exporta la simulación a AspenDynamics conducida por presión (*Pressure driven*). Ahora en el ambiente de simulación dinámica se procede a configurar los lazos de control PID, los cuales se resumen en la tabla 2.7, para las estrategias de control E1 y E2, de acuerdo a lo planteado en la sección 1.7. En el caso de la estrategia E3 será necesario configurar un lazo adicional de temperatura (TC-05).

**Tabla 2.7 – Lazos de control a implementar en la columna extractiva**

Lazo de control PID	No Lazo	Variable Controlada (CVs)	Variable Manipulada (MVs)
<b>FC-01</b>	1	Flujo Etanol Azeotrópico	Apertura Valv-01
<b>FC-02</b>	2	Flujo Glicerina	Apertura Valv-02
<b>FC-03</b>	3	Flujo de Reflujo	Apertura Valv-03
<b>LC-01</b>	4	Nivel en Acumulador	Apertura Valv-04 (Flujo Destilado)
<b>TC-03 (PC-01)</b>	5	Temperatura Etanol anhidro a la salida del Condensador (Presión de la cima)	Apertura Valv-05 (Flujo de agua en el condensador)
<b>LC-02</b>	6	Nivel en Rehervidor	Apertura Valv-06 (Flujo de Fondos)
<b>TC-04</b>	7	Temperatura en la etapa de control	Apertura Valv-07 (Flujo de Vapor en Rehervidor)
<b>TC-01</b>	8	Temperatura de entrada de Etanol Azeotrópico	Apertura Valv-08 (Flujo de vapor HE-2901)
<b>TC-02</b>	9	Temperatura de entrada de Solvente	Apertura Valv-09 (Flujo de vapor HE-2902)

El esquema de control E1 de la columna de destilación extractiva en el simulador AspenDynamics se puede ver en la siguiente figura: