



Universidad Veracruzana

Facultad de Ciencias Químicas

Región Xalapa

Maestría en Ingeniería Química

“Optimización dinámica de una columna de destilación extractiva bajo un enfoque integrado de diseño y control”

Tesis para obtener el grado de Maestro en
Ingeniería Química

Presenta:
IQ. Charbel Manuel Castro López

Director:
Dr. Eliseo Hernández Martínez

Co-Director:
Dr. Filiberto Martínez Martínez

Agosto de 2025

“Lis de Veracruz: Arte, Ciencia, Luz”



Universidad Veracruzana

Facultad de Ciencias Químicas
Región Xalapa

Maestría en Ingeniería Química

“Optimización dinámica de una columna de destilación extractiva bajo un enfoque integrado de diseño y control”

Tesis para obtener el grado de Maestro en
Ingeniería Química

Presenta:
IQ. Charbel Manuel Castro López

Director:
Dr. Eliseo Hernández Martínez

Co-Director:
Dr. Filiberto Martínez Martínez

Dedicatoria

Dedico el presente trabajo **a Dios**, por cada una de las bendiciones que me ha dado, particularmente, por permitirme culminar esta etapa académica con un profundo crecimiento personal y profesional.

A mis padres, por su amor y apoyo incondicional. Espero siempre corresponder a su confianza y cariño.

A mi abuelito Héctor, por ser mi ángel guardián, que me guía y cuida en todo momento. Sé que estas celebrando desde el cielo, más que nunca me gustaría que estuvieras aquí.

Agradecimientos

Agradezco **al Dr. Eliseo Hernández** por su inmenso apoyo a lo largo de la maestría. No hay palabras suficientes para expresar mi gratitud hacia usted. Gracias por su confianza y por permitirme aprender de su experiencia. Lo respeto y admiro profundamente.

Al Dr. Filiberto Martínez, por su valiosa asesoría durante el desarrollo de este proyecto y por externar sus ideas con tanta claridad y paciencia.

Al Dr. Víctor Manuel Rivera y **al Dr. Miguel Ángel Cabrera**, por su retroalimentación a este trabajo y por compartir generosamente sus conocimientos a través de los cursos de la maestría.

Al Dr. Mario Rafael Giraldi, por cada una de las tutorías que me ofreció. Gracias por cada consejo que me brindó a lo largo de estos dos años y por cambiar mi perspectiva de la vida.

Finalmente, agradezco **a la Secretaría de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación (SECIHTI)** por la beca otorgada para la realización de mis estudios de maestría (número de apoyo 4008497), así como **al cuerpo académico de Matemáticas Aplicadas para el Análisis de Procesos (MAPAP)**, por su asesoría y retroalimentación.

Índice general

Nomenclatura	12
Resumen	15
Abstract	16
1. Introducción	18
1.1. Antecedentes	18
1.2. Planteamiento del problema	23
1.3. Justificación	24
1.4. Hipótesis	25
1.5. Objetivos	25
1.5.1. Objetivo general	25
1.5.2. Objetivos específicos	25
2. Marco teórico	26
2.1. Destilación	26
2.1.1. Métodos de destilación	27
2.1.2. Funcionamiento de una columna rectificadora	28
2.1.3. Parámetros de diseño	30
2.2. Equilibrio líquido-vapor	31

2.2.1. Método NRTL	33
2.2.2. Mezclas azeotrópicas	34
2.3. Destilación extractiva	36
2.4. Técnicas de control	39
2.4.1. Elementos de un sistema de control	40
2.4.2. Control PID	41
2.5. Estrategias de optimización	43
3. Metodología	46
3.1. Modelado del proceso	47
3.1.1. Balances generales	47
3.1.2. Balances de la columna extractiva	54
3.1.3. Balances de la columna recuperadora	55
3.1.4. Equilibrio líquido-vapor de la mezcla	55
3.1.5. Cálculo de las entalpías	56
3.2. Aplicación de la estrategia de control	59
3.3. Formulación del problema de optimización	61
4. Resultados y discusión	64
4.1. Simulación de la columna extractiva	64
4.2. Optimización estacionaria	67
4.3. Esquema de control	70

4.4. Optimización integral	77
4.5. Optimización del proceso completo	82
5. Conclusiones y perspectivas	90
5.1. Conclusiones generales	90
5.2. Perspectivas	92
Bibliografía	99
A. Códigos para la simulación de la columna extractiva	100
A.1. Código principal	100
A.2. Balances de materia y energía	104
A.3. Equilibrio líquido-vapor	108
A.4. Cálculo de q	112
B. Simulación en Aspen Plus del proceso completo	114

Índice de figuras

2.1. Columna rectificadora	29
2.2. ELV en la mezcla benceno [1] – tolueno [2] ($P = 1$ atm). a) Diagrama T vs x_a, y_a , b) Diagrama y_a vs x_a	35
2.3. Diagramas de equilibrio para mezclas no ideales ($P = 1$ atm), a) acetona – cloroformo, b) etanol-benceno.	36
2.4. Esquema general del proceso de destilación extractiva	38
2.5. Partes de un esquema de control	40
3.1. Secuencia metodológica	46
3.2. Balance de materia para el plato n	48
3.3. Corrientes de materia y energía en el proceso.	52
4.1. Variación dinámica de la fracción molar de etanol en fase líquida por cada etapa de la columna.	65
4.2. Variación dinámica de la fracción molar de etanol en fase vapor por cada etapa de la columna.	65
4.3. Variación de la fracción de etanol en el destilado y fondo.	66
4.4. Variación de los flujos de líquido y vapor por etapa (contra Aspen Plus). . . .	67
4.5. Minimización de q_r para la columna del caso de estudio.	68
4.6. Carga térmica mínima en diversas configuraciones de la columna.	69
4.7. Prueba escalón.	71

4.8. Dinámica de la columna a lazo cerrado con los valores óptimos del enfoque estacionario ($\tau_C = \tau$). Variación de a) X_D , b) X_W , c) R , d) R_B	72
4.9. Dinámica de la columna a lazo cerrado con los valores óptimos del enfoque estacionario ($\tau_C = 2\tau$). Variación de a) X_D , b) X_W , c) R , d) R_B	73
4.10. Dinámica de la columna a lazo cerrado disminuyendo el flujo del agente de arrastre ($\tau_C = \tau$). Variación de a) X_D , b) X_W , c) R , d) R_B	73
4.11. Variación de la carga térmica del rehervidor a lazo cerrado.	74
4.12. Variación en la respuesta del controlador ante diversos valores de τ_C	75
4.13. Variación del ISE ante diversos valores de τ_C	75
4.14. Dinámica de la columna a lazo cerrado con un tren de perturbaciones de F . Variación de a) X_D , b) X_W , c) R , d) R_B , e) D , f) F	76
4.15. Dinámica de la columna a lazo cerrado con un tren de perturbaciones de z_F . Variación de a) X_D , b) X_W , c) R , d) R_B , e) D , f) z_F^{etanol}	77
4.16. Barrido paramétrico entre los valores de diseño óptimos y τ_C : Variación de q_r dinámico.	78
4.17. Barrido paramétrico entre los valores de diseño óptimos y τ_C : Variación del ISE en el controlador a) superior y b) de fondos.	78
4.18. Variación de q_r dinámico para un control estricto y uno no estricto.	79
4.19. Curva Pareto para la optimización de la columna extractiva.	81
4.20. Comparativa de q_r óptimo entre la columna extractiva y la recuperadora.	85
4.21. q_r óptimo total entre ambas columnas.	85
4.22. Valores óptimos en la columna recuperativa variando N_F ($N_W = 3$).	86
4.23. Valores óptimos en la columna recuperativa variando N_F ($N_W = 4$).	86
4.24. Curva Pareto para la optimización del proceso completo.	88

B.1. Diagrama de flujo del proceso completo en Aspen Plus.	114
B.2. Convergencia de la simulación en Aspen Plus.	115
B.3. Convergencia de las columnas RadFrac	115
B.4. Resultados obtenidos por el simulador.	116

Índice de tablas

3.1. Parámetros iniciales utilizados en la simulación del proceso (<i>Gil Chaves et al., 2016</i>).	53
4.1. Resultados de la columna extractiva.	66
4.2. Resultados del proceso completo.	83

Nomenclatura

Del abecedario latín

c_p	Capacidad calorífica de la fase líquida, J/molK
c_{py}	Capacidad calorífica de la fase vapor, J/molK
D	Flujo molar del destilado, mol/min
$e(t)$	Error del controlador
F	Flujo molar de la mezcla que se alimenta a la columna, mol/min
H	Entalpía molar específica de la fase vapor, J/mol
h	Entalpía molar específica de la fase líquida, J/mol
h_F	Entalpía de la mezcla alimentada, J/mol
K	Ganancia
K_P	Constante proporcional
L	Flujo molar de la fase líquida, mol/min
L_0	Flujo molar del condensado que regresa a la columna, mol/min
m	Moles que alberga la etapa, mol
N	Total de etapas, número de etapa del rehervidor
N_F	Plato de alimentación de la mezcla
N_S	Plato de alimentación del agente de arrastre
N_W	Plato de alimentación de la segunda columna
P	Presión, atm
P°	Presión de vapor, atm

q	Moles de líquido saturado producido en el plato de alimentación por cada mol de alimentación que penetra a la torre
q_c	Carga térmica del condensador, watts
q_r	Carga térmica del rehervidor, watts
R	Razón de reflujo
R_B	Razón de fondos
S	Flujo molar del agente de arrastre que se alimenta a la columna, mol/min
S_F	Flujo molar del solvente fresco (proceso con recirculación), mol/min
T	Temperatura, K
t	Tiempo, min
T_{eb}	Temperatura de ebullición del componente puro, K
$u(t)$	Variable manipulada
u_{nom}	Variable manipulada a lazo abierto
V	Flujo molar de la fase vapor, mol/min
W	Flujo molar en los fondos, mol/min
x	Fracción molar de la fase líquida
X_D	Fracción molar en el destilado (si no tiene superíndice, se refiere al etanol)
X_W	Fracción molar en los fondos (si no tiene superíndice, se refiere al etanol)
y	Fracción molar de la fase vapor
$y(t)$	Variable controlada
y_{ref}	Referencia o <i>set point</i>
z_F	Fracción molar en la corriente de alimentación de la mezcla
z_S	Fracción molar en la corriente de alimentación del agente de arrastre

Del abecedario griego

- γ Coeficiente de actividad
- λ Entalpía de vaporización, J/mol
- λ_{eb} Entalpía de vaporización a la temperatura de ebullición del componente puro, J/mol
- τ Tiempo de respuesta
- τ_C Parámetro de sintonizado
- τ_I Constante integral
- θ Tiempo muerto

Superíndices

- I Total de componentes
- i Componente de la mezcla

Subíndices

- D Hace referencia al destilado
- n Número de plato o etapa
- W Hace referencia a los fondos

Abreviaturas

- ELV Equilibrio Líquido-Vapor
- HTC Constante hidráulica temporal, min
- ISE Integral cuadrática del error

Resumen

La destilación extractiva es una técnica diseñada para facilitar la separación de mezclas azeotrópicas o con componentes de puntos de ebullición muy cercanos, donde la destilación convencional resulta ineficiente. Para ello, se añade un componente miscible a la mezcla (conocido como agente o solvente de arrastre) que altera la volatilidad relativa de los componentes y desplaza la región azeotrópica, lo que permite una separación más efectiva y con mayor pureza. Sin embargo, estos beneficios se acompañan de una mayor complejidad operativa y de control, debido a la no linealidad del equilibrio de la mezcla. Para mejorar la estabilidad del sistema, se han propuesto diversas estrategias de optimización y control, las cuales, si bien han mostrado un buen desempeño, presentan limitaciones importantes. Por ejemplo, suelen aplicarse bajo condiciones de estado estacionario, el desempeño de los controladores está restringido a regiones específicas de operación, y no hay una conexión entre las etapas de diseño, optimización y control del proceso.

Bajo la idea anterior, se propone la implementación de un esquema de optimización dinámico en columnas de destilación extractiva donde la función objetivo incorpore variables de diseño y control simultáneamente, con el propósito de determinar las condiciones de proceso que minimicen los requerimientos energéticos y mejoren el desempeño del controlador. Para conseguirlo, primero se hará el modelado del esquema de destilación extractiva y se buscará su validación comparando los resultados obtenidos con algún simulador comercial. Luego se formulará un esquema de optimización que modifique algunas de las variables de diseño o de operación para la minimización de la carga térmica del rehervidor. Posteriormente se diseñará un esquema de control que regule satisfactoriamente diversas perturbaciones comunes del proceso y por último se evaluará un problema de optimización multiobjetivo que tome en cuenta el comportamiento dinámico del proceso para la mejora del esquema de control y la reducción del consumo energético.

Los resultados muestran que las condiciones de diseño derivadas del enfoque dinámico difieren considerablemente de aquellas obtenidas mediante el enfoque estacionario. Esta diferencia también se observa al comparar la optimización considerando únicamente la columna extractiva frente al análisis del proceso completo. Se propusieron dos estrategias de optimización dinámica que arrojaron resultados similares entre sí, aunque cada una prioriza ligeramente ya sea la minimización del consumo energético o la reducción del error en el desempeño del controlador.

Abstract

Extractive distillation is a technique designed to facilitate the separation of azeotropic mixtures or mixtures with components having very close boiling points, where conventional distillation becomes inefficient. To achieve this, a miscible component (known as an entrainer or solvent) is added to the mixture, which alters the relative volatility of the components and shifts the azeotropic region, enabling a more effective separation with higher purity. However, these benefits come with greater operational and control complexity, due to the nonlinear behavior of the mixture's equilibrium. To improve system stability, several optimization and control strategies have been proposed which, although they have shown good performance, present important limitations. For example, they are usually applied under steady-state conditions, controller performance is restricted to specific operating regions, and there is no connection between the design, optimization, and control stages of the process.

Building on this idea, the implementation of a dynamic optimization scheme is proposed for extractive distillation columns, in which the objective function incorporates both design and control variables simultaneously, with the purpose of determining process conditions that minimize energy requirements and improve controller performance. To achieve this, the extractive distillation scheme will first be modeled and validated by comparing the obtained results with those from a commercial simulator. Then, an optimization scheme will

be formulated to adjust some of the design or operating variables in order to minimize the reboiler heat duty. Subsequently, a control scheme will be designed to satisfactorily regulate various common process disturbances, and finally, a multi-objective optimization problem will be evaluated, taking into account the dynamic behavior of the process to improve the control scheme and reduce energy consumption.

The results show that the design conditions derived from the dynamic approach differ considerably from those obtained through the steady-state approach. This difference is also observed when comparing optimization considering only the extractive column against the analysis of the complete process. Two dynamic optimization strategies were proposed, yielding similar results, although each slightly prioritizes either the minimization of energy consumption or the reduction of controller performance error.

Capítulo 1

Introducción

1.1. Antecedentes

La destilación extractiva surgió como un caso particular de la destilación azeotrópica, en la que se empleaba una columna con doble alimentación para separar mezclas de punto de ebullición mínimo mediante un agente de arrastre que no generara nuevos azeótropos. Sin embargo, desde la década de 1990 (Laroche *et al.*, 1991), ambos procesos se consideran distintos, ya que responden a criterios de viabilidad y configuraciones operativas distintas. Su origen como operación unitaria se remonta a la Segunda Guerra Mundial (Benedict y Rubin, 1945), cuando se intensificó la demanda de tolueno (para explosivos) y butadieno (para caucho sintético) de alta pureza. Desde entonces, ha sido ampliamente adoptada en las industrias química y petroquímica a nivel mundial (Gerbaud y Rodriguez-Donis, 2014).

Al igual que otras operaciones unitarias, la destilación extractiva se estudia a través de la Ingeniería de Procesos, con el objetivo de garantizar un buen desempeño operativo y económico. Para ello, siempre se comienza por las etapas de modelado y simulación, las cuales buscan representar el comportamiento físico del sistema a través de la solución de balances de materia y energía, empleando información termodinámica, fisicoquímica y de transporte. Kumar *et al.* (1984) y GANI *et al.* (1986) fueron de los primeros en mostrar los balances enfocados a una columna extractiva, incorporando la eficiencia de Murphree para comparar los resultados teóricos con los experimentales. Paranjape (1993) propuso una simplificación de los modelos para el flujo de líquido y vapor, así como un análisis detallado de las ecuaciones que describen a cada sección de la columna. En años posteriores se añadieron nuevas ideas

para el modelado del sistema, debido al interés por simular mezclas más complejas, incorporando un término para reacciones químicas (Lei *et al.*, 2004) o modelos de no equilibrio para la transferencia de masa por plato (Labovská *et al.*, 2012). El modelado completo del proceso incluye a una segunda columna de destilación tradicional, la cual sirve para la recirculación del agente de arrastre.

Una vez implementada la simulación, se suele seguir con la etapa de optimización, en la cual se busca la solución de alguna función objetivo con ciertas restricciones. Uno de los objetivos más frecuentes consiste en minimizar los costos totales anuales del proceso (TAC por sus siglas en inglés), a través de los costos operativos y de capital, existiendo numerosos trabajos que muestran a detalle la formulación del problema de optimización (Li *et al.*, 2017; Lo y Chien, 2017; Ahmadian Behrooz, 2017). Si no se toman en cuenta los costos de capital, (por ejemplo, si el equipo ya existe), se puede minimizar el consumo de energía a través de la carga térmica del rehervidor, lo cual resulta de interés para estudios en donde el enfoque principal sea la termodinámica del proceso. Esta idea se ejemplifica en el trabajo de Gutiérrez-Guerra *et al.* (2009), donde se desarrollaron metodologías de optimización orientadas a identificar los valores óptimos de las variables de diseño que permiten garantizar un mínimo consumo energético. Encontraron que la carga óptima de energía puede estar relacionada con el costo mínimo de operación anual, mínimas emisiones de gases de efecto invernadero, mayores eficiencias termodinámicas y buenas propiedades de control teóricas. Posteriormente, De Figueirêdo *et al.* (2011) presentaron un procedimiento sistemático para obtener la condición óptima de columnas de destilación extractiva mediante una función objetivo que minimiza la relación entre el calor del rehervidor y el flujo de destilado. En el trabajo, se realizan diversos análisis de sensibilidad, dirigidos a mejorar el conocimiento del proceso, con lo cuales se observa la fuerte influencia del disolvente y el caudal de destilado en la separación. Por su parte, You *et al.* (2016) propusieron una función objetivo más compleja, que involucra los requerimientos energéticos de ambas columnas bajo la inclusión del gasto energético de la caldera y el condensador, tomando en cuenta la diferencia de precio en la energía

de calefacción y refrigeración, así como el precio de venta de los productos. Los resultados mostraron que el costo de energía por unidad de producto se reduce en un 15.1 %, mientras que el TAC se ahorra en un 7.6 %.

Los parámetros de diseño suelen ser las variables de decisión de los algoritmos de optimización; dentro de los principales a considerar se encuentran el número de platos (para cada columna), las etapas de alimentación (tanto del solvente como de la mezcla), las relaciones de reflujo, y los caudales de destilado, de fondo y del agente de arrastre ([Shen et al., 2015](#)). Otras variables menos empleadas son la temperatura de alimentación del arrastrador, la presión de la columna y las purezas del arrastrador reciclado.

Además de mejorar los aspectos económicos y energéticos del proceso, algunos autores incorporan otros factores en el problema de optimización mediante el planteamiento de una función multiobjetivo, en la cual se busca minimizar o maximizar simultáneamente dos o más objetivos en conflicto, con el propósito de encontrar una solución equilibrada que satisfaga adecuadamente a cada uno de ellos. En este contexto, un enfoque ampliamente abordado en los últimos años consiste en minimizar el costo total anual junto con algún indicador ambiental, generalmente las emisiones de CO₂ a la atmósfera ([Cui et al., 2024](#); [Pan et al., 2024](#); [Wang et al., 2025](#)). Adicionalmente, [Wang et al. \(2024\)](#) y [Shan et al. \(2021\)](#) incorporaron a este problema de optimización la eficiencia de separación en la zona extractiva. Por su parte, [Waltermann et al. \(2018\)](#) propusieron un enfoque eficiente basado en la optimización para el diseño de procesos de destilación extractiva el cual contempla de forma simultánea la selección de solventes y la integración de energía, formulando un problema multiobjetivo que disminuye el TAC y el calor del rehervidor. Otra propuesta es la de [Sánchez-Ramírez et al. \(2023\)](#), los cuales resolvieron un problema multiobjetivo considerando indicadores económicos, ambientales y de seguridad simultáneamente. Este enfoque brindó mejores resultados de sostenibilidad en comparación con un enfoque secuencial, donde la optimización se basó inicialmente en objetivos económicos y los aspectos ambientales y de seguridad se evaluaron posteriormente. Así mismo, [Xu et al. \(2025\)](#), toman en cuenta indicadores económicos,

ambientales y de producción de entropía, utilizando un algoritmo estocástico para realizar la optimización multiobjetivo de tres esquemas de destilación con diversas formas de integración de energía.

Una vez se determina el diseño óptimo de la columna, se sigue con la etapa de control, indispensable para mitigar las perturbaciones e incertidumbres que afectan al proceso, originadas por variaciones en las condiciones de operación de equipos anteriores o del entorno. Este aspecto cobra especial relevancia en columnas de destilación extractiva, donde la alta no linealidad del equilibrio generado, las hace particularmente sensibles a pequeñas variaciones, generando oscilaciones frecuentes que pueden comprometer la pureza del producto. [Luyben y Chien \(2011\)](#) presentaron una estrategia general para este tipo de columnas que se ha utilizado a menudo en la literatura, la cual involucra diversos lazos de control de flujo, temperatura, presión y composición a través de la columna, empleando controladores de tipo Proporcional-Integral (PI). Por otro lado, [Shan *et al.* \(2021\)](#) y [Yu y Chien \(2023\)](#) estudiaron la viabilidad de establecer estrategias de control sin medir la concentración, proponiendo únicamente lecturas de temperatura en diversos puntos del proceso, obteniendo resultados favorables ante la entrada de perturbaciones de $\pm 20\%$ en el flujo y la composición de entrada.

Aunque este esquema secuencial de diseño, optimización y control se ha replicado constantemente en la literatura, existen algunas limitaciones a destacar. En la gran mayoría de casos de estudio, la optimización del proceso se realiza por partes, es decir, primero se optimiza la columna extractiva y luego la columna de regeneración del arrastrador, o bien, se optimizan juntas, pero despreciando la corriente de recirculación. Sin embargo, se ha señalado la importancia de la optimización simultánea de ambas columnas, ya que sus parámetros operativos son fuertemente interdependientes ([You *et al.*, 2014](#)). Otros cambios en las condiciones de operación del proceso (presiones en cada columna) o en la estructura del proceso (agregar o no un preconcentrador, integración de calor, etc.) motivan la optimización del proceso en su conjunto ([You *et al.*, 2018](#)).

A la par, han sido poco explorados los efectos del estado dinámico en la formulación del diseño y control de una columna de destilación extractiva. Para una columna de destilación convencional, las consecuencias de aislar el diseño y la optimización de la etapa de control ya se han estudiado (Aneesh *et al.*, 2016). Murrieta-Dueñas *et al.* (2011) desarrollaron un problema de optimización multiobjetivo en el que, a partir de la modificación de los parámetros de diseño, se busca minimizar diversos aspectos del proceso, tales como los costos totales anualizados, la carga térmica del rehervidor (en estado estacionario) y la Integral del Error Absoluto (IAE) del esquema de control. Las propiedades del esquema de control se evalúan de manera independiente a través de un análisis a lazo abierto, utilizando la técnica de descomposición en valores singulares (SVD, por sus siglas en inglés).

Por su parte, Zhang *et al.* (2023) emplearon el concepto de control auto-óptimo (self-optimizing control) en el diseño de una columna de destilación extractiva con preconcentración. El término self-optimizing control se refiere a una estrategia en la que el sistema se configura para operar cerca de su punto óptimo sin necesidad de realizar una optimización en línea continua. Para lograrlo, se seleccionan cuidadosamente las variables y estructuras de control, de modo que el proceso mantenga un desempeño eficiente frente a perturbaciones y cambios en las condiciones de operación. La investigación aborda cómo el diseño y el control de procesos pueden combinarse para lograr un equilibrio entre el rendimiento económico y las capacidades de control, utilizando un enfoque de optimización multiobjetivo. El problema de optimización considera diversas variables estructurales de diseño (como el tamaño de los equipos), variables de operación (como el reflujo o el plato de alimentación) y variables estructurales de control, como las variables controladas y de referencia. Concretamente, este trabajo no modifica los parámetros del controlador como tal, sino que determina temperaturas de etapas sensibles de las columnas para establecerlas como referencias.

1.2. Planteamiento del problema

Diversos productos de importancia industrial, como solventes orgánicos e hidrocarburos, suelen derivarse de mezclas azeotrópicas, lo que impide su recuperación por destilación simple. Entre las alternativas disponibles para llevar a cabo esta separación se encuentra la destilación extractiva, la cual ha despertado un creciente interés debido a su accesible esquema de operación y a la alta pureza que ofrece en el destilado. Sin embargo, también enfrenta diversos desafíos técnicos, tales como la reducción de los requerimientos energéticos (dado que una columna de destilación puede representar del 10 % al 15 % del consumo energético total de una planta ([Sholl y Lively, 2016](#))), el cumplimiento de las condiciones de pureza y la estabilidad del esquema de control ([Gerbaud *et al.*, 2019](#)).

En las últimas décadas han surgido diversas estrategias para la mejora de la destilación extractiva; no obstante, la mayoría siguen la misma secuencia, en donde las etapas de diseño, optimización y control se desarrollan por separado. Esta metodología puede conducir a soluciones subóptimas que, si bien resultan adecuadas en condiciones de estado estacionario, pueden resultar ineficientes ante perturbaciones e incertidumbres propias del entorno industrial. Como consecuencia, pueden surgir problemas como el sobredimensionamiento de equipos o la inadecuada sintonización de controladores, limitando la capacidad de la columna para responder correctamente a las demandas operativas del proceso y cumplir con las referencias establecidas, como cierta temperatura o composición en alguna corriente de la columna. Además, bajo este enfoque, el objetivo definido durante la etapa de optimización resulta válido únicamente para la operación estable, por lo que no garantiza que la solución obtenida continúe siendo óptima bajo condiciones transitorias.

La optimización dinámica resulta una solución factible para este problema, sin embargo, su aplicación ha sido poco explorada en la literatura. Por ello, resulta necesario desarrollar una metodología general de optimización que brinde estabilidad operativa en la destilación

extractiva, bajo la integración simultánea de los rubros de diseño, operación y control. El problema de optimización debe ser multiobjetivo, con el afán de no sesgar el beneficio a solo la mejora del controlador o a la minimización de algún aspecto de operación.

1.3. Justificación

La aplicación simultánea de las etapas de diseño, control y optimización en un proceso de destilación extractiva brinda algunos beneficios operativos respecto al enfoque estacionario actual; el primero de ellos va referido a la dinámica del proceso. Esencialmente, el esquema de control debe atenuar las perturbaciones que ingresen a la columna, manteniendo los valores de referencia indicados en las corrientes de destilado y de fondos; sin embargo, este nuevo enfoque, también busca optimizar el sintonizado de los controladores, ya que la función objetivo incluirá sus parámetros de diseño, lo que aumenta la posibilidad de minimizar el error acumulado y por consecuencia, de obtener un menor tiempo de respuesta para alcanzar un nuevo estado estacionario.

Simultáneamente, el problema de optimización reducirá el gasto energético de la columna a través de la minimización de la carga térmica del rehervidor con la modificación de las principales variables de diseño, tomando en cuenta los efectos del estado dinámico. Con esto, el diseño de la columna se considerará energéticamente óptimo para cualquier instante del proceso, no solo para un escenario único ideal sin ninguna perturbación.

Además, esta metodología se puede aplicar en la separación de diversas mezclas azeotrópicas (o inclusive, de baja volatilidad relativa o punto de ebullición cercano), motivando el interés por la destilación extractiva en más y nuevos procesos industriales que brinden mejores ganancias económicas en términos energéticos y de calidad del producto.

1.4. Hipótesis

La integración simultánea de las etapas de diseño y control mediante técnicas de optimización dinámica en columnas de destilación extractiva permitirá la reducción del consumo energético y brindará un mejor desempeño del controlador respecto al enfoque estacionario.

1.5. Objetivos

1.5.1. Objetivo general

Implementar un esquema de optimización dinámica en una columna de destilación extractiva bajo la integración de aspectos de diseño y control para la separación de una mezcla azeotrópica.

1.5.2. Objetivos específicos

- Formular un modelo matemático que describa la operación de un proceso de destilación extractiva para un caso de estudio.
- Aplicar un esquema de optimización que minimice el consumo energético de la columna a través de la modificación de las variables de diseño.
- Establecer un esquema de control que garantice la operación del proceso en las condiciones de rendimiento óptimo.
- Evaluar una función multiobjetivo que permita integrar variables de diseño y control para la mejora de la columna en términos energéticos y de operación, sujeto a perturbaciones dinámicas externas.

Capítulo 2

Marco teórico

2.1. Destilación

La destilación es un método que permite la separación de los componentes de una solución en función a su distribución entre una fase gaseosa y una líquida. Para que este proceso sea viable, es indispensable que todos los componentes puedan coexistir en ambas fases, es decir, que sean capaces de alcanzar el equilibrio líquido-vapor (ELV) ([Geankolis et al., 2018](#)). En vez de introducir una nueva sustancia en la mezcla con el fin de obtener la segunda fase (como se hace en la absorción o desorción de gases), la nueva fase se crea por evaporación o condensación parcial de la solución original.

En la destilación, una mezcla de dos o más componentes se separa en dos o más productos, que a menudo se limitan a un destilado superior y a un producto de fondo, cuyas composiciones difieren de la alimentación. La mayoría de las veces, la alimentación es un líquido o una mezcla de vapor y líquido. El producto de fondo es casi siempre un líquido, pero el destilado puede ser un líquido, un vapor o ambos ([Seader et al., 2016](#)).

La separación en cada etapa de la columna implica diversos aspectos:

1. Se debe asegurar el contacto íntimo entre las corrientes de líquido y vapor para conseguir una transferencia de masa eficiente.
2. Los componentes deben tener diferentes volatilidades, de modo que se repartan entre las fases en diferentes grados. La composición del vapor debe ser diferente a la composición

del líquido en equilibrio.

3. Las dos fases deben ser separables por gravedad o medios mecánicos.

Esta operación no aplica para cualquier mezcla. Por ejemplo, al evaporar una solución de sal y agua, se vaporiza el agua, pero la sal no; en un proceso de remoción de amoniaco, el aire es insoluble en la solución agua-amoniaco, por lo que nunca se podrá entrar en un equilibrio líquido-vapor.

2.1.1. Métodos de destilación

La destilación se puede llevar a cabo en la práctica por medio de cualquiera de dos métodos principales ([Geankoplis et al., 2018](#)): el primer método consiste en la producción de un vapor por ebullición de la mezcla líquida que se va a separar en una sola etapa, para recuperar y condensar los vapores. En este método no se permite que el líquido regrese al destilador de una sola etapa y se ponga en contacto con los vapores que se desprenden. Existen tres tipos importantes de destilación que se operan en una sola etapa: la destilación en equilibrio o instantánea, la destilación simple por lotes o diferencial y la destilación con arrastre de vapor ([Geankoplis et al., 2018](#))

El segundo método implica el retorno de una porción del destilado a la columna, con lo cual, parte del condensado fluye hacia abajo a través de una serie de etapas o platos a contracorriente con respecto a los vapores. Este segundo método se llama destilación fraccionada, destilación con reflujo o rectificación. En algunos casos, los platos pueden ser sustituidos por empaque o relleno que favorezca el contacto íntimo entre ambas fases de la mezcla.

La destilación multietapa es el método industrial más utilizado para separar mezclas químicas. Sin embargo, es una técnica que consume mucha energía, especialmente cuando la volatilidad relativa de los componentes clave que se separan es baja (<1.50). Se emplea

frecuentemente en refinerías de petróleo, donde se utiliza para separar el petróleo crudo en fracciones de petróleo, hidrocarburos ligeros (C2 a C5) y otros productos químicos orgánicos. También se usa ampliamente en la industria química, para recuperar y purificar pequeñas biomoléculas como etanol, acetona y n-butanol, y solventes (por ejemplo, alcoholes orgánicos, ácidos y cetonas) en la industria bioquímica. Sin embargo, rara vez se utiliza en bioseparaciones que involucran metabolitos biológicos más grandes, polímeros o productos termolábiles (Seader *et al.*, 2016).

2.1.2. Funcionamiento de una columna rectificadora

La destilación por etapas se puede considerar desde un punto de vista simplificado como un proceso en el cual se lleva a cabo una serie de etapas de vaporización instantánea, de manera que los productos gaseosos y líquidos de cada etapa fluyen a contracorriente. El líquido de una etapa fluye a la etapa inferior y el vapor de una etapa fluye hacia arriba a la etapa superior. Por consiguiente, en cada etapa teórica entra una corriente de vapor V y una corriente líquida L , que se mezclan y alcanzan su equilibrio por completo.

En una columna de destilación, las etapas (también llamadas casquetes de burbujeo, bandejas o platos) están distribuidas verticalmente, como se muestra de manera esquemática en la [Figura 2.1](#). En este esquema sólo se muestran 5 platos, pero por lo general el número de platos es mayor. La alimentación entra a la columna aproximadamente en la zona media de la misma, aunque su posición exacta es proporcionada por algún método de diseño.

La concentración del componente más volátil va aumentando en el vapor de una etapa a la superior siguiente y disminuye en el líquido de una etapa a la inferior siguiente. El vapor final que sale por la parte de arriba se envía a un condensador y se extrae una porción del producto líquido (destilado), mientras que el líquido remanente en el condensador regresa (refluja) al plato superior.

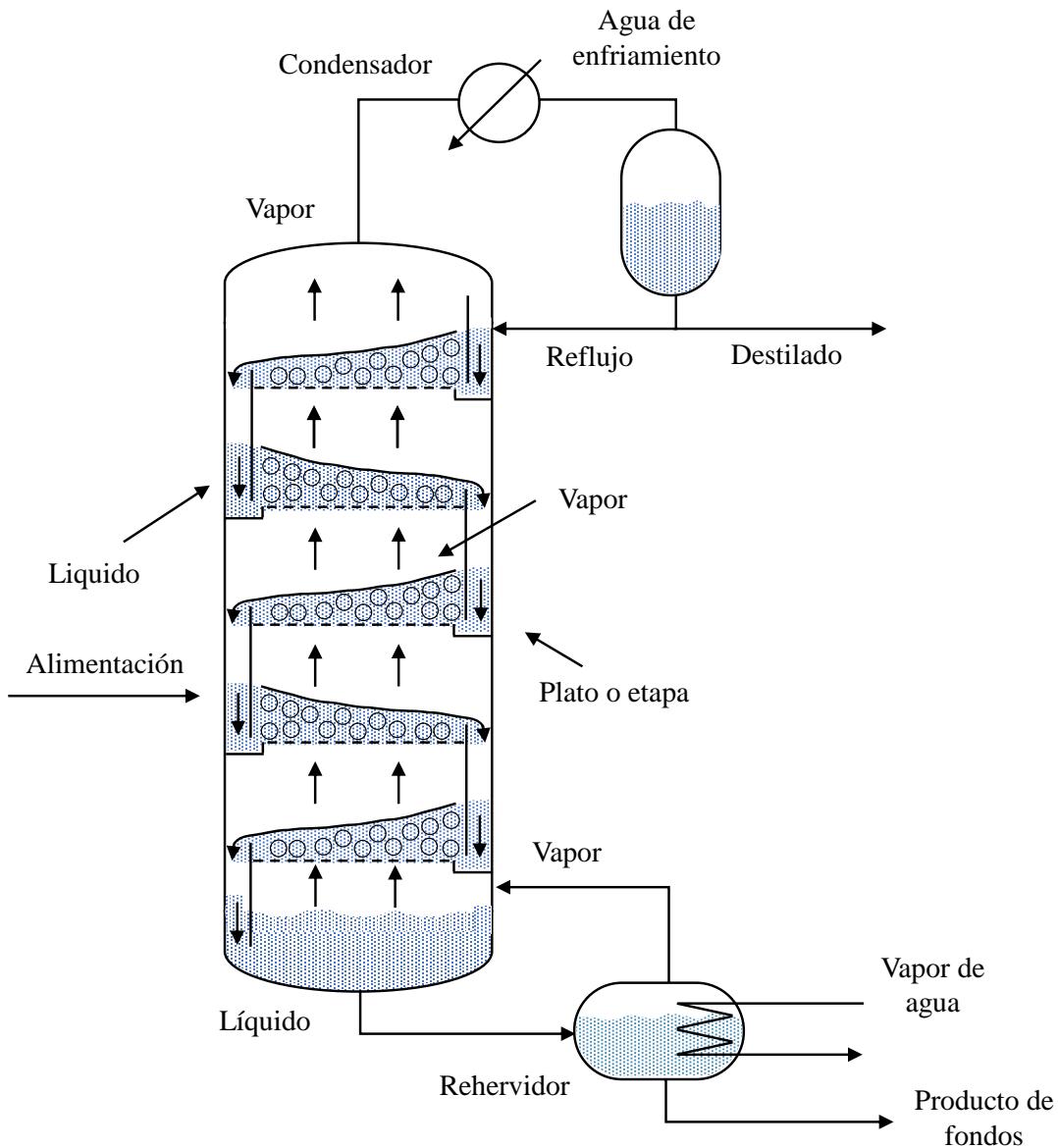


Figura 2.1. Columna rectificadora

El líquido que sale por el plato inferior entra a un rehervidor, donde se vaporiza parcial o totalmente, y el líquido remanente, que es rico en el componente menos volátil, se extrae como producto líquido (si el rehervidor es total, parte del líquido que sale del último plato sale directamente de la columna). El vapor generado regresa a la etapa o plato inferior.

Toda columna de destilación tiene dos secciones principales: La sección de enriqueci-

miento, que va del plato de alimentación al condensador y la sección de empobrecimiento, que va del plato de alimentación al rehervidor. Los balances de materia y energía se particularizan a cada sección.

2.1.3. Parámetros de diseño

Los factores que influyen en el diseño o análisis de una columna de destilación son ([Seader et al., 2016](#)):

- Caudal, composición, temperatura y presión de alimentación.
- Grado deseado de separación de componentes.
- Presión de operación (que debe ser inferior a la presión crítica de la mezcla)
- Caída de presión, en particular para la operación al vacío.
- Relación de reflujo mínima y relación de reflujo real.
- Número mínimo de etapas de equilibrio y número real de etapas de equilibrio (eficiencia de la etapa).
- Tipo de condensador (total, parcial o mixto)
- Grados de subenfriamiento del reflujo de líquido
- Tipo de rehervidor (parcial o total).
- Tipo de bandejas o empaque.
- Altura de la columna.
- Etapa de entrada de alimentación
- Diámetro de la columna.
- Componentes internos de la columna y materiales de construcción.

2.2. Equilibrio líquido-vapor

En termodinámica, el equilibrio se refiere a la ausencia de cambios o de cualquier tendencia a presentar variaciones en una escala macroscópica. Por lo tanto, en un sistema en equilibrio todas las fuerzas se encuentran en un balance exacto. En la práctica de la ingeniería, este concepto se justifica cuando conduce a resultados de exactitud satisfactoria (Ness *et al.*, 2017). Dentro de los diversos esquemas de equilibrio que existen, se encuentra el equilibrio líquido-vapor (ELV), el cual considera el estado de coexistencia de ambas fases, siendo útil para calcular la distribución de los componentes en una mezcla sometida a condensación o vaporización parcial (Geankoplis *et al.*, 2018).

Para describir un sistema en equilibrio, es necesario especificar un cierto número de variables intensivas (aquellas que no dependen del tamaño del sistema) que permiten determinar el estado del resto. A este número se le conoce como grados de libertad, y se calcula mediante la regla de las fases de Gibbs (Felder *et al.*, 2020), la cual establece que, en ausencia de reacciones químicas:

$$\text{grados de libertad} = \text{número de componentes} - \text{número de fases} + 2 \quad (2.1)$$

Por ejemplo, en una mezcla binaria (dos componentes: *A* y *B*) con dos fases (líquido y vapor), el número de grados de libertad es 2. Las variables que describen el equilibrio en este sistema son: la temperatura (*T*), la presión (*P*), y las fracciones molares de *A* y *B* en ambas fases: en el líquido (x_A, x_B) y en el vapor (y_A, y_B). Dado que se tienen dos grados de libertad, si se fija una de las variables (por ejemplo, la presión), sólo es posible especificar una variable adicional de forma independiente. Así, si se establece la composición de la fase líquida, la temperatura y la composición de la fase vapor quedan automáticamente determinadas por las condiciones de equilibrio (Geankoplis *et al.*, 2018).

La ley de Raoult es un modelo ideal que describe el ELV. Se basa en la suposición

de que la fase vapor es un gas ideal y que la fase líquida es una solución ideal, por lo tanto, solo aplica en presiones bajas a moderadas y para especies químicamente semejantes entre sí, como benceno-tolueno, hexano-heptano o etanol-propanol (Geankolis *et al.*, 2018). Su expresión matemática es:

$$y_i P = x_i P_i^\circ \quad (2.2)$$

donde P es la presión del sistema, P_i° es la presión de vapor de i puro, y x_i y y_i es la fracción molar de i en la fase líquida y de vapor respectivamente.

Para mezclas con especies químicamente distintas, pero con un comportamiento aproximadamente ideal en la fase vapor, se puede hacer uso de la ley de Raoult modificada, la cual incorpora a los coeficientes de actividad γ_i como un factor de corrección al comportamiento real de la mezcla:

$$y_i P = x_i P_i^\circ \gamma_i \quad (2.3)$$

Existen diversos modelos para el cálculo de los coeficientes de actividad, los cuales adquieren mayor complejidad con base al número de parámetros o coeficientes experimentales que se requieren. Existen de dos tipos: los empíricos y los locales. Los modelos empíricos están basados en ajustes matemáticos a datos experimentales, tienen pocos parámetros y están diseñados para mezclas binarias, por lo que su aplicación en mezclas multicomponentes es limitada. Ejemplos de estos modelos son las ecuaciones de Margules, la expansión de Redlich-Kister y las ecuaciones de Van Laar (Ness *et al.*, 2017).

Por su parte, los modelos de composición local consideran que la distribución de los componentes de una solución depende de las interacciones energéticas que rodean a cada molécula (Sandoval-González, 2004). En consecuencia, estos modelos incorporan conceptos fisicoquímicos como interacciones específicas, asimetría en el tamaño molecular y polaridad. Aunque requieren de un mayor número de parámetros, ofrecen una mejor capacidad predictiva, especialmente en mezclas multicomponentes (Herrera-Calderón y Beltrán-Herrera, 2012), y resultan adecuados para representar sistemas altamente no ideales. El concepto lo introdujo

G. M. Wilson en 1964 con la publicación de un modelo conocido como la ecuación de Wilson. El éxito de esta ecuación en la descripción del ELV propició el desarrollo de modelos alternativos de composición local, destacando la ecuación NRTL (*Non-Random-Two-Liquid*) de Renon y Prausnitz, la ecuación UNIQUAC (*UNIversal QUAsi-Chemical*) de Abrams y Prausnitz y el método UNIFAC de Fredenslund, Jones, y Prausnitz (Ness *et al.*, 2017).

2.2.1. Método NRTL

El método *Non-Random Two-Liquid* (NRTL) (Renon y Prausnitz, 1968) es un modelo que correlaciona los coeficientes de actividad de un compuesto con sus fracciones molares en la fase líquida correspondiente y se aplica frecuentemente en el campo de la Ingeniería Química para calcular los equilibrios de fases.

El modelo NRTL puede describir equilibrios líquido-vapor (ELV) y líquido-líquido (ELL) de cualquier combinación de compuestos polares y no polares, así como de soluciones fuertemente no ideales, a través de parámetros de interacción binaria (Herrera-Calderón y Beltrán-Herrera, 2012). Muchos de los parámetros binarios para ELV y ELL vienen de la literatura o de la regresión de datos experimentales y deben ajustarse al rango de temperatura, presión y composición de operación. Ningún componente debe estar cerca de su temperatura crítica.

Para sistemas moderadamente no ideales, la ecuación NRTL no presenta especiales ventajas sobre modelos más simples como Van Laar. Sin embargo, para sistema altamente no ideales, y especialmente para sistemas parcialmente miscibles, la ecuación NRTL proporciona una buena representación de los datos experimentales si se obtienen cuidadosamente los parámetros ajustables (Sandoval-González, 2004). Además, se le suele dar preferencia sobre otros modelos de composición local en sistemas con interacciones asimétricas o con puentes de hidrógeno, como etanol-agua o acetona-cloroformo (Poling *et al.*, 2001)

La ecuación generalizada para el cálculo de los coeficientes de actividad en mezclas multicomponentes (Poling *et al.*, 2001) es:

$$\ln(\gamma_i) = \frac{\sum_{j=1}^n x_j \tau_{ji} G_{ji}}{\sum_{k=1}^n x_k G_{ki}} + \sum_{j=1}^n \frac{\sum_{k=1}^n x_k G_{kj}}{\sum_{k=1}^n x_k G_{kj}} \left(\tau_{ij} - \frac{\sum_{m=1}^n x_m \tau_{mj} G_{mj}}{\sum_{k=1}^n x_k G_{kj}} \right) \quad (2.4)$$

donde:

$$G_{ij} = \exp(-\alpha_{ij} \tau_{ij}) \quad (2.5)$$

$$\alpha_{ij} = a_{ij} + b_{ij} T \quad (2.6)$$

$$\tau_{ij} = A_{ij} + \frac{B_{ij}}{T} + \frac{C_{ij}}{T^2} + D_{ij} \ln(T) + E_{ij} T^{F_{ij}} \quad (2.7)$$

τ_{ij} es un parámetro energético característico de la interacción entre los componentes i, j . El parámetro α_{ij} describe el grado de no-aleatoriedad de la mezcla; cuando $\alpha_{ij} = 0$, las moléculas se encuentran completamente al azar y la ecuación se reduce a Margules de dos constantes, mientras que valores mayores indican que hay una fuerte tendencia a formar patrones o segregaciones locales. Las constantes a_{ij} , b_{ij} , A_{ij} , B_{ij} , ... son los parámetros de interacción binaria experimentales. Generalmente, α_{ij} se ajusta a una constante y τ_{ij} a los dos primeros términos de la [ecuación 2.7](#).

2.2.2. Mezclas azeotrópicas

En la [Figura 2.2](#) se muestran dos formas comunes de graficar los datos de equilibrio. En el inciso a) se muestra la variación de la fracción molar de la fase líquida x_a y de la fase vapor y_a respecto a la temperatura de equilibrio, mientras que en el inciso b) se traza una curva de y_a en función de x_a , ambas para el sistema benceno (a) – tolueno (b). Se incluye una línea de

45° para mostrar que la fracción de vapor es mayor que la fracción líquida. Estos diagramas son típicos de un sistema ideal que sigue la ley de Raoult.

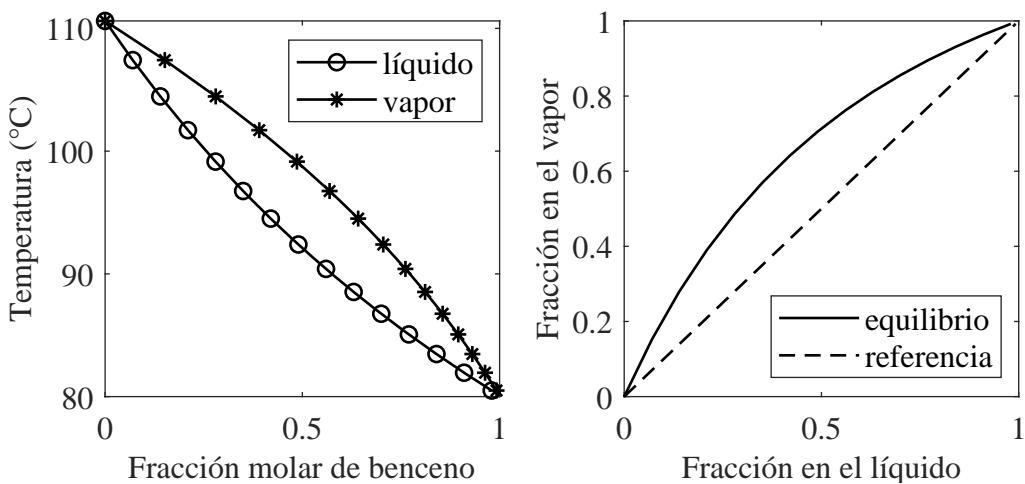


Figura 2.2. ELV en la mezcla benceno [1] – tolueno [2] ($P = 1$ atm). a) Diagrama T vs x_a, y_a , b) Diagrama y_a vs x_a .

Los sistemas no ideales difieren considerablemente. En la [Figura 2.3](#) se muestra el diagrama de equilibrio para dos mezclas de este tipo. Como se puede observar, a cierta temperatura existe un máximo o un mínimo en las curvas de equilibrio, en los cuales se iguala la composición de x y y . Este fenómeno se conoce como azeótropo y toda mezcla que lo presente se conoce como mezcla azeotrópica, las cuales son de especial interés en los procesos de destilación por lo compleja que resulta su separación ([Sandler, 2017](#)). Si el valor extremo de la temperatura es un máximo (es decir, la temperatura de equilibrio vapor-líquido de la mezcla es mayor que el punto de ebullición de cualquiera de los componentes puros a la temperatura elegida), entonces se dice que la mezcla tiene un azeótropo de ebullición máxima ([Figura 2.3a](#)); este se produce cuando existen desviaciones negativas de la ley de Raoult, es decir, cuando el coeficiente de actividad de una o más especies es menor que 1. De igual manera, si la temperatura azeotrópica es inferior a los puntos de ebullición de ambos componentes puros, la mezcla tiene un azeótropo de mínima ebullición ([Figura 2.3b](#)); el coeficiente de actividad de al menos una de las especies de la mezcla es mayor que la unidad, y existen desviaciones positivas de la ley de Raoult. Este es el caso más común ([Sandler, 2017](#)).

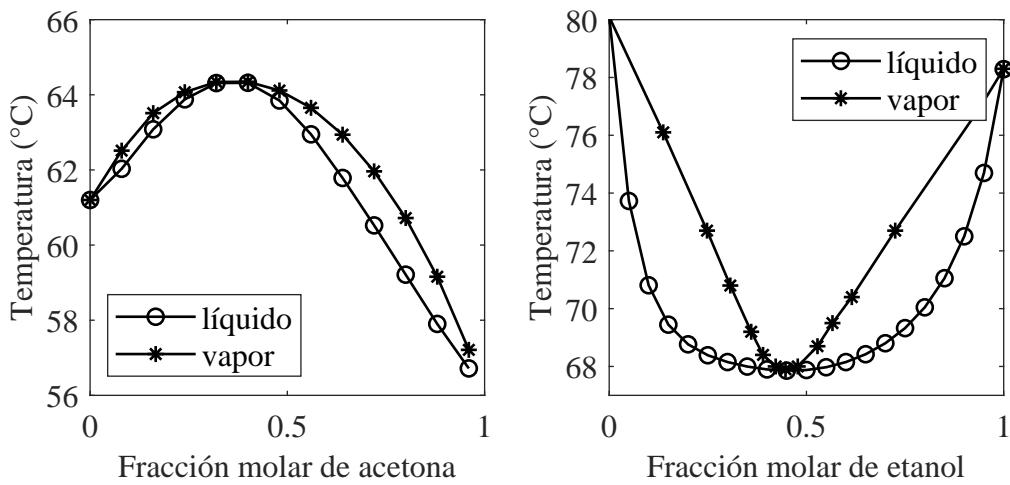


Figura 2.3. Diagramas de equilibrio para mezclas no ideales ($P = 1$ atm), a) acetona – cloroformo, b) etanol-benceno.

2.3. Destilación extractiva

Cuando los componentes de una mezcla tienen temperaturas de ebullición cercanas, es difícil alcanzar altas purezas por destilación simple, debido a la formación de azeótropos. En tales sistemas es posible mejorar la separación adicionando un nuevo componente que modifique la volatilidad relativa del resto, llamado agente de arrastre o arrastrador (Seader *et al.*, 2016). Por lo general, los componentes de una mezcla azeotrópica tienen coeficientes de actividad similares, ya sean mayores o menores a 1, por lo cual son más estables juntos que separados (Ness *et al.*, 2017), sin embargo, al introducir el agente de arrastre, se generan fuerzas intermoleculares más grandes con alguno de los componentes (a través de puentes de hidrógeno, fuerzas de dispersión de London, etc.), generando una disparidad entre los valores de γ y permitiendo así la separación. Este proceso recibe el nombre de destilación extractiva y es análogo a la extracción líquido-líquido con una fase adicional de vapor (Gerbaud *et al.*, 2019).

Para saber si es factible, se debe verificar que ocurra un cambio suficiente en la volatilidad relativa dentro de los componentes separados cuando se agrega el agente de arrastre.

Mientras mayor sea el coeficiente de actividad, mayor será la tendencia de los componentes a volatilizarse (Seader *et al.*, 2016). El efecto del disolvente sobre mezclas azeotrópicas ha sido estudiado teórica y experimentalmente (Sun *et al.*, 2019; Cignitti *et al.*, 2019).

La destilación extractiva se puede dividir en tres tipos según el modo de funcionamiento: continua, discontinua o semicontinua. Así mismo, se puede emplear un agente de arrastre pesado, ligero o intermedio, es decir, una sustancia que incremente la separación entre los componentes de la mezcla cuyo punto de ebullición sea mayor, menor o intermedio al de estos (Gerbaud *et al.*, 2019). En el presente trabajo, se centrará la atención en los procesos continuos que emplean agentes de arrastre pesados, que es el caso más recurrente en la industria.

La [Figura 2.4](#) muestra un esquema de destilación extractiva convencional. Como se puede observar, para la separación de una mezcla binaria AB , se requieren dos columnas de destilación. La primera se conoce como columna extractiva y en ella ocurre el contacto entre el agente de arrastre (S) y los componentes de la mezcla a separar. El componente “arrastrado” generalmente es el de mayor punto de ebullición, siempre que el agente sea pesado. Así mismo, se cuenta con dos entradas, una para S y otra AB , generando tres zonas a través de la columna: La zona de enriquecimiento, la zona extractiva y la zona de empobrecimiento. Generalmente, S se alimenta en los primeros platos de la columna y AB en la zona intermedia-inferior. Como destilado, se obtiene el componente más volátil (A) y en los fondos, el otro componente de la mezcla y el agente de arrastre, los cuales pasan a la columna recuperativa. En esta segunda columna, como su nombre lo dice, se recupera el agente de arrastre y se recircula a la primera columna, con el afán de disminuir los costos del proceso (el agente de arrastre suele tener un costo más elevado que el de los componentes a separar y desecharlo volvería inviable al proceso). Se busca que el agente de arrastre salga lo más puro posible para alimentar la mínima cantidad de una corriente fresca.

Esta operación se suele aplicar en la separación de hidrocarburos con punto de ebulli-

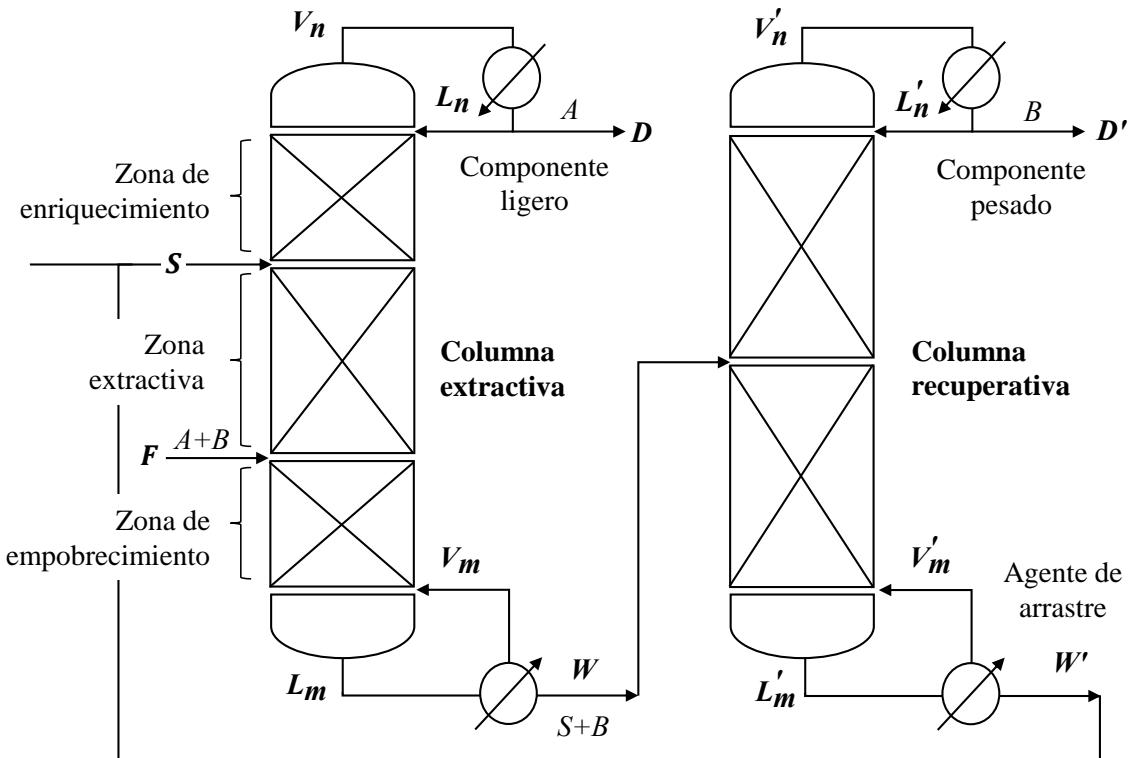


Figura 2.4. Esquema general del proceso de destilación extractiva

ción cercano, como mezclas de C4, C5, C6, etc., así como en la separación de mezclas que presentan un azeótropo como alcohol/agua, ácido acético/agua, acetona/metanol, metanol/acetato de metilo, etanol/acetato de etilo, acetona/éter etílico, etc (Lei *et al.*, 2003).

Por lo general, existe un valor límite de alimentación en el agente de arrastre. Diversos investigadores han concluido que existe un rango óptimo para el contenido del arrastrador y para el número de etapas en la sección extractiva. Un alto contenido de agente de arrastre requiere menos bandejas y menos costos de capital, pero impacta el consumo de energía a través de la vaporización (Gerbaud *et al.*, 2019).

Aunque existen otras alternativas para la separación de mezclas azeotrópicas, como la destilación azeotrópica, la destilación extractiva ofrece ciertas ventajas que la hacen más competitiva para su implementación a nivel industrial. Una de ellas es la reducción en el consumo energético del proceso, ya que el agente de arrastre (que suele tener un punto de

ebullición elevado) se recupera casi en su totalidad por el fondo de la columna. Al no requerir su vaporización, la carga térmica del rehervidor se reduce significativamente. Además, diversas mezclas que no pueden separarse mediante destilación azeotrópica pueden ser tratadas de manera efectiva mediante destilación extractiva (Gerbaud y Rodriguez-Donis, 2014).

2.4. Técnicas de control

El control automático consiste en mantener ciertas variables de un proceso en sus valores de operación deseados, a pesar de los cambios que puedan presentarse, lo que permite garantizar los estándares requeridos de seguridad, calidad y producción (Roffel y Betlem, 2007).

En un esquema de control, la variable controlada es aquella que se desea mantener en un valor deseado, por ejemplo, la temperatura o concentración de salida de algún proceso (algunas veces también se utiliza el término de variable del proceso). La referencia o *set point* (SP) es el valor deseado de la variable controlada. Por su parte, la variable manipulada es aquella que se utiliza para mantener la variable controlada en su referencia; en muchas ocasiones, la posición de una válvula que controla el flujo de alguna corriente del proceso es la variable manipulada. Finalmente, cualquier cosa que haga que la variable controlada se desvíe de su referencia se conoce como perturbación. En la mayoría de los procesos hay un importante número de perturbaciones, tales como la temperatura de entrada al proceso, el caudal, la variación en la transferencia de calor o trabajo, las condiciones ambientales, la composición del fluido del proceso, etcétera (Roffel y Betlem, 2007).

Ahora que se han definido estos términos, es posible expresar formalmente que el objetivo del control automático de procesos es ajustar a la variable manipulada para mantener la variable controlada en su referencia a pesar de las perturbaciones (Smith y Corripio, 2014).

2.4.1. Elementos de un sistema de control

Los sistemas de control están compuestos por diversos elementos. Lo primero que se realiza es la medición de la variable controlada mediante un sensor (ya sea de temperatura, de humedad, de flujo, de presión, etc. según sea el caso). Por lo general, está conectado físicamente a un transmisor, el cual toma la salida del sensor y la convierte en una señal con la suficiente intensidad para transmitirla a un controlador. Entonces el controlador recibe esta señal y la compara con el *set point* (la diferencia entre estos dos valores se conoce como error y lo ideal es que sea igual a cero). De acuerdo con la magnitud del error, el controlador decide qué hacer para mantener la variable controlada en el valor deseado y envía una señal al elemento final de control para modificar a la variable manipulada (Figura 2.5). Este esquema se conoce como control por retroalimentación y es el más empleado a nivel industrial por su simplicidad y buenos resultados (Smith y Corripio, 2014).

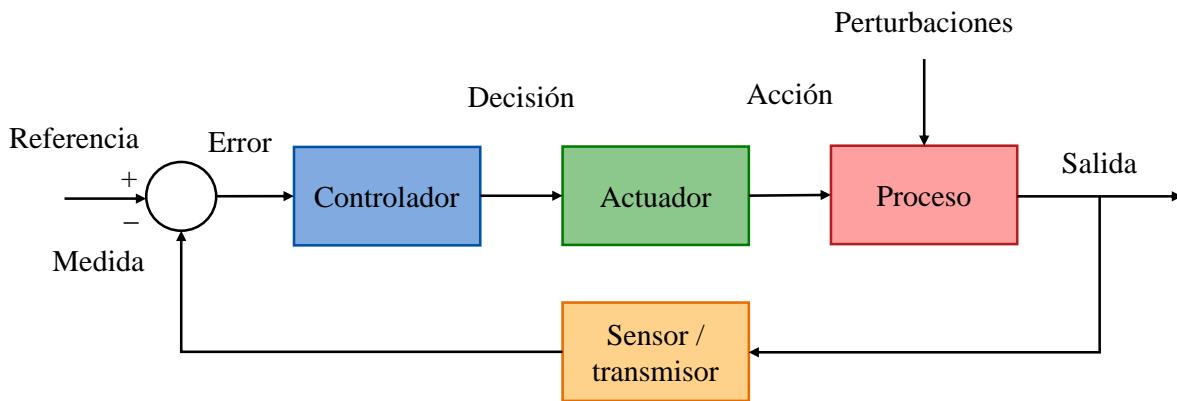


Figura 2.5. Partes de un esquema de control

La importancia de estos componentes radica en que realizan las tres operaciones básicas de todo sistema de control: medición, decisión y acción. Estas tres operaciones siempre deben estar enlazadas, es decir, la decisión se toma con base en la medición y la acción se implementa con base en la decisión. Si la acción ejecutada no afecta a la medición, hay una falla importante en el diseño y no se logrará el control; cuando ocurre esto, se dice que existe una condición de lazo abierto. Cuando el controlador sí está conectado al proceso y compara

la referencia con la variable controlada a fin de ejercer la acción correctiva pertinente, se dice que se tiene un control de lazo cerrado.

2.4.2. Control PID

Existen diversos tipos de controladores que se pueden emplear para regular una o varias variables de proceso. Los controladores más utilizados en la industria son los de tipo P, PI y PID. La decisión que toma un PID se basa en la siguiente ecuación:

$$u(t) = \bar{u} + K_C \left(e(t) + \frac{1}{\tau_I} \int e(t) dt + \tau_D \frac{de(t)}{dt} \right) \quad (2.8)$$

donde:

- $u(t)$ es la salida del controlador, es decir, la variable manipulada.
- \bar{u} es la salida del controlador cuando el error es cero (valor nominal o lazo abierto).
- K_C es la ganancia del controlador.
- τ_I es el tiempo integral.
- τ_D es el tiempo derivativo.
- $e(t)$ es el error. Se calcula con la siguiente ecuación:

$$e(t) = y_{ref}(t) - y(t) \quad (2.9)$$

siendo:

- a. $y_{ref}(t)$ la referencia o set point.
- b. $y(t)$ la variable controlada, es decir, la lectura del sensor-transmisor.

Entiéndase la diferencia entre cada controlador (Smith y Corripio, 2014):

El control Proporcional (P), como su nombre lo dice, mantiene una relación proporcional entre la salida del controlador y la variable controlada, en función del tamaño del error y K_C . Este último parámetro, establece la sensibilidad del controlador ante un error, ya que mientras más grande sea, mayor será la magnitud de $u(t)$ ante un cierto error. Su principal ventaja es que solo contiene un parámetro de sintonización, no obstante, presenta un inconveniente importante: la variable controlada tiende a la estabilidad en un valor distinto a la referencia; esta desviación se conoce como *offset* o error de estado estacionario. Mientras más grande sea la ganancia del controlador, menor será el corrimiento de la variable de proceso, disminuyendo así el *offset*. No obstante, a la par, la respuesta del proceso se vuelve más oscilatoria, por lo que habrá que tener cuidado en no caer en una sobreoscilación (*overshoot*) excesiva; inclusive, existe el concepto de “ganancia última” para expresar a la ganancia máxima del controlador antes de la inestabilidad.

Por su parte, el control Integral (I) tiene como propósito disminuir y eliminar el error en estado estacionario provocado por el modo Proporcional. El control Integral actúa cuando hay una desviación entre la variable y el set point, integrando el error para un periodo de tiempo (es decir, lo suma) y lo agrega a la acción proporcional para obtener el control PI. Bajo este esquema, mientras el error esté presente, el controlador continúa cambiando su salida. Una vez que el error desaparece (se hace cero), $y(t)$ se mantiene constante. El hecho de que el error sea cero no significa que el valor de la integral sea cero: significa que permanece constante en el último valor. La gran mayoría de procesos se ajusta a este tipo de controladores.

La acción Derivativa (D) se manifiesta cuando hay un cambio en el valor absoluto del error; si el error es constante, solamente actúan los modos proporcional e integral. La función de la acción derivativa es mantener el error al mínimo corrigiéndolo proporcionalmente con la misma velocidad que se produce; de esta manera evita que el error se incremente. Si la pendiente del error es baja, la acción correctiva también lo será. Se deriva respecto al tiempo

y se multiplica por $K_C \tau_D$, luego se suma a las señales anteriores PI, para obtener el control PID. Es importante adaptar la respuesta de control a los cambios en el sistema, ya que una mayor derivativa (una pendiente del error alta) corresponde a un cambio más rápido. El tiempo óptimo de acción derivativa es el que retorna la variable controlada al set point con las mínimas oscilaciones. La gran mayoría de los controladores PID reales, incluyen un cuarto término de sintonización para brindar mejores resultados.

2.5. Estrategias de optimización

La optimización es el uso de métodos específicos para determinar la solución más rentable y eficiente a un problema o diseño de un proceso. Esta técnica es una de las principales herramientas cuantitativas en la toma de decisiones industriales. La optimización puede resolver una amplia variedad de problemas en el diseño, construcción, operación y análisis de plantas químicas (así como muchos otros procesos industriales) (Edgar *et al.*, 2001).

En todo problema de optimización, se tiene una o varias variables de decisión $X = [x_1, x_2, \dots, x_N]$, las cuales se pueden modificar para alcanzar un objetivo de optimización. También se tiene una función objetivo $f(X) = f(x_1, x_2, \dots, x_n)$, la cual expresa la relación entre las variables de decisión y el proceso. Por último, se tienen restricciones de igualdad o desigualdad, que acotan la región en donde existen las variables de decisión.

Siempre se busca alcanzar el valor mínimo o máximo de la función objetivo y la solución consiste en los valores de X que permiten conseguirlo. Una representación matemática de un problema de minimización sería:

$$\min_X f(X) \quad (2.10)$$

Sujeto a:

$$g(X) = 0 \quad (2.11)$$

$$h(X) \geq 0 \quad (2.12)$$

Donde $g(X)$ es un vector de ecuaciones y $h(X)$ un vector de inecuaciones, que pueden ser de tipo lineal o no lineal.

Existen diversas técnicas modernas de optimización, las cuales se han traducido en métodos y algoritmos computacionales, los cuales han madurado lo suficiente para que estén disponibles de forma rápida y confiable en la resolución de diversos tipos de problemas.

La literatura muestra una amplia gama de técnicas de optimización, sin embargo, se puede realizar una clasificación general de estos problemas (Edgar *et al.*, 2001). Las variables de decisión pueden ser discretas (enteras) o continuas. Si el problema solo involucra variables enteras, lleva por nombre Programación Entera (IP, por sus siglas en inglés). Los problemas con variables continuas se pueden resolver con o sin metodologías basadas en gradientes. Ejemplos de métodos con gradiente son: Programación Lineal (LP), Programación Cuadrática (QP) y Programación No Lineal (NLP), mientras que los métodos sin gradiente incluyen la búsqueda directa o la búsqueda estocástica. Cuando el problema de optimización tiene variables discretas y continuas, se recurre a un problema de Programación Mixta Entera No Lineal (MINLP) o Programación Mixta Entera Lineal (MILP), de acuerdo con la estructura de la función objetivo y las restricciones.

Dependiendo de las variables consideradas, los problemas de optimización de la destilación extractiva son de diversos tipos: NLP cuando se consideran únicamente variables continuas (reflujo, caudal del arrastrador, presión, carga térmica); MINLP cuando se agregan variables enteras (número total de bandejas, ubicación del plato de alimentación de la mezcla y del agente de arrastre para la columna de extracción y de regeneración, etc.).

Si las ecuaciones del modelo se conocen explícitamente, como en el caso de utilizar MATLAB, GAMS u otro entorno de modelado basado en ecuaciones, el problema de optimización suele ser MINLP ([Gerbaud *et al.*, 2019](#)). El algoritmo de optimización (solucionador) puede elegirse entre los que ya están disponibles en el entorno de modelado o pueden programarlo los propios investigadores. De igual forma, la aplicación de los métodos abarca problemas en estado estacionario o dinámico, modificando el algoritmo según corresponda, por ejemplo, se puede minimizar la energía de una columna en estado estable o en estado transitorio considerando los efectos de una acción de control.

Capítulo 3

Metodología

Esta sección presenta la secuencia metodológica del proyecto (Figura 3.1). En primer lugar, se modela una columna de destilación extractiva para la separación de la mezcla etanol-agua, utilizando glicerol como agente de arrastre. El modelo se valida comparando los resultados obtenidos con los de algún simulador comercial. A partir de este modelo, se desarrolla un esquema de optimización enfocado en reducir el consumo energético mediante la modificación de las variables de diseño. Con base en las condiciones óptimas, se implementa un sistema de control capaz de compensar perturbaciones comunes del proceso. Finalmente, se plantea un problema de optimización multiobjetivo que considera el comportamiento dinámico del sistema, con el objetivo de mejorar tanto el desempeño del esquema de control como la carga energética del rehervidor. En una segunda etapa, se repite la metodología considerando la simulación del proceso completo, es decir, incorporando la columna recuperativa y la recirculación. Todos los cálculos se realizaron en MATLAB R2023a.

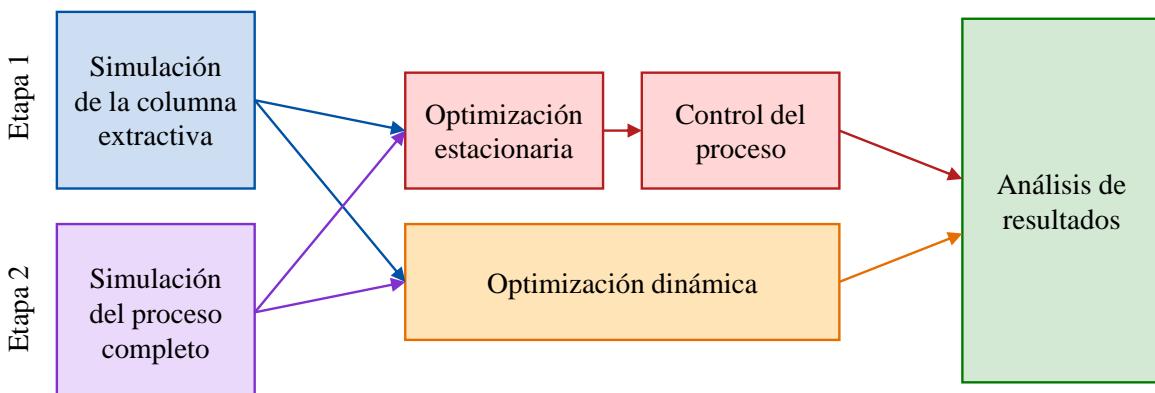


Figura 3.1. Secuencia metodológica

3.1. Modelado del proceso

Se desarrolla el modelo matemático que describe el comportamiento dinámico de las columnas de destilación extractiva y de regeneración, a partir de una adaptación de los balances propuestos por [Kumar *et al.* \(1984\)](#) y [Paranjape \(1993\)](#). Para tener un mejor contexto del caso de estudio y facilitar la comprensión del modelo, en la [Figura 2.4](#) se muestra el esquema completo del proceso. Los resultados obtenidos se comparan con los generados por el simulador comercial Aspen Plus V14.

3.1.1. Balances generales

De forma general, el balance de materia que se genera en el plato n de una columna de destilación es:

$$\frac{dm_n}{dt} = L_{n-1} - L_n + V_{n+1} - V_n \quad (3.1)$$

donde V representa el flujo molar de vapor, L el flujo de la corriente líquida y m_n los moles que alberga el plato n . La [Figura 3.2](#) representa el flujo de ambas corrientes a través de un plato; como se puede apreciar, las etapas de la columna se enumeran de arriba hacia abajo, siendo la última etapa N el rehervidor.

Por otro lado, al considerar que los moles de vapor que se acumulan en cada plato son despreciables en comparación a los de líquido, se obtiene que el balance por componentes de la especie i en el plato n es:

$$m_n \frac{dx_n^i}{dt} = x_{n-1}^i L_{n-1} - x_n^i L_n + y_{n+1}^i V_{n+1} - y_n^i V_n - x_n^i \frac{dm_n}{dt} \quad (3.2)$$

siendo x_n la fracción molar de la fase líquida y y_n la fracción de la fase vapor; el término $x_n^i \frac{dm_n}{dt}$ surge de aplicar la derivada al producto $x_n^i m_n$. Esta suposición es válida para columnas

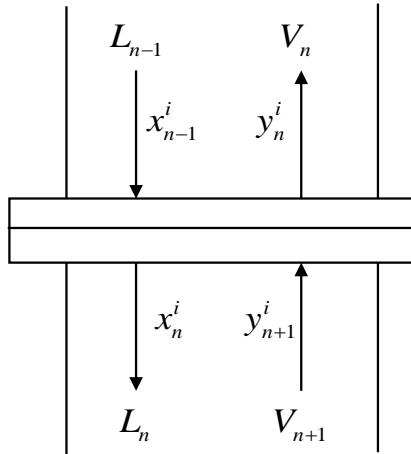


Figura 3.2. Balance de materia para el plato n

que operen con presiones bajas e intermedias, ya que la moles en un plato no son iguales a los flujos de entrada o salida, sino a una cierta cantidad de fluido estancado. El número de balances por especie necesarios es igual al número de componentes de la mezcla menos uno, ya que la sumatoria de las fracciones molares siempre debe dar la unidad, por lo que la composición del componente que no tiene balance se puede calcular a través de este principio.

Así mismo, se debe considerar una ecuación hidráulica para la variación del flujo de líquido en cada plato. Para una etapa n se tiene:

$$\frac{dL_n}{dt} = \frac{L_{n-1} + V_{n+1} - L_n - V_n}{HTC} \quad (3.3)$$

donde HTC es la constante hidráulica temporal, la cual refleja el tiempo de retención del fluido en cada una de las etapas. Su valor no afecta a los resultados del estado estable, solo genera una dinámica más o menos lenta (algo similar a lo que ocurre con las condiciones iniciales de los moles en cada plato, a mayor cantidad de masa, mayor será el tiempo que tardará en alcanzar el estado estacionario). Aunque existen otras ecuaciones hidráulicas de mayor complejidad, esta basta para tener una primera aproximación del comportamiento dinámico de la columna, con relación al líquido que se puede acumular en cada plato.

Por su parte, los flujos de vapor se calculan mediante la simplificación del balance de energía en estado dinámico:

$$m_n \frac{dh_n}{dt} + h_n \frac{dm_n}{dt} = h_{n-1}L_{n-1} + V_{n+1}H_{n+1} - L_nh_n - V_nH_n \quad (3.4)$$

donde h_n y H_{n+1} son las entalpías específicas de las fases de líquido y vapor, respectivamente, en el plato n (de nuevo se considera que los moles de vapor acumulados son despreciables respecto a los de líquido, por lo que la entalpía total en cada plato será igual a la moles de líquido contenidos por la entalpía específica correspondiente a esta fase). Generalmente, la derivada $\frac{dh_n}{dt}$ es despreciable respecto a los demás términos (comprobado experimentalmente por [Morris y Svreck \(1981\)](#) y [Paranjape \(1993\)](#)), por lo que al sustituir la [ecuación 3.1](#) en la [ecuación 3.4](#) y reordenar, se obtiene:

$$V_n = \frac{L_{n-1}(h_{n-1} - h_n) + V_{n+1}(H_{n+1} - h_n)}{H_n - h_n} \quad (3.5)$$

En el plato de alimentación de la mezcla (N_F), se tiene una entrada de materia adicional, por lo que los balances anteriores se transforman en:

$$\frac{dm_{N_F}}{dt} = L_{N_F-1} - L_{N_F} + V_{N_F+1} - V_{N_F} + F \quad (3.6)$$

$$m_{N_F} \frac{dx_{N_F}^i}{dt} = x_{N_F-1}^i L_{N_F-1} - x_{N_F}^i L_{N_F} + y_{N_F+1}^i V_{N_F+1} - y_{N_F}^i V_{N_F} + z_F^i F - x_{N_F}^i \frac{dm_{N_F}}{dt} \quad (3.7)$$

$$\frac{dL_{N_F}}{dt} = \frac{L_{N_F-1} + V_{N_F+1} - L_{N_F} - V_{N_F} + F}{HTC} \quad (3.8)$$

$$V_{N_F} = \frac{F(h_F - h_{N_F}) + L_{N_F-1}(h_{N_F-1} - h_{N_F}) + V_{N_F+1}(H_{N_F+1} - h_{N_F})}{H_{N_F} - h_{N_F}} \quad (3.9)$$

siendo F el flujo molar de alimentación, z_F^i la fracción molar del componente i (independientemente de la fase en la que se encuentre) y h_F la entalpía específica.

Se considera un condensador total y un rehervidor parcial para ambas columnas, por

lo tanto, se tiene un balance particular para el plato 1 y para el rehervidor. Los balances de materia para tales etapas extremas son:

Balance hidráulico en el condensador:

$$\frac{dL_0}{dt} = \frac{V_1 - L_0 - D}{HTC} \quad (3.10)$$

Balances para el plato 1:

$$\frac{dm_1}{dt} = L_0 - L_1 + V_2 - V_1 \quad (3.11)$$

$$m_1 \frac{dx_1^i}{dt} = y_1^i L_0 - x_1^i L_1 + y_2^i V_2 - y_1^i V_1 - x_1^i \frac{dm_1}{dt} \quad (3.12)$$

$$\frac{dL_1}{dt} = \frac{L_0 + V_2 - L_1 - V_1}{HTC} \quad (3.13)$$

$$V_1 = \frac{L_0(h_D - h_1) + V_2(H_2 - h_1)}{H_1 - h_1} \quad (3.14)$$

Balances para el rehervidor (etapa N):

$$\frac{dm_N}{dt} = L_{N-1} - W - V_N \quad (3.15)$$

$$m_N \frac{dx_N^i}{dt} = x_{N-1}^i L_{N-1} - x_N^i W - y_N^i V_N - x_N^i \frac{dm_N}{dt} \quad (3.16)$$

$$\frac{dW}{dt} = \frac{L_{N-1} - W - V_N}{HTC} \quad (3.17)$$

$$V_N = WR_B \quad (3.18)$$

donde:

$$W = L_N \quad (3.19)$$

$$D = \frac{L_0}{R} \quad (3.20)$$

De las ecuaciones anteriores, R es la razón de reflujo, la cual representa la relación entre el condensado que retorna a la columna (L_0) y el destilado (D) que se extrae. Por otro lado, R_B corresponde a la razón de fondos, que indica la relación entre el vapor que sale del rehervidor (V_N) y el flujo de fondo (W). Asimismo, h_D representa la entalpía específica del destilado. Por su parte, las composiciones del destilado (X_D) y del fondo (X_W) constituyen algunos de los resultados más relevantes de la simulación. En términos numéricos, X_D^i corresponde a la fracción molar en fase vapor del componente i en el plato 1, mientras que X_W^i representa la fracción molar del líquido en el rehervidor (etapa N). Con el fin de facilitar la comprensión de los balances, en la [Figura 3.3](#) se presentan las principales corrientes del proceso. En la primera etapa de los resultados, solo se considera la simulación de la columna extractiva, lo cual genera una entrada constante de agente de arrastre puro.

El conjunto de balances de materia y energía genera un sistema de ecuaciones diferenciales ordinarias (EDO's), el cual será resuelto en MATLAB utilizando el *solver* `ode23tb`. Esta subrutina emplea el método TR-BDF2, una fórmula de Runge-Kutta implícita que combina un paso con la regla trapezoidal (TR) en la primera etapa y una fórmula de diferenciación hacia atrás de segundo orden (BDF2) en la segunda ([MATLAB, 2024](#)). Se selecciona este método debido a su estabilidad en sistemas rígidos (sistema de EDO's cuya solución varía a diferentes velocidades y, por lo tanto, requiere de tamaños de paso muy pequeños para mantener la estabilidad), y a su menor costo computacional en comparación con otros métodos.

Como condición inicial, se requiere la masa molar de cada uno de los platos de la columna, así como la fracción y el flujo molar de la fase líquida. Este conjunto de valores puede ser propuesto a conveniencia de la simulación, siempre y cuando se cumplan con los balances de materia correspondientes para no obtener corrientes negativas. De forma general, se propone emplear el mismo número de moles estancados en cada plato (se utiliza un valor pequeño en relación con la alimentación) y un perfil de fracciones distribuido adecuadamente (un vector que vaya de 0.7 a 0.1, aproximadamente, con distancias equidistantes).

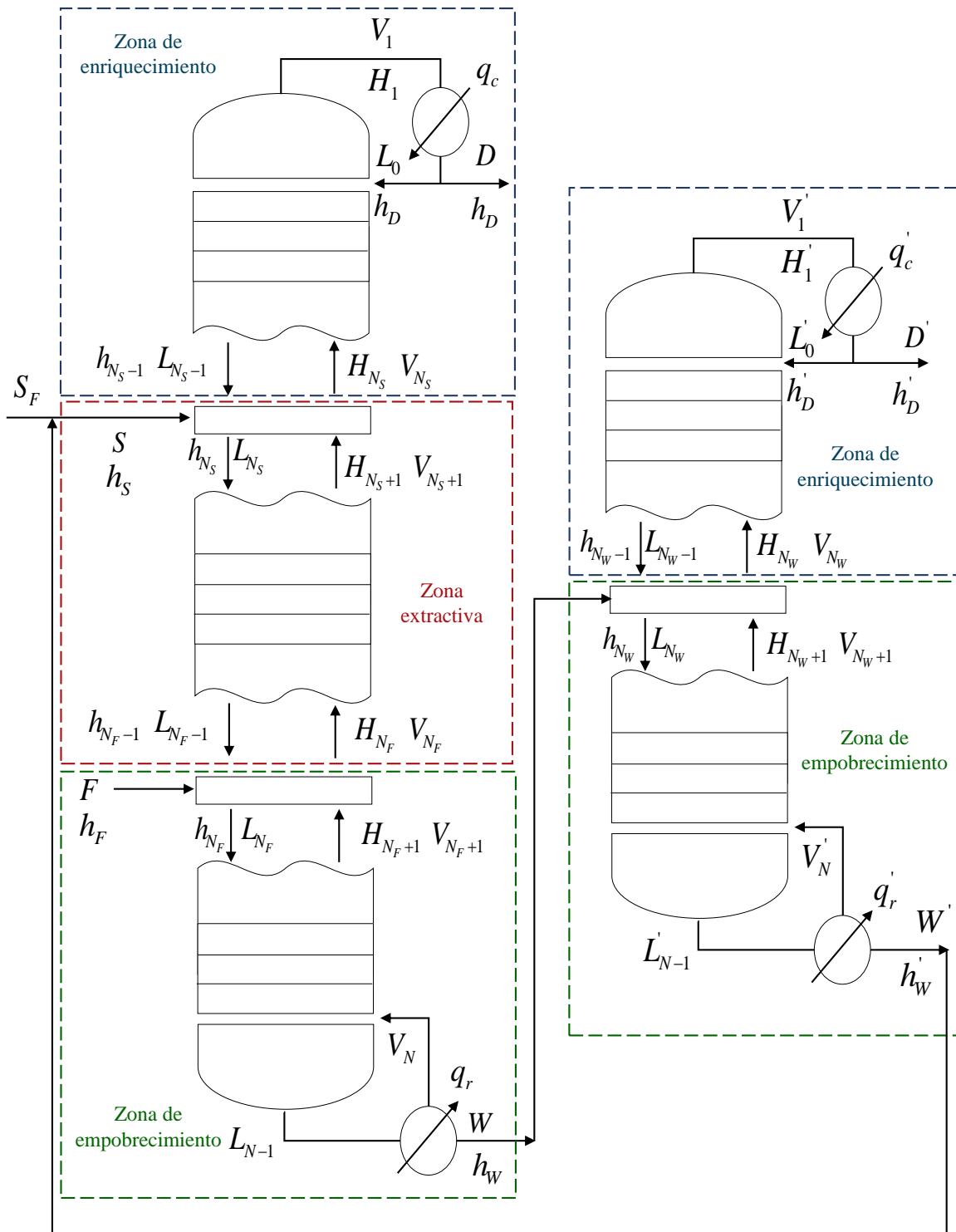


Figura 3.3. Corrientes de materia y energía en el proceso.

Este sistema de ecuaciones se acopla con una función que calcula el ELV, cuyas entradas son las fracciones molares de cada componente en la fase líquida por cada plato y proporciona, como variables de salida, las fracciones de la fase vapor y el perfil de temperaturas. Asimismo, con esta subrutina se pueden calcular las entalpías específicas de ambas fases.

Los parámetros empleados para la simulación inicial de ambas columnas se muestran en la [Tabla 3.1](#), tomando como referencia el trabajo de [Gil Chaves et al. \(2016\)](#), en el cual se optimiza un tren de destilación extractiva en estado estacionario. La mezcla de estudio es etanol-agua, utilizando como agente de arrastre glicerol. El condensador, a diferencia del rehervidor, no se cuenta como una etapa más de la columna, ya que no se genera ELV en su interior.

Tabla 3.1. Parámetros iniciales utilizados en la simulación del proceso ([Gil Chaves et al., 2016](#)).

Parámetro	Valor
S	100 mol/min
F	250 mol/min
R (extractiva)	0.6
R (recuperativa)	0.05
Fracción de etanol en el destilado	0.995
N(extractiva)	23
N(recuperativa)	7
Plato de alimentación de S	2
Plato de alimentación de F	15
Plato de alimentación de W	4
Temperatura de S	65°C
Temperatura de F	78°C
Presión (general)	1 atm
Composición de F	88 % etanol, 12 % agua

3.1.2. Balances de la columna extractiva

En esta columna se debe considerar algunos balances de materia y energía adicionales para el plato N_S en que se alimenta el agente de arrastre:

$$\frac{dm_{N_S}}{dt} = L_{N_S-1} - L_{N_S} + V_{N_S+1} - V_{N_S} + S \quad (3.21)$$

$$m_{N_S} \frac{dx_{N_S}^i}{dt} = x_{N_S-1}^i L_{N_S-1} - x_{N_S}^i L_{N_S} + y_{N_S+1}^i V_{N_S+1} - y_{N_S}^i V_{N_S} + z_s^i S - x_{N_S}^i \frac{dm_{N_S}}{dt} \quad (3.22)$$

$$\frac{dL_{N_S}}{dt} = \frac{L_{N_S-1} + V_{N_S+1} - L_{N_S} - V_{N_S} + S}{HTC} \quad (3.23)$$

$$V_{N_S} = \frac{F(h_S - h_{N_S}) + L_{N_S-1}(h_{N_S-1} - h_{N_S}) + V_{N_S+1}(H_{N_S+1} - h_{N_S})}{H_{N_S} - h_{N_S}} \quad (3.24)$$

donde S es el flujo molar de alimentación del agente de arrastre y z_s^i la fracción molar de un componente i (lo óptimo sería un flujo puro del agente de arrastre, sin embargo, habrá fracciones pequeñas de los otros componentes a causa de la recirculación).

Por su parte, se puede calcular la energía que requiere la columna a través del tiempo. q_c es el flujo de calor que retira el condensador y q_r el flujo de calor que aporta el rehervidor. Tome en consideración que q_c se calcula a través de un balance de energía alrededor del condensador, mientras que q_r se obtiene con un balance de energía general de la columna:

$$q_c = V_1 H_1 - h_D (L_0 + D) \quad (3.25)$$

$$q_r = D h_D + W h_W + q_c - F h_F - S h_S \quad (3.26)$$

siendo D el flujo de destilado, W el flujo en los fondos, S la alimentación del agente de arrastre y h_D , h_W y h_S la entalpía específica de cada corriente respectivamente.

3.1.3. Balances de la columna recuperadora

Los balances que describen a la columna recuperativa son iguales a los de la columna extractiva, teniendo en cuenta que solo hay un corriente de entrada (W de la columna extractiva).

La única modificación sería al balance de energía del rehervidor, el cual cambia a:

$$q'_r = D'h'_D + W'h'_W + q'_C - Wh_F \quad (3.27)$$

El apostrofe denota la diferencia entre las corrientes de la columna extractiva y las de la recuperativa.

3.1.4. Equilibrio líquido-vapor de la mezcla

Al ser la fracción molar de la fase líquida la condición inicial del sistema de ecuaciones diferenciales, el calculo del ELV se puede realizar directamente con la Ley de Raoult modificada. La temperatura de equilibrio T_n se conoce a partir de la siguiente ecuación implícita:

$$f(T_n) = \sum_{i=1}^I x_n^i P_i^\circ(T_n) \gamma_n^i(x_n^1, \dots, x_n^I, T_n) - P = 0 \quad (3.28)$$

donde I es el total de componentes en la mezcla, x_n^i la fracción molar del componente i en fase líquida en el plato n , P_i° la presión de vapor de i en términos de la temperatura, γ_n^i el coeficiente de actividad del componente i en el plato n y P la presión del sistema.

La presión de vapor se calcula mediante ecuaciones empíricas, que varían de acuerdo a la fuente de consulta. El coeficiente de actividad se obtendrá mediante el método NRTL, ya que es el que usualmente se emplea para representar el ELV del caso de estudio (Souza *et al.*, 2013; Pla-Franco *et al.*, 2013; Zhang *et al.*, 2015). Los parámetros empleados para el cálculo del equilibrio se muestran en la [Sección A.3](#).

La [ecuación 3.28](#) se soluciona mediante el método de Newton-Raphson, calculando la derivada mediante diferenciación numérica centrada:

$$T_{m+1} = T_m - \frac{f(T_m)}{f'(T_m)} \quad (3.29)$$

$$f'(T_m) = \frac{f(T_m + \delta T_m) - f(T_m - \delta T_m)}{2\delta T_m} \quad (3.30)$$

Una vez calculada la temperatura de equilibrio, se obtiene la fracción molar de la fase vapor de cada componente:

$$y_n^i = \frac{x_n^i P_i^\circ (T_n) \gamma_i(x_n^1, \dots, x_n^I, T_n)}{P} \quad (3.31)$$

3.1.5. Cálculo de las entalpías

Las entalpías de cada fase se calculan mediante las siguientes ecuaciones:

$$h_n = \sum_{i=1}^I x_n^i \int_{T_0}^{T_n} c_{p_i}(T) dT \quad (3.32)$$

$$H_n = \sum_{i=1}^I y_n^i \left[\lambda_i + \int_{T_0}^{T_n} c_{py_i}(T) dT \right] \quad (3.33)$$

donde $c_{p_i}(T)$ y $c_{py_i}(T)$ representan la capacidad calorífica del componente i en función de la temperatura en las fases líquida y vapor respectivamente. La integral de $c_p dT$ va desde una temperatura de referencia T_0 hasta la temperatura de equilibrio T_n . Por su parte, λ_i es la entalpía de vaporización a la temperatura T_0 .

Generalmente, las entalpías de vaporización se reportan a la temperatura de ebullición del componente puro T_{eb_i} , por lo que se deben modificar a la temperatura de referencia, como

se muestra a continuación:

$$\lambda_i = \int_{T_0}^{T_{eb_i}} c_{p_i}(T) dT + \lambda_{eb_i} + \int_{T_{eb_i}}^{T_0} c_{py_i}(T) dT \quad (3.34)$$

Por conveniencia, la temperatura de referencia T_0 se toma en el punto de ebullición del componente más volátil A (en este caso, el etanol), con lo cual $\lambda_A = \lambda_{eb_A}$ y $h_n = 0$ si la corriente solo contiene a A como líquido saturado.

La entalpía del destilado y de los fondos sale directamente de la fracción molar del vapor del plato 1 (considerando que ahora se encuentra en estado líquido) y de la fracción de líquido que sale del rehervidor respectivamente, es decir:

$$h_D = h(x_D) \quad (3.35)$$

$$h_w = h_N \quad (3.36)$$

Por su parte, es importante calcular el parámetro q para cada una de las corrientes de entrada. Esta variable es una razón entre el calor necesario para vaporizar 1 mol de alimentación en las condiciones de entrada y el calor latente molar de vaporización de la alimentación ([Geankoplis et al., 2018](#)):

$$q = \frac{H(z) - h_{ali}}{H(z) - h(z)} \quad (3.37)$$

q también muestra el número de moles de líquido saturado producido en el plato de alimentación por cada mol que ingresa a la torre ([Geankoplis et al., 2018](#)), de tal forma que $q = 0$ indica que la alimentación es un vapor saturado, $0 < q < 1$ una mezcla en ELV, $q = 1$ un líquido saturado y $q > 1$ un líquido subenfriado.

Si la mezcla es un líquido subenfriado, q se puede calcular mediante la siguiente ecua-

ción:

$$q = \frac{\sum_{i=1}^I z_i \left[\lambda_i^{eq} + \int_{T_{ali}}^{T_{eq}} c_{p_i}(T) dT \right]}{\sum_{i=1}^I z_i \lambda_i^{eq}} \quad (3.38)$$

donde T_{eq} es la temperatura de equilibrio (la cual se obtiene de los cálculos de ELV, considerando a la fase líquida igual a z) y λ_i^{eq} es la entalpía de vaporización del componente i a la temperatura T_{eq} (para corregir su valor, se aplica nuevamente la [ecuación 3.34](#), solo se cambia el límite T_0 por T_{eq}). Tómese en cuenta que la ecuación anterior se dedujo de trazar trayectorias hipotéticas de proceso para el numerador y el denominador de la expresión de q .

Si la alimentación se encuentra en el equilibrio, al ser una mezcla binaria (etanol y agua) se puede emplear la Ley de Raoult modificada para conocer las composiciones de equilibrio de algún componente A (por conveniencia el etanol):

$$x_A \gamma_A(x_A, T) P_A^\circ(T) + (1 - x_A) \gamma_B(x_A, T) P_B^\circ(T) - P = 0 \quad (3.39)$$

$$y_A = \frac{x_A \gamma_A(x_A, T) P_A^\circ(T)}{P} \quad (3.40)$$

Posteriormente, se halla el valor del vapor V y el líquido L generado mediante la solución del siguiente sistema de ecuaciones:

$$F = V + L \quad (3.41)$$

$$z_A F = y_A V + x_A L \quad (3.42)$$

q será igual a $1 - V/F$ (tome en cuenta que el caso de estudio siempre proporciona el valor del flujo total de alimentación F , así como la composición z , la temperatura y la presión de entrada, por lo que a partir de esta información se podrá determinar la composición del equilibrio, si es el caso).

El cálculo de q permite determinar algunas entalpías que se encuentran en los balances de energía previos:

$$h_F = q_F h(z_F) + (1 - q_F) H(z_F) \quad (3.43)$$

$$h_S = q_S h(z_S) + (1 - q_S) H(z_S) \quad (3.44)$$

donde q_F y q_S es el parámetro q calculado para la corriente F y S respectivamente. Por las temperaturas empleadas, la alimentación siempre entra como líquido comprimido o saturado, sin embargo, el modelo propuesto es capaz de afrontar otros tipos de alimentación (vapor saturado, mezcla en ELV o vapor sobrecalentando). Las capacidades caloríficas y las entalpías de vaporización se encuentran en la [Sección A.3](#) de este documento, junto con el código correspondiente para los cálculos.

3.2. Aplicación de la estrategia de control

Se aplica un esquema de control en ambas columnas. De acuerdo con metodologías previas, los controladores PI (Proporcional-Integral) son los más empleados para regular procesos de destilación, debido a su simplicidad y buen rendimiento. Tales controladores se rigen por la siguiente ecuación:

$$u(t) = u_{nom} + K_P \left(e(t) + \frac{1}{\tau_I} \int_{t_c}^{\infty} e(t) dt \right) \quad (3.45)$$

donde $u(t)$ es el valor de la variable manipulada a través del tiempo, u_{nom} es el valor de u a lazo abierto, K_P es la constante proporcional, τ_I la constante integral y $e(t)$ el error de regulación, el cual se define como:

$$e(t) = y_{ref} - y(t) \quad (3.46)$$

siendo $y(t)$ el valor actual de la variable de la salida y y_{ref} el valor de referencia o set point.

Para calcular los parámetros del controlador K_P y τ_I , se puede ajustar la respuesta de la columna a una función de transferencia de primer orden con tiempo muerto:

$$y(s) = \frac{K}{\tau s + 1} e^{-\theta s} \quad (3.47)$$

Se emplean las reglas de sintonizado de [Skogestad y Grimholt \(2012\)](#), las cuales brindan las siguientes constantes para el controlador:

$$K_P = \frac{1}{K} \frac{\tau}{\tau_c + \theta} \quad (3.48)$$

$$\tau_I = \min \{ \tau, 4(\tau_c + \theta) \} \quad (3.49)$$

τ_c es un parámetro de sintonizado, que se puede modificar de acuerdo con la dinámica del proceso. Como una primera aproximación, se puede considerar a $\tau_c = \tau$ o bien $\tau_c = \theta$. La ganancia K y el tiempo de respuesta τ se obtienen mediante las siguientes ecuaciones:

$$K = \frac{\Delta y}{\Delta u} \quad (3.50)$$

$$\tau = t_2 - t_1 \quad (3.51)$$

Estos valores se obtienen a partir de una prueba escalón, en la cual, se mide el cambio de alguna variable controlada (Δy) ante la modificación de alguna variable manipulada Δu (por ejemplo, cuanto cambia el flujo de destilado ante un incremento del 10 % del reflujo). Por su parte, t_1 es el tiempo en el que inicia el cambio escalón y t_2 el momento en que alcanza el 63.2 % del cambio total respecto al nuevo estado estacionario.

Se implementan dos esquemas de control, donde las variables a monitorear son la composición de etanol en el destilado y en los fondos respectivamente, tomando como variable manipulada la razón de reflujo, la razón de fondos o el flujo de entrada del agente de arrastre S (la variable manipulada será la que brinde la mayor ganancia en cada lazo). Para evaluar el desempeño de los controladores, se aplica la siguiente secuencia de perturbaciones al proceso:

- Al minuto 90 se activa el controlador (ya que hasta este momento se alcanza el estado estacionario total).
- Del minuto 110 al minuto 130, cambia el flujo de alimentación un -20 %.
- Del minuto 130 al minuto 150, retorna al flujo de alimentación inicial.
- Del minuto 150 al minuto 170, cambia el flujo de la alimentación un +20 %.
- Del minuto 170 al minuto 190, retorna al flujo de alimentación inicial.
- Del minuto 190 al minuto 210, cambia la composición de alimentación un -20 %.
- Del minuto 210 al minuto 250, cambia la temperatura de alimentación un -20 %.

Simultáneamente, se mide la integral cuadrática del error (ISE, por sus siglas en inglés) para cuantificar que tanto y por cuanto tiempo se desvió la variable de salida de la referencia:

$$ISE = \int_0^{\infty} e^2(t) dt \quad (3.52)$$

3.3. Formulación del problema de optimización

Se formularán dos problemas de optimización: uno bajo un enfoque estacionario y otro con enfoque dinámico. El primer caso contempla únicamente la modificación de ciertos parámetros de diseño de la columna, tales como el plato de alimentación, el número de platos teóricos, la cantidad de agente de arrastre y las razones de reflujo, con el objetivo de reducir los requerimientos energéticos del sistema. En el segundo caso, el problema se traslada al ámbito dinámico, evaluando el valor promedio de q_r a lazo cerrado bajo el efecto de diversas perturbaciones. Además, se busca minimizar el error acumulado del controlador mediante la optimización del parámetro τ_C . Ambos objetivos se abordan de forma simultánea, lo que da lugar a un problema de optimización multiobjetivo, resuelto mediante el método de ponderación (*weighting method*), asignando un peso (w) a cada uno de los objetivos.

La representación matemática del segundo caso se muestra a continuación:

$$\min_{X,Y} [w \cdot q_r(X = N, N_{alim}, R, R_B, S) + (1 - w) \cdot ISE(Y = K_c, \tau_I, \tau_c)] \quad (3.53)$$

Por su parte, todos los problemas de optimización están sujetos a las siguientes restricciones:

- La pureza del destilado debe ser mayor o igual al 99.5 % de etanol.
- La pureza del producto de fondos debe ser menor o igual al 1 % de etanol.
- El flujo de destilado debe encontrarse entre 215 y 225 mol/min (correspondiente al etanol alimentado).

O bien:

$$x_D^{etanol}(X) \geq 0.995 \quad (3.54)$$

$$x_W^{etanol}(X) \leq 0.01 \quad (3.55)$$

$$215 \text{ mol/min} \leq D(X) \leq 225 \text{ mol/min} \quad (3.56)$$

Para realizar una ponderación justa, los valores se normalizan entre 0 y 1:

$$\text{valor normalizado} = \frac{\text{valor} - \text{valor mínimo}}{\text{valor máximo} - \text{valor mínimo}} \quad (3.57)$$

Los problemas de optimización serán de tipo MINLP (*Mixed Integer Nonlinear Programming*) ya que incluyen variables mixtas y enteras. La solución se hallará con la subrutina *fmincon* de Matlab, la cual encuentra el mínimo de una función multivariable no lineal restringida, siendo suficiente para la naturaleza de este problema que solo aborda las principales variables de decisión de una columna de destilación. Algunos aspectos adicionales de la metodología empleada en cada enfoque de optimización se definieron con base en los resultados obtenidos.

Como una alternativa al problema dinámico planteado, se construye una Curva Pareto comparando la carga térmica del rehervidor en estado dinámico y estacionario, con la finalidad de garantizar el menor consumo energético en diversos escenarios de operación. Además, esta propuesta no ignora el buen desempeño del esquema de control, ya que un menor consumo energético dinámico proviene de un controlador eficiente que alcanzó el estado estacionario en poco tiempo (a menos que se tenga un esquema sumamente riguroso que consuma más energía para atenuar súbitamente las perturbaciones).

La construcción de la curva sigue la lógica del método *weighting*: los valores extremos corresponden a las mejores condiciones posibles para cada uno de los objetivos (mínima carga térmica en estado dinámico y estacionario). A partir de estos extremos, se establece un intervalo de diseño dentro del cual se varían los parámetros, generando así un conjunto de soluciones intermedias que se representan en la Curva de Pareto. Por lo general, estos dos puntos comparten el mismo plato de alimentación por lo que solo cambian el resto de los parámetros. Por ejemplo, si el mejor valor en estado estacionario es empleando un agente de arrastre de 116 mol/min (junto con el resto de los valores de diseño) y en estado dinámico es de 108 mol/min, se construye una curva variando S dentro de tal intervalo, obteniendo así diversos escenarios de operación potencialmente óptimos. Después, para seleccionar la solución más factible dentro de la curva, se trazan líneas a partir del punto utópico, definido por las coordenadas (0,0), el cual representa el escenario ideal para cumplir con ambos objetivos. Aunque no es posible alcanzar este punto, ya que ambos objetivos tienen que ser opuestos y no sería lógico tener condiciones que brinden el mínimo posible en ambos casos, se puede obtener una solución que se aproxime a él, por lo que la solución óptima será la que presente la menor distancia, empleando la siguiente ecuación:

$$\overline{AB} = \sqrt{(x_2 - x_1)^2 + (y_2 - y_1)^2} \quad (3.58)$$

Capítulo 4

Resultados y discusión

En esta sección se presentan los resultados obtenidos en la simulación de la columna de destilación extractiva a lazo abierto y cerrado, considerando dos enfoques de optimización: en estado estacionario y en régimen dinámico. Posteriormente, se incorpora la columna recuperativa junto con la corriente de recirculación del agente de arrastre, y se repite el proceso de optimización con el objetivo de analizar posibles variaciones significativas respecto a los valores óptimos previamente obtenidos.

4.1. Simulación de la columna extractiva

La variación temporal de la fracción molar del etanol en las fases de líquido y vapor dentro de la columna extractiva se muestra en las Figuras 4.1 y 4.2, respectivamente. Las condiciones iniciales propuestas permiten que el proceso alcance el estado estacionario en poco tiempo (desde los 5 minutos el cambio es mínimo), siendo de utilidad para próximas modificaciones en donde la simulación puede tender a la inestabilidad si no se emplean valores adecuados de m_n , x_n y L en el arranque. Asimismo, de las fracciones molares calculadas, las que son de mayor interés para el monitoreo del proceso son las del etanol en las corrientes de destilado y de fondos, ya que se busca mantener un producto de alta pureza en todo momento. Es por ello que en la Figura 4.3 se muestra su variación dinámica, destacando que el destilado alcanza una pureza del 99.5 %, tal como se define en el caso de estudio. En cuanto a los fondos, se obtiene una fracción de etanol muy baja, lo cual es deseable para lograr una mejor separación de la mezcla agua-glicerol; sin embargo, esto no resulta tan favorable desde el punto de vista

energético, ya que trabajar con purezas tan elevadas en ambos extremos de la columna implica un incremento considerable en la carga térmica del rehervidor.

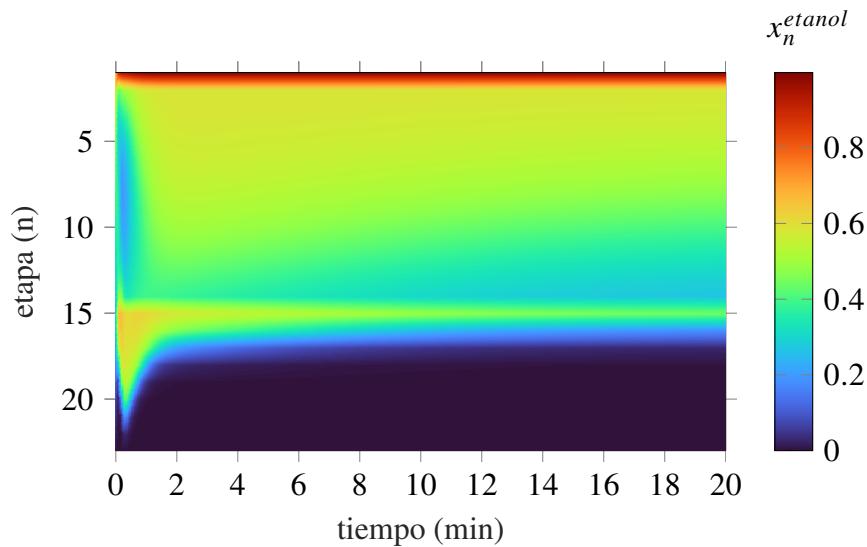


Figura 4.1. Variación dinámica de la fracción molar de etanol en fase líquida por cada etapa de la columna.

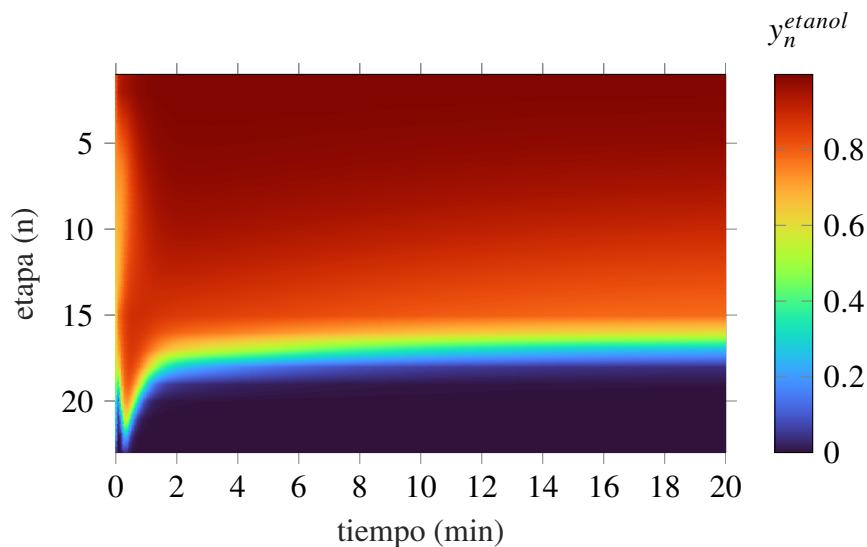


Figura 4.2. Variación dinámica de la fracción molar de etanol en fase vapor por cada etapa de la columna.

La [Tabla 4.1](#) muestra a mayor detalle los resultados obtenidos al alcanzar el estado

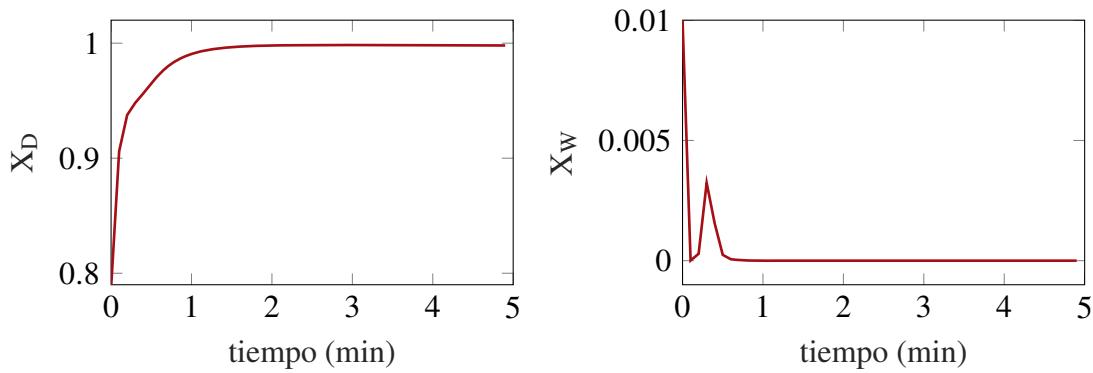


Figura 4.3. Variación de la fracción de etanol en el destilado y fondo.

estacionario y los compara con una simulación de Aspen Plus V14. El porcentaje de error se calcula de la siguiente forma:

$$\% \text{ error} = \frac{\text{valor Aspen} - \text{valor simulación}}{\text{valor Aspen}} \times 100 \quad (4.1)$$

Tabla 4.1. Resultados de la columna extractiva.

Parámetro	Valor en simulación	Valor en Aspen Plus	Error
X_D^{etanol}	0.994999	0.994999	$9 \times 10^{-4} \%$
X_D^{agua}	0.005001	0.005001	$1 \times 10^{-6} \%$
$X_W^{glicerol}$	0.775830	0.77583	$1 \times 10^{-6} \%$
X_W^{agua}	0.224170	0.22417	$4 \times 10^{-4} \%$
D	221.105712 mol/min		No aplica
W	128.894288 mol/min		No aplica
q_r	280936 W	276193 W	1.71 %

Como se puede apreciar, a pesar de emplear información termodinámica distinta (a excepción de los parámetros de interacción binaria), así como diferentes algoritmos para la solución del sistema de ecuaciones de la columna, los resultados son prácticamente iguales, por lo que se puede tener confianza en que la simulación desarrollada representa adecuadamente el sistema.

mente el comportamiento de la columna. De igual forma, en la [Figura 4.4](#) se muestra la variación del flujo del líquido y vapor a través de la columna, la cual también se aproxima a los perfiles de la simulación de Aspen Plus. Todos los códigos desarrollados para la simulación de la columna extractiva se muestran en el [Apéndice A](#) de este documento.

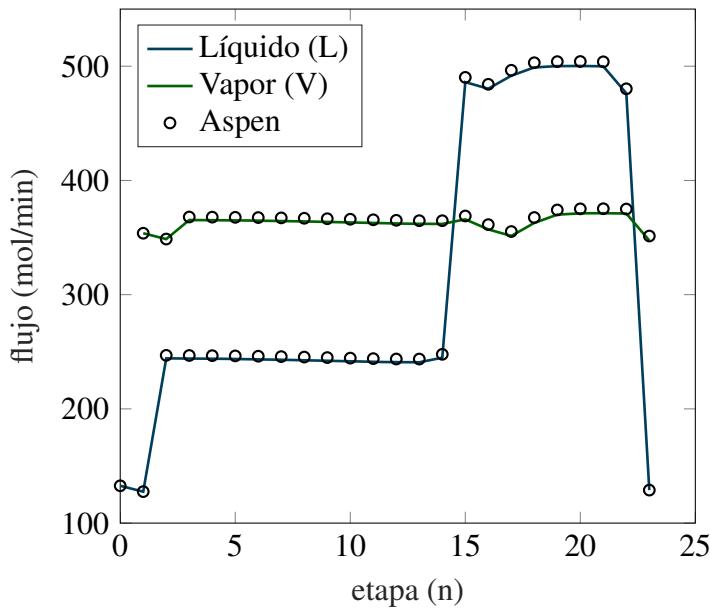


Figura 4.4. Variación de los flujos de líquido y vapor por etapa (contra Aspen Plus).

4.2. Optimización estacionaria

Se plantea una primera propuesta de optimización, la cual consiste en minimizar la carga térmica del rehervidor en estado estacionario, manteniendo la configuración actual de la columna: 23 etapas, con la alimentación de la mezcla en el plato 15 y la adición del agente de arrastre en el plato 2. Las variables de decisión consideradas son la razón de reflujo (R), la razón de fondos (R_B) y el flujo del agente de arrastre (S), con intervalos de búsqueda de 0.1 a 0.6 para R , de 1 a 3 para R_B y de 75 a 125 mol/min para S . Los intervalos de R y R_B propuestos consideran valores inferiores a los del caso de estudio, dado que un reflujo alto se asocia con una mayor pureza del producto, pero también con un mayor consumo energético, siendo este el escena-

rio que se busca evitar. De manera similar, el intervalo seleccionado para el flujo del agente de arrastre responde a valores que, según la literatura, han demostrado generar los mejores resultados en el equilibrio líquido-vapor para la mezcla etanol-agua-glicerol, particularmente cuando se emplea una relación solvente/alimentación (S/F) cercana a 0.5 (García-Herreros *et al.*, 2011; Gil *et al.*, 2012). A estos intervalos se les añade las restricciones descritas en la metodología.

Así mismo, con el objetivo de analizar el efecto del agente de arrastre en la columna y, al mismo tiempo, simplificar el problema de optimización, se incluyeron únicamente las variables R y R_B en el algoritmo de optimización de MATLAB. Se evaluaron distintos valores de S dentro del intervalo establecido y los resultados se presentan en la [Figura 4.5](#). Como puede observarse, en un primer intervalo, un aumento en el flujo de S conduce a una reducción progresiva del valor mínimo alcanzable para la carga térmica del rehervidor (q_r). Sin embargo, existe un punto óptimo en el cual se obtiene el valor mínimo de q_r como resultado de una combinación específica de R y R_B . En este caso, dicho valor óptimo de S es de 116 mol/min, con razones correspondientes de $R = 0.121021$ y $R_B = 1.597544$. Si se incrementa aún más el valor de S , el gasto energético será mayor del que se necesita para cumplir con las restricciones del sistema.

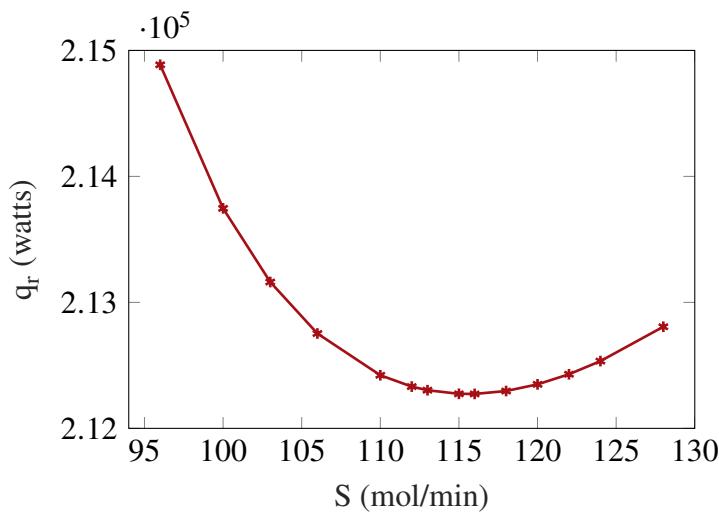


Figura 4.5. Minimización de q_r para la columna del caso de estudio.

Posteriormente, se analizan los efectos de incorporar el número de etapas (N) y la ubicación del plato de alimentación (N_F) como variables de decisión. No se consideró al plato de alimentación del agente de arrastre (N_S), ya que en diversas combinaciones probadas de N y N_F , el mejor resultado siempre se obtiene con $N_S = 2$ (como lo indicaba el caso de estudio), por lo que resulta conveniente dejar este parámetro constante para simplificar la solución del problema de optimización. Físicamente, esto se debe a que mientras más arriba se alimente el agente de arrastre, mayor espacio habrá para la sección extractiva, lo que permite mejorar la separación del etanol y a su vez, requerir una menor cantidad de energía en el rehervidor.

El valor mínimo posible de q_r para diversas combinaciones de N y N_F se muestran en la [Figura 4.6](#). Con el afán de estandarizar los valores del plato de alimentación, su eje está en términos del total de etapas, empleando la notación $\lceil N/2 + i \rceil$. Con esto, se indica una posición respecto a la mitad de la columna y se obtiene un intervalo adaptado a su tamaño. Bajo esta idea, el eje N_F varía de 13 a 16 para $N = 21$ (se usa la función techo $\lceil \rceil$ para redondear el resultado hacia arriba), mientras que N_F va de 14 a 17 para $N = 24$.

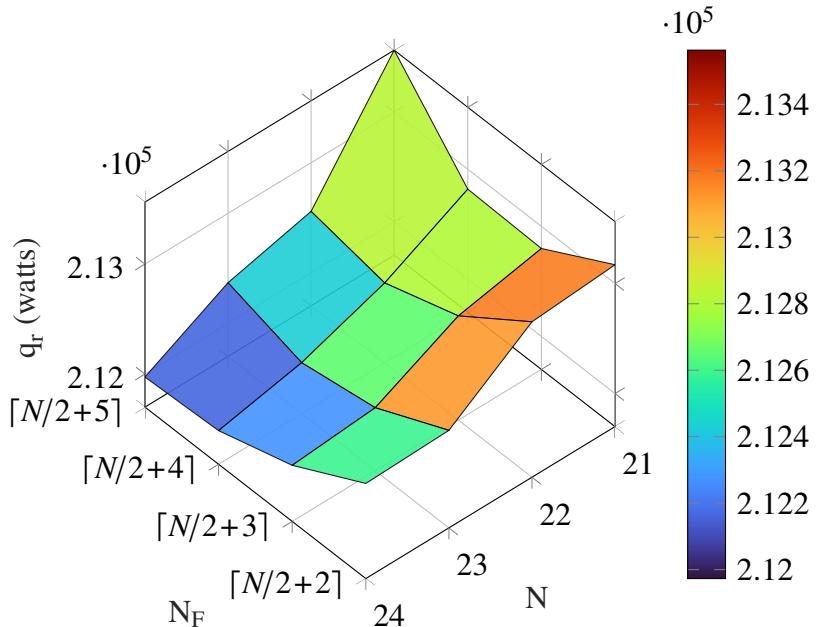


Figura 4.6. Carga térmica mínima en diversas configuraciones de la columna.

A partir de los resultados obtenidos, se observa que mientras más etapas tenga la columna, la carga óptima del rehervidor irá decreciendo, ya que al aumentar el contacto entre las fases, se requiere de menos energía para cumplir con las restricciones de composición. Aunque habrá un punto en el que el beneficio adicional por más etapas se vuelva despreciable, no sería preciso determinar un valor óptimo de N para este problema, ya que podría conducir al sobredimensionamiento del equipo. Se concluye entonces que la minimización de la carga térmica del rehervidor solo es relevante en columnas ya construidas, donde el número de etapas está definido. Si se busca optimizar el diseño desde la fabricación, es fundamental aplicar un enfoque económico que contemple los costos asociados a la incorporación de más etapas al sistema. Por otro lado, al igual que en la destilación convencional, para cada valor de N , existe un plato de alimentación óptimo que va a brindar el mínimo posible; pasando ese plato, si se alimenta uno o dos platos después, el proceso se desplaza a una zona de inestabilidad con reflujo muy pequeño y flujos de solvente elevados. Para la columna de estudio, el plato de alimentación óptimo es el número 16, con valores operativos de $R = 0.120254$, $R_B = 1.596567$ y $S = 116$ mol/min y un consumo energético del rehervidor de 212163 W (una disminución del 24.4 % respecto a la simulación inicial, gracias a las restricciones propuestas).

4.3. Esquema de control

Se implementaron dos lazos de control por retroalimentación, donde las variables controladas son las fracciones molares de etanol en el destilado (X_D) y en los fondos (X_W). Las variables manipuladas seleccionadas son la razón de reflujo (R) y la razón de extracción de fondos (R_B), respectivamente. Estas variables fueron elegidas debido a que proporcionaron la mayor ganancia posible en cada lazo de control, lo que las hace las más efectivas para regular las composiciones deseadas (también se consideró emplear a S como variable manipulada, pero brindó una menor ganancia).

Para el lazo de control superior, se realizó una prueba escalón de +20 % en R , con

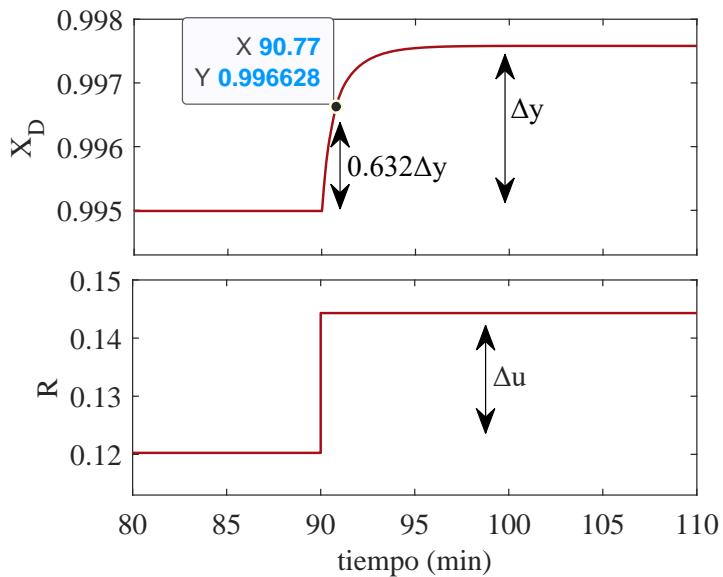


Figura 4.7. Prueba escalón.

el fin de caracterizar la respuesta del proceso como una función de transferencia de primer orden (Figura 4.7). De forma similar, se efectuó un cambio de -10 % en R_B para el lazo de control inferior. Una vez determinadas la ganancia y el tiempo de respuesta, se aplicaron las reglas de sintonización, considerando $\tau_C = \tau$ como primera aproximación, y se establecieron como referencias $X_D = 0.995$ y $X_W = 0.01$, correspondientes a los valores de la fracción de destilado y de fondos a lazo abierto, según las consideraciones de diseño. La secuencia de perturbaciones se describe en la sección de metodología.

Convencionalmente, este esquema de control se aplicaría al diseño óptimo que se acaba de obtener en la sección anterior, sin embargo, para el presente caso de estudio, esto no trae consigo resultados favorables. La Figura 4.8 muestra la dinámica del proceso a lazo cerrado, en concreto, los cambios de las variables controladas y manipuladas a través del tiempo, y como se puede notar, la decisión que toma el controlador es incorrecta, ya que manda al reflujo hasta el cero; cuando esto ocurre, la simulación para, ya que no es posible operar la columna con tal valor. Para afrontar este problema, se puede modificar el valor de τ_C para obtener un control menos estricto y como consecuencia, una acción del controlador más suave; en este caso se

probó con $\tau_C = 2$ (Figura 4.9). Al hacerlo, el controlador mejora su decisión y la simulación consigue llegar a su fin. Sin embargo, la regulación sigue siendo poco eficiente, ya que la fracción de fondos alcanza estados estacionarios incorrectos ante ciertas perturbaciones y la respuesta de las variables manipuladas tiene una pendiente de cambio poco pronunciada (a consecuencia de emplear un control tan flexible).

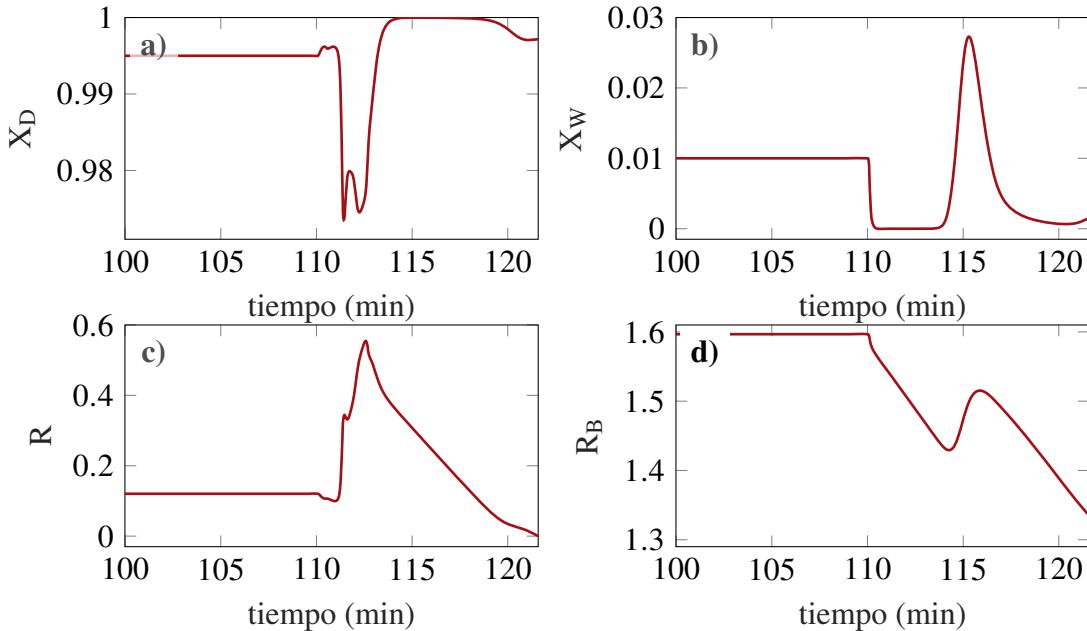


Figura 4.8. Dinámica de la columna a lazo cerrado con los valores óptimos del enfoque estacionario ($\tau_C = \tau$). Variación de a) X_D , b) X_W , c) R , d) R_B .

Después de algunas pruebas, se observó que una mejor solución para la operación del esquema de control resulta en disminuir el flujo del agente de arrastre respecto al que se obtuvo en la optimización. Se disminuyó de 116 a 105 mol/min y los resultados son notablemente mejores, como se muestra en la Figura 4.10. Esto puede deberse a que un mayor flujo del agente hace que la dinámica del proceso sea más lenta, por lo que al sistema le toma más tiempo el recibir el impacto de la decisión del controlador. Esta idea será retomada más adelante al momento de realizar la optimización integral, en donde se tendrá que modificar el valor de S (y consigo el de R , R_B y hasta el de N_F) para mejorar el desempeño del sistema dinámico, en concreto, del error acumulado del controlador.

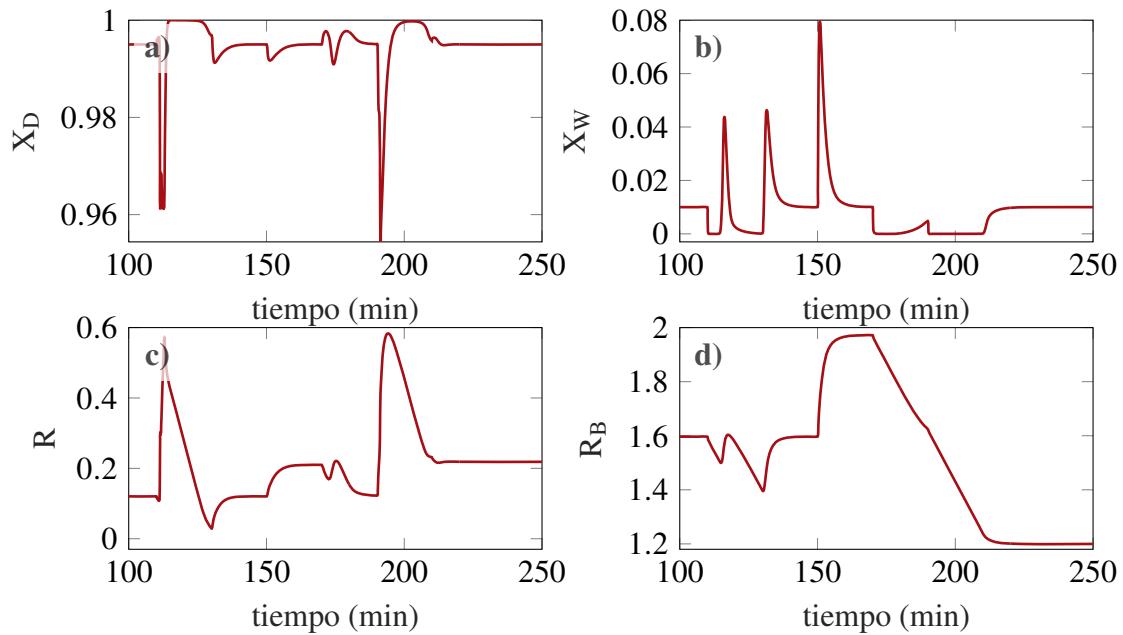


Figura 4.9. Dinámica de la columna a lazo cerrado con los valores óptimos del enfoque estacionario ($\tau_C = 2\tau$). Variación de a) X_D , b) X_W , c) R , d) R_B .

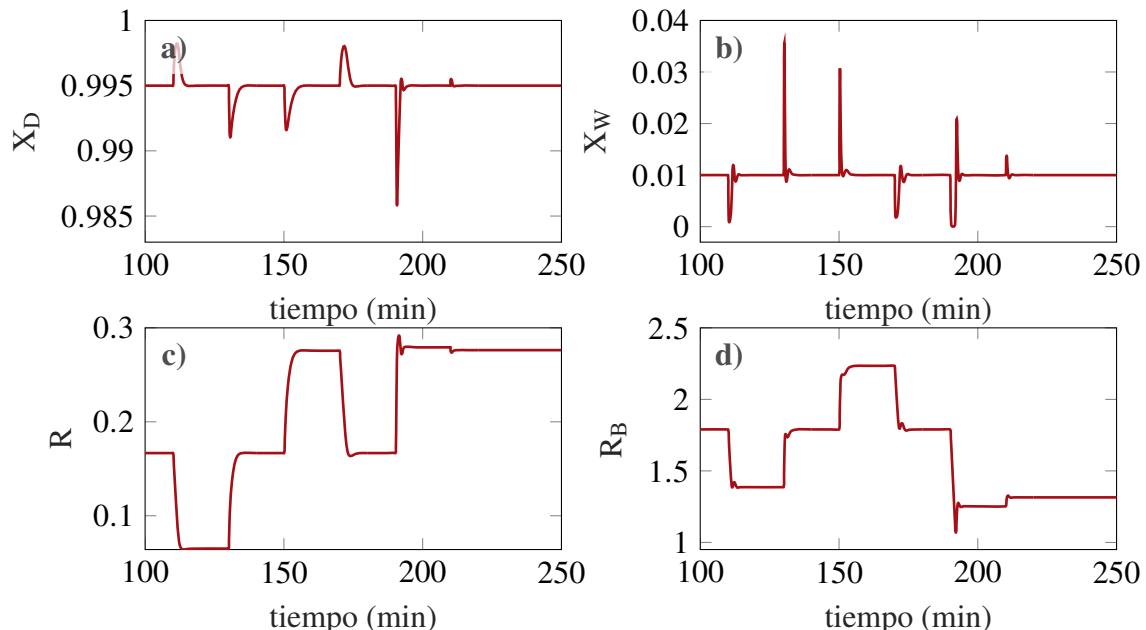


Figura 4.10. Dinámica de la columna a lazo cerrado disminuyendo el flujo del agente de arrastre ($\tau_C = \tau$). Variación de a) X_D , b) X_W , c) R , d) R_B .

Adicionalmente, la [Figura 4.11](#) muestra la variación de la energía térmica requerida por el rehervidor. Se observa que hay una relación proporcional entre q_r y las razones de reflujo, particularmente con la razón de fondos: al aumentar el flujo de mezcla que retorna a la columna, también incrementa la energía necesaria en el rehervidor para evaporar dicha cantidad de materia. Este comportamiento adquiere mayor relevancia en el contexto de la optimización multiobjetivo, donde un mayor reflujo puede mejorar el desempeño del controlador, pero al mismo tiempo comprometer la minimización del consumo energético.

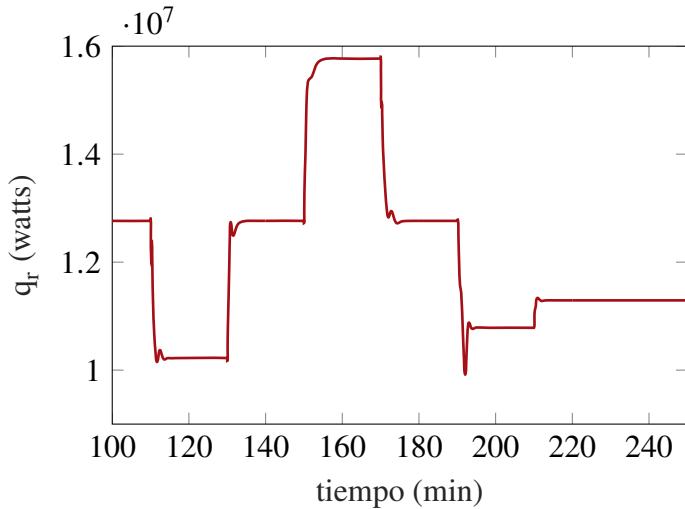


Figura 4.11. Variación de la carga térmica del rehervidor a lazo cerrado.

De igual forma, para remediar las fluctuaciones generadas se puede cambiar la consideración de τ_C por algún múltiplo o submúltiplo de τ ; como se aprecia en la [Figura 4.12](#), al considerar $\tau_C = 0.3$ se mejora notablemente el desempeño del controlador, no obstante, esto será posible solo cuando el flujo del agente de arrastre no sea elevado. Por su parte, la [Figura 4.13](#) muestra las variaciones correspondientes del ISE.

Posteriormente, para demostrar la efectividad de los dos lazos de control propuestos, se introduce un tren de perturbaciones aleatorias en la corriente de alimentación de la mezcla, variando su flujo (F) en un intervalo de $\pm 20\%$ respecto al valor nominal, es decir, entre 200 y 300 mol/min; tales perturbaciones se aplican cada 20 minutos hasta los 700 minutos de simulación. Los resultados se aprecian en la [Figura 4.14](#), notando que el controlador atenuó

todas las perturbaciones adecuadamente.

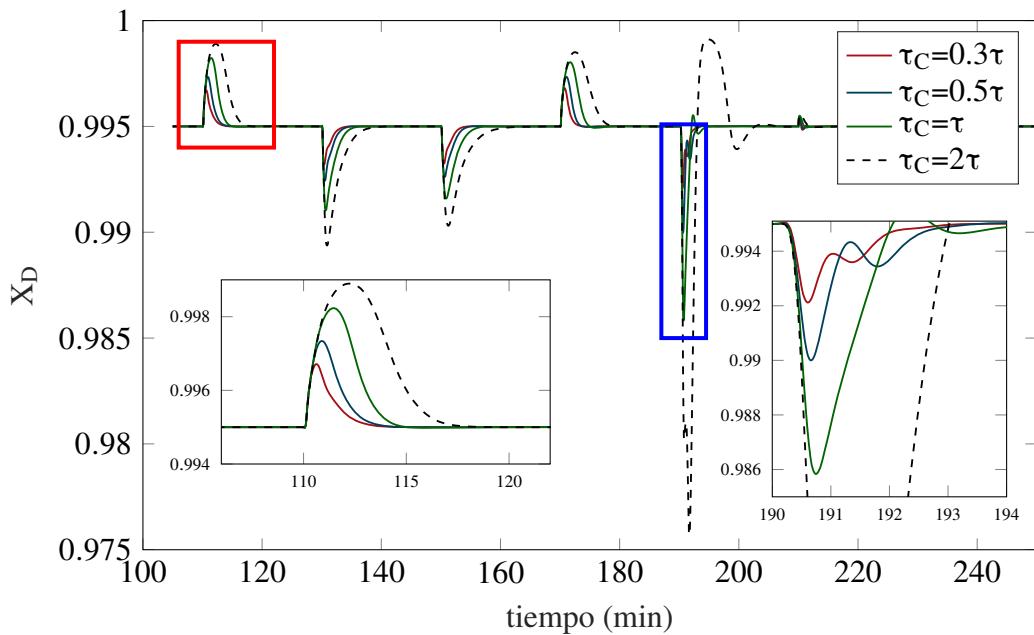


Figura 4.12. Variación en la respuesta del controlador ante diversos valores de τ_C .

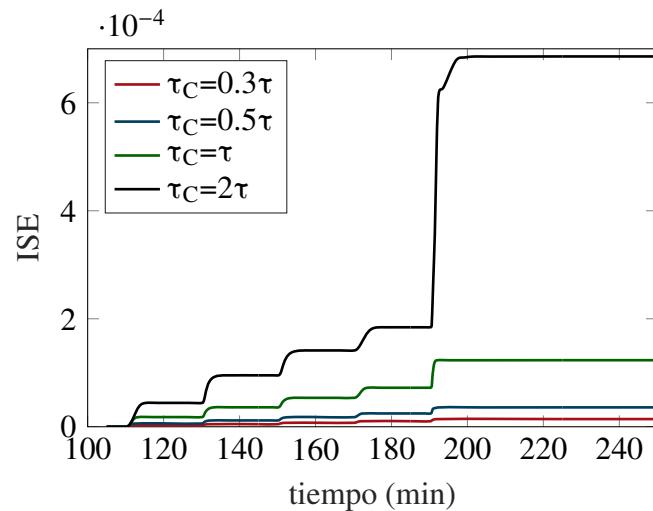


Figura 4.13. Variación del ISE ante diversos valores de τ_C .

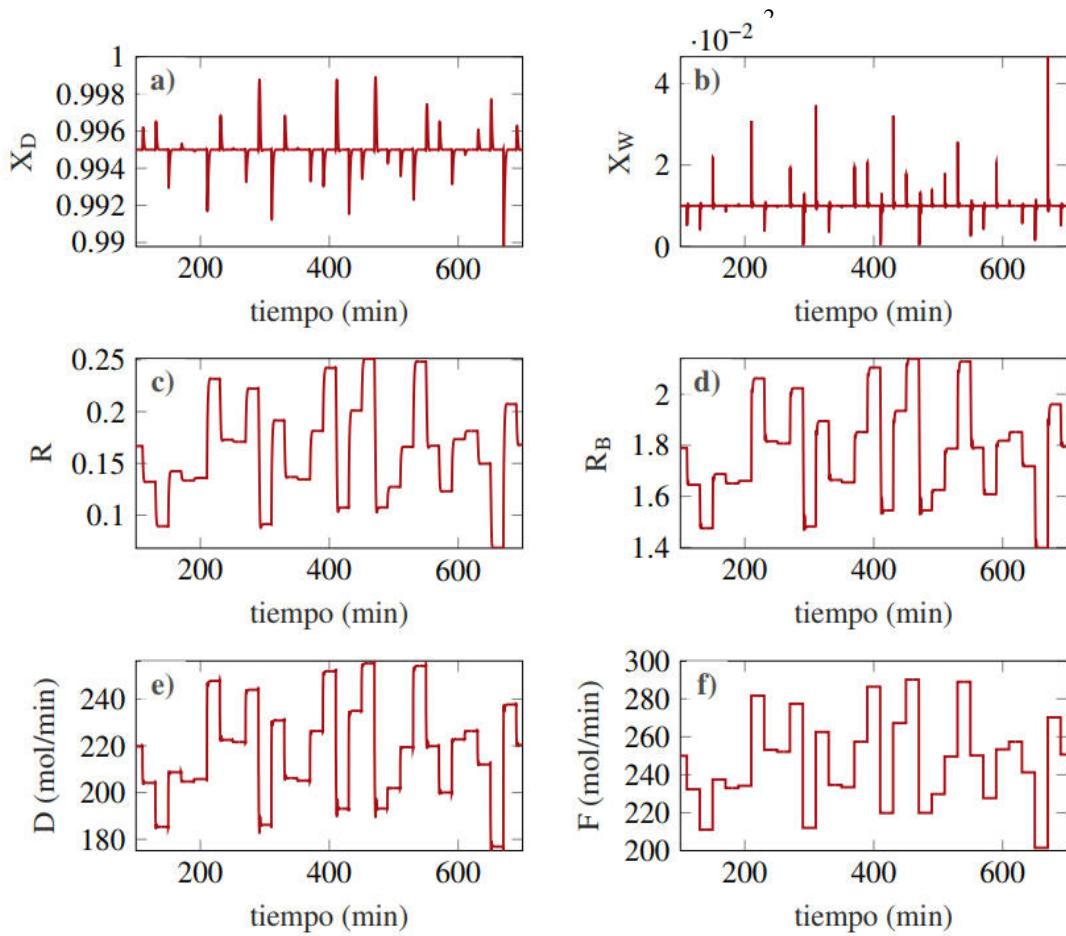


Figura 4.14. Dinámica de la columna a lazo cerrado con un tren de perturbaciones de F . Variación de a) X_D , b) X_W , c) R , d) R_B , e) D , f) F

Se realiza el mismo procedimiento, pero ahora con perturbaciones de composición en el intervalo de 0.7 a 0.88 de z_F^{etanol} (recordar que el resto es agua). La [Figura 4.15](#) muestra que los resultados son nuevamente favorables. Note que el flujo del destilado disminuye a través del tiempo, sin embargo, no se puede limitar su valor, ya que es proporcional al etanol que se ha alimentado; de tal forma que si, por ejemplo, se alimenta 70 % de etanol, podemos esperar un destilado aproximadamente igual a $250 \times 0.7 = 175$ mol/min, un valor mucho menor al que se obtiene sin perturbaciones (220 mol/min). Si se forzará al proceso a obtener un destilado de 220 mol/min, la referencia propuesta de 0.995 nunca podría ser alcanzada para

certas perturbaciones.

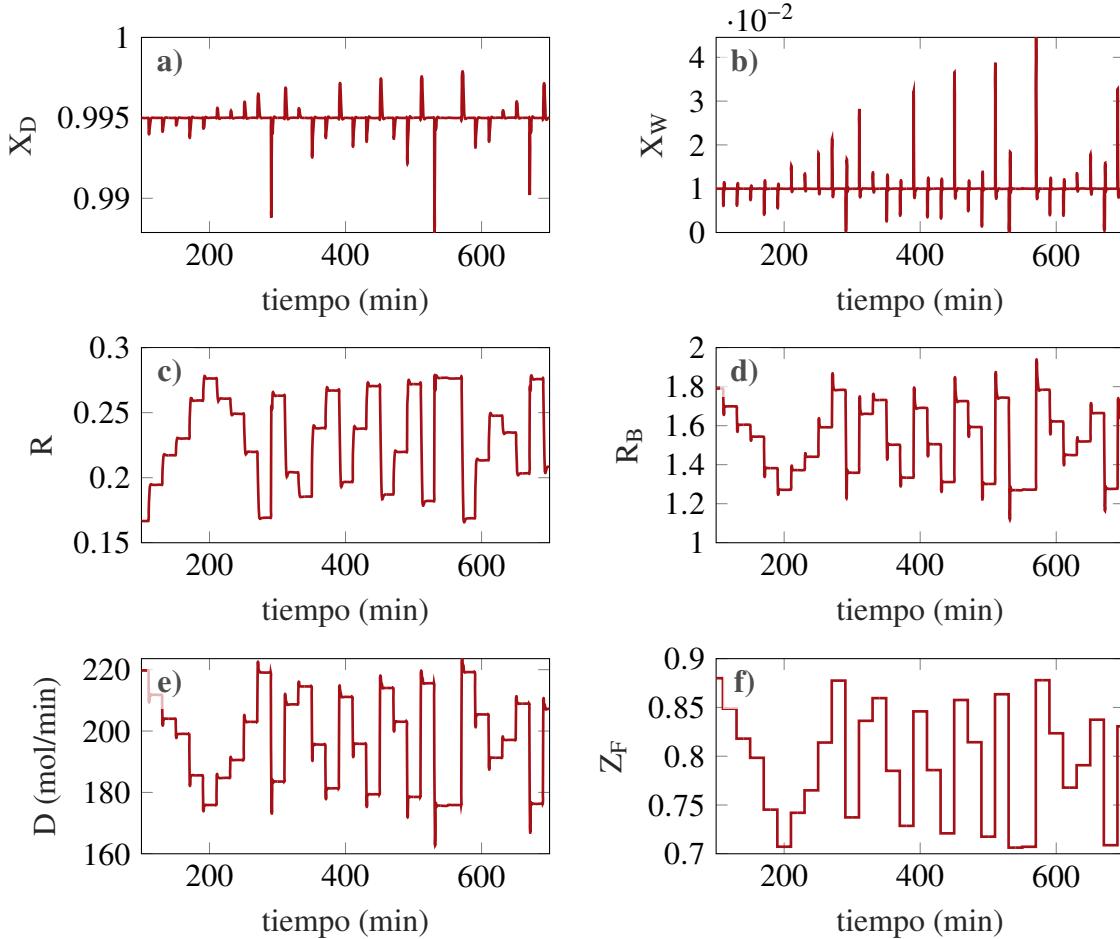


Figura 4.15. Dinámica de la columna a lazo cerrado con un tren de perturbaciones de z_F . Variación de a) X_D , b) X_W , c) R , d) R_B , e) D , f) z_F^{etanol} .

4.4. Optimización integral

Antes de implementar la optimización multiobjetivo, se realizó un barrido paramétrico con los valores de diseño obtenidos en la optimización estacionaria (con $N_S = 16$ y $N = 23$) y con un intervalo de τ_C de 0.2τ a 2τ , tomando en consideración que τ se recalcula cada que cambian los parámetros operativos.

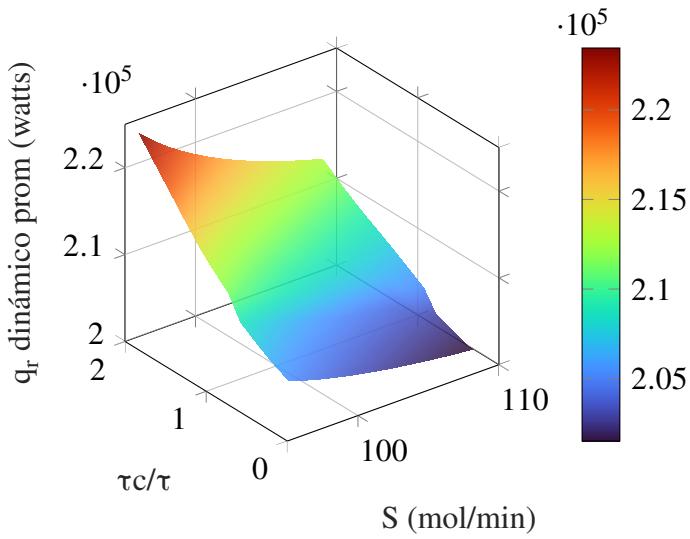


Figura 4.16. Barrido paramétrico entre los valores de diseño óptimos y τ_C : Variación de q_r dinámico.

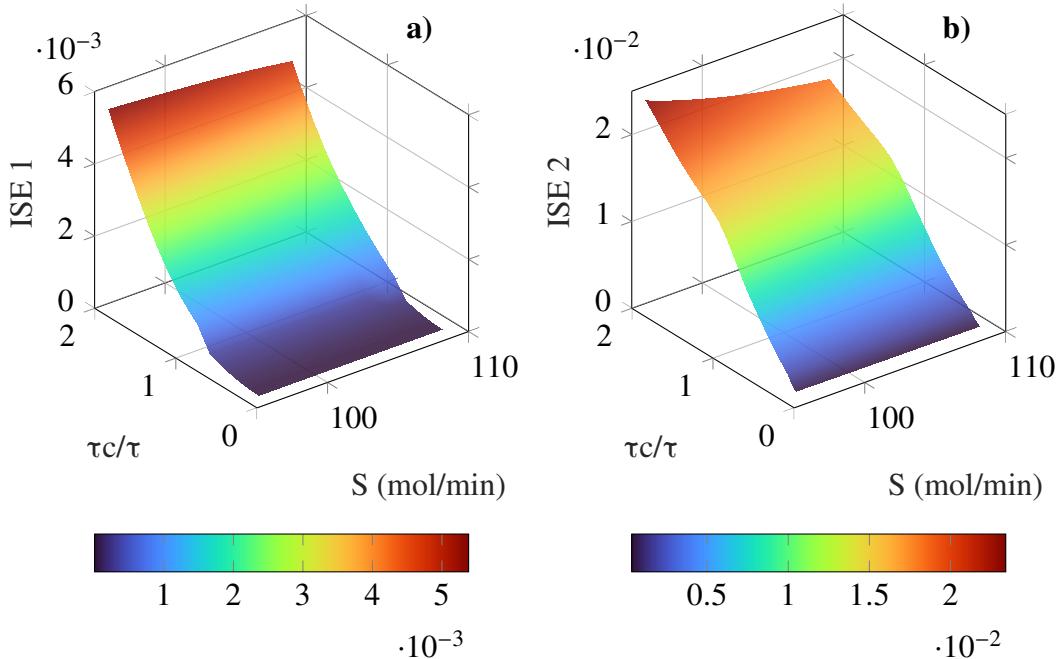


Figura 4.17. Barrido paramétrico entre los valores de diseño óptimos y τ_C : Variación del ISE en el controlador a) superior y b) de fondos.

Como se puede observar en las Figuras 4.16 y 4.17, el valor de q_r dinámico promedio es directamente proporcional al valor de τ_C , es decir, mientras más estricto sea el proceso,

menor será la energía que requiera. Esto se debe a que como la respuesta se vuelve más lenta, el proceso tarda más tiempo en alcanzar el estado estacionario y en ese lapso, se está consumiendo más energía. Para entender esta idea de mejor forma, se puede comparar el área bajo la curva de q_r cuando se emplea un control estricto y uno no estricto (Figura 4.18). Esto deja de ocurrir cuando el control se vuelve mucho más estricto (es decir, valores menores a 0.2τ aproximadamente) en donde los cambios de la variable manipulada son tan abruptos, que sí se requiere de un mayor consumo energético.

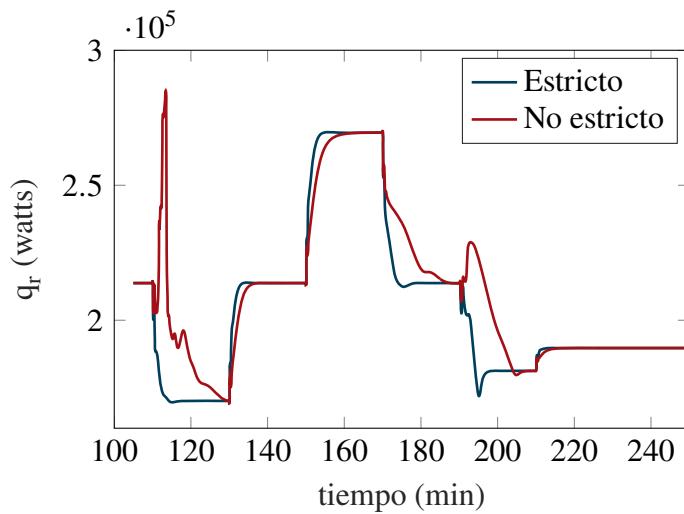


Figura 4.18. Variación de q_r dinámico para un control estricto y uno no estricto.

De acuerdo con la información del barrido paramétrico, resulta evidente que los mejores resultados se encuentran empleando valores de τ_C pequeños y de S grandes (acompañados de otros parámetros de diseño). Sin embargo, como se vio en la sección anterior, cuando el flujo de S incrementa, no se pueden emplear valores tan pequeños de τ_C , ya que la dinámica del sistema se vuelve muy lenta y se dificulta aplicar la decisión del controlador (Figura 4.8). Esta es la razón por la que el barrido paramétrico se realizó hasta los 109 mol/min porque pasando este valor, el controlador ya no soporta valores de τ_C tan pequeños, de tal forma que en los 116 mol/min (flujo de S en la optimización estacionaria) el valor mínimo posible para que el controlador funcione es de aproximadamente 1.8τ , lo cual lo convierte en algo inviable (control demasiado flexible como el de la Figura 4.9). Bajo esta idea, se considera a la carga

térmica del rehervidor en estado estable como uno de los objetivos fundamentales de la optimización, ya que el mejor resultado estacionario, brinda uno de los peores escenarios en el estado dinámico.

Se plantean dos propuestas de optimización: la primera consiste en construir una curva Pareto que compare el valor estacionario de q_r con su valor promedio en estado dinámico, variando w de 0 a 1 en la [ecuación 3.53](#). La segunda alternativa considera ambos valores de ISE, asignando un peso del 25 % a cada uno y el 50 % restante al q_r en estado estacionario, de acuerdo con el método *weighting*. En ambos casos, se cumple el propósito de que los objetivos sean opuestos entre sí, ya que las condiciones que más favorecen a uno son las que más afectan al otro.

Los resultados de la curva Pareto ([Figura 4.19](#)) muestran que el punto óptimo tendría los siguientes valores: $N_F = 16$, $R = 0.132110$, $R_B = 1.645040$, $S = 113$ mol/min y $\tau_C = 1.5\tau$ con un valor de q_r estacionario de 212187 W y un valor dinámico promedio igual a 208399 W, un disminución del 1.1 % respecto al consumo que se obtendría con los valores estacionarios (210676 W) y un aumento del 0.01 % en el estado estable. Tal combinación se encontró trazando líneas desde el punto utópico (en las coordenadas 0,0) hasta diversos nodos de la curva, siendo la mejor opción la recta con la menor distancia. Todos los puntos que se observan en la [Figura 4.19](#) son considerando $N_F = 16$, ya que alimentando la mezcla en este plato es donde se encuentra el mejor ahorro energético, tanto en el estado estacionario como en el dinámico. Para otros casos de estudio, en donde N_F cambie en cada enfoque, también se puede emplear el método *weighting* para construir la curva, variando de 0 a 1 el peso de cada objetivo. A pesar de que existen otros valores de diseño que brindan un mayor ahorro dinámico, estos generan un mayor consumo energético en el estado estable. De forma indirecta, también hay una mejora en los valores del ISE, cambian de 3.903×10^{-3} y 0.016203 2.5525×10^{-3} y 0.014426 (disminución del 34.6 % y 10.9 %, respectivamente).

Por su parte, la segunda propuesta de optimización indica que $N_F = 16$, $R = 0.148752$, $R_B =$

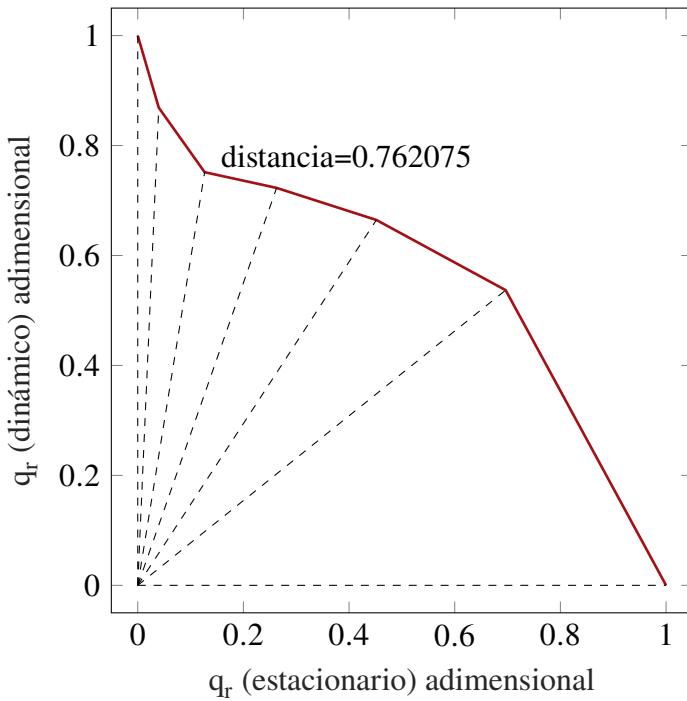


Figura 4.19. Curva Pareto para la optimización de la columna extractiva.

1.714292, $S = 109$ mol/min y $\tau_C = 0.15\tau$ con un q_r estacionario de 212356 W y un valor dinámico promedio igual a 201515 W (hay una disminución del 4.38 % del valor dinámico pero un aumento de casi 0.1 % en el parámetro estable). Los valores del ISE cambian a 2.54×10^{-6} y 3.55×10^{-4} (disminución del 99 % y 97 %, respectivamente). Como se puede observar, los resultados son bastante semejantes entre ambas metodologías, solo que la curva Pareto es más flexible en el desempeño del controlador, en aras de disminuir la carga térmica de la columna en estado estacionario, mientras que el segundo método permite incorporar el desempeño de los dos controladores y brinda un comportamiento más estricto y un mayor ahorro energético dinámico.

4.5. Optimización del proceso completo

Como etapa final del proyecto, se implementan las propuestas de optimización dinámica sobre el proceso completo. El procedimiento inicia con la incorporación de la columna recuperativa y la recirculación del agente de arrastre en la simulación, mediante los correspondientes balances de materia y energía. Para garantizar que el algoritmo encuentre una solución viable, se comienza por simular ambas columnas de forma independiente; una vez alcanzado el estado estacionario en cada una, se conectan las corrientes de fondo con sus respectivos destinos. Esta vez, la simulación demanda un mayor tiempo de cómputo para lograr la convergencia, ya que la subrutina *ode23tb* aplica una discretización más fina al incorporar la recirculación, debido a los cambios abruptos que esta genera en los flujos y fracciones molares. Resulta recomendable seguir esta estrategia, ya que partir directamente de un sistema con recirculación activa requeriría condiciones iniciales altamente específicas para alcanzar la convergencia; incluso una ligera variación en los parámetros de diseño podría impedir encontrar una solución.

En la [Tabla 4.2](#) se comparan los resultados obtenidos de la simulación en estado estacionario con los generados por Aspen Plus (el diagrama de flujo generado se muestra en el [Apéndice B](#)). Como se puede observar, en esta ocasión el error en las fracciones molares aumenta ligeramente debido a la recirculación; no obstante, el porcentaje sigue siendo lo suficientemente bajo como para considerarse aceptable en relación con los datos del simulador comercial.

Como acotación, en el trabajo de [Gil Chaves *et al.* \(2016\)](#) se plantea operar la columna recuperativa bajo vacío con el fin de mejorar la purificación del agente de arrastre. Sin embargo, al replicar esta condición en Aspen, se observó que los resultados no varían significativamente respecto a operar a presión atmosférica. Por esta razón, se optó por mantener ambas columnas a 1 atm, con el objetivo de evitar costos energéticos adicionales asociados al uso de vacío.

Tabla 4.2. Resultados del proceso completo.

Columna	Parámetro	Simulación	Aspen Plus	Error
Extractiva	X_D^{etanol}	0.991805	0.991805	$1.0 \times 10^{-5} \%$
	X_D^{agua}	0.0081951	0.008195	0.00 %
	$X_W^{glicerol}$	0.766992	0.765601	0.18 %
	X_W^{agua}	0.233009	0.234398	0.59 %
	D	221.818 mol/min		No aplica
	W	123.791 mol/min	123.012 mol/min	0.63 %
	q_r	267745 W	273469 W	2.09 %
Recuperativa	X_D^{agua}	0.998229	0.998229	$1.7 \times 10^{-5} \%$
	$X_W^{glicerol}$	0.993071	0.993126	0.01 %
	X_W^{agua}	0.006929	0.006874	0.79 %
	D	28.232 mol/min		No aplica
	W	95.559 mol/min	94.780 mol/min	0.82 %
	q_r	64478 W	62235 W	3.60 %

En este nuevo esquema de trabajo, el flujo del agente de arrastre no se define como tal; en su lugar, se establece el flujo molar de una corriente fresca del solvente (S_F), el cual se añade a la corriente de recirculación, de tal forma que:

$$S = S_F + W \text{ (recuperadora)} \quad (4.2)$$

Véase de la siguiente forma: cuando se estudiaba solo la columna extractiva, no se consideraban los efectos de la recirculación y se tenía la premisa de que todo el solvente se iba a recircular; ahora, en este esquema con las dos columnas, se observa que el glicerol no se recupera al 100 %, por lo que se debe considerar forzosamente una corriente fresca ya que, si no se hiciera, en algún momento del proceso todo el agente de arrastre se iría por las corrientes de destilado. Ahora bien, un mayor flujo de S_F incrementa la pureza del agente de arrastre que

entra a la zona extractiva, sin embargo, su valor debe ser lo más pequeño posible. No se puede considerar un valor muy grande de S_F , porque eso llevaría a un estado estacionario en el que se desperdicia una gran cantidad de sustancia (recordando que, por balance de materia, en estado estacionario las entradas son iguales a las salidas), lo cual no es conveniente ya que suele ser de un costo elevado. Por tal motivo, se establece un valor suficientemente pequeño para S_F (0.05 mol/min) y este no se modificará, con el afán de garantizar un bajo desperdicio de la sustancia. El incrementar su valor en aras de mejorar el resultado del problema de optimización trae resultados despreciables comparado a la modificación del resto de parámetros.

Entendiendo lo anterior, se procede con la optimización en estado estacionario. En este caso, la función objetivo buscará minimizar el consumo energético de los dos rehervidores, es decir:

$$q_r(\text{total}) = q_r(\text{extractiva}) + q_r(\text{recuperativa}) \quad (4.3)$$

Las variables de decisión serán nuevamente las razones de reflujo y de fondos (en esta ocasión de las dos columnas), el plato de alimentación de la mezcla azeotrópica (N_F) y el plato de alimentación de la segunda columna (N_W). El plato de alimentación del solvente N_S sigue dando mejores resultados en el plato 2 en diversas combinaciones propuestas, por lo que se omite como variable de decisión.

Las Figuras 4.20 y 4.21 muestran los resultados obtenidos al modificar únicamente las variables continuas (R y R_B de ambas columnas). Es importante señalar que, aunque en las gráficas se utiliza el reflujo de la segunda columna como parámetro principal, esto no implica que las demás variables permanezcan constantes. En la Figura 4.20 se observa que, si bien los parámetros óptimos contribuyen a reducir la carga térmica del rehervidor de la columna extractiva, al mismo tiempo provocan un aumento en el requerimiento energético de la segunda columna. Esto se debe a que, a medida que el reflujo de la columna recuperativa incrementa, los valores óptimos de R y R_B en la columna extractiva disminuyen, lo que genera un mayor flujo del agente de arrastre y, en consecuencia, un ligero aumento en la energía

necesaria para lograr la separación. Sin embargo, lo que resulta de interés para el problema de optimización es la minimización de q_r total, obteniendo así un punto de equilibrio para el beneficio de ambas columnas, como se muestra en la Figura 4.21.

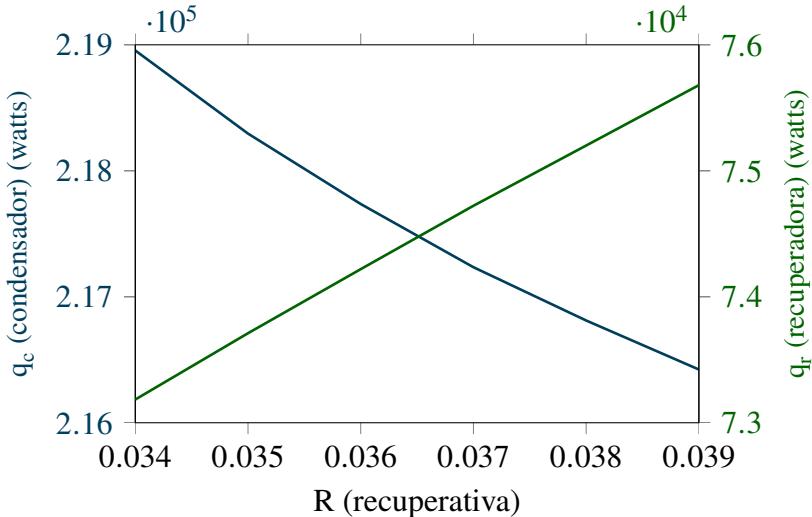


Figura 4.20. Comparativa de q_r óptimo entre la columna extractiva y la recuperadora.

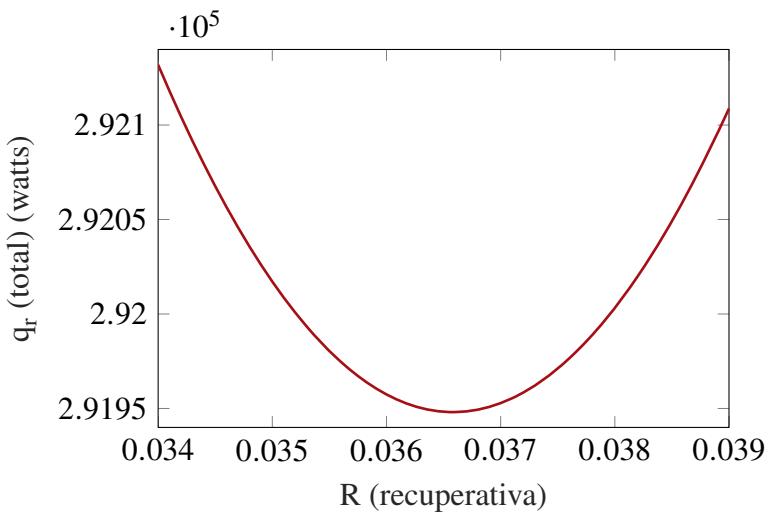


Figura 4.21. q_r óptimo total entre ambas columnas.

Posteriormente, se incorporan las variables enteras N_W y N_F al problema de optimización. Se prueban diversas combinaciones (Figuras 4.22 y 4.23) y se encuentra que los valores

óptimos son $N_W = 3$ y $N_F = 17$, a diferencia de lo que recomendaba la literatura (son $N_W = 4$ y $N_F = 15$), acompañado de valores de $R = 0.28294$, $R_B = 1.95365$ y $q_r = 217326$ W en la columna extractiva y $R = 0.032$, $R_B = 0.58$ y $q_r = 74440$ W en la recuperadora, con un consumo energético total por parte de los dos rehervidores de 291766 W. La columna extractiva con recirculación requiere 2.4 % más de energía que la columna aislada.

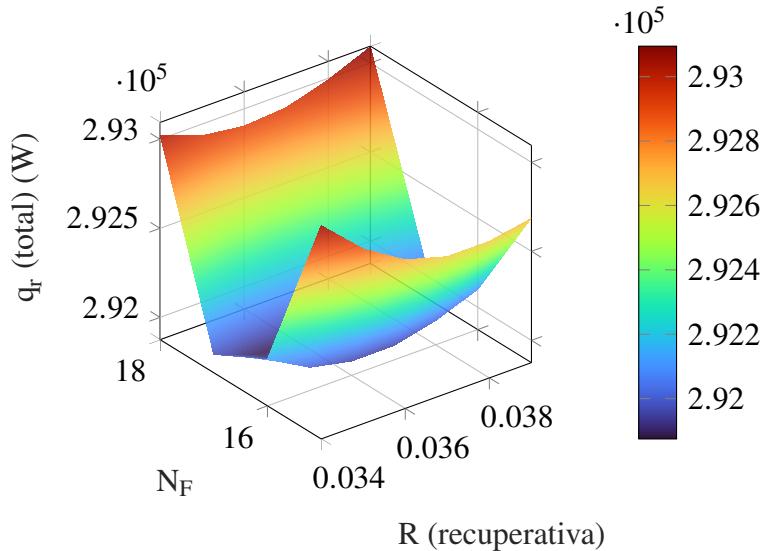


Figura 4.22. Valores óptimos en la columna recuperativa variando N_F ($N_W = 3$).

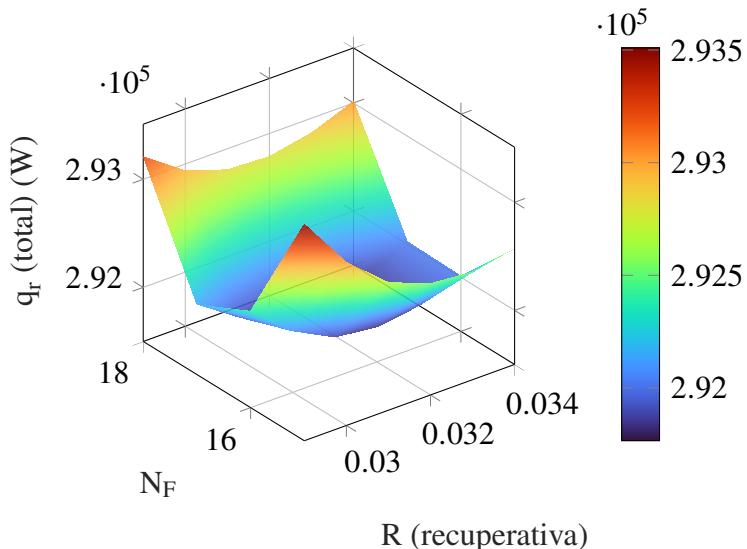


Figura 4.23. Valores óptimos en la columna recuperativa variando N_F ($N_W = 4$).

Por último, se incorporan los dos lazos de control a la simulación con el afán de implementar la optimización dinámica. En esta ocasión, no hay inconvenientes en la sintonización de los controladores ya que, a causa de la corriente de reflujo y al bajo valor empleando de la corriente fresca, el flujo del agente de arrastre ya no es tan alto como en el caso anterior, lo que permite alcanzar valores bajos de τ_C .

Se aplican las dos metodologías desarrolladas en la sección anterior: una donde se compare con una Curva Pareto la carga térmica del estado dinámico con la del estado estacionario y otra en donde, a través del método *weighting*, se le dé un 50 % a los dos controladores (25 % para cada uno) y otro 50 % a la carga térmica del rehervidor. En esta ocasión, dado que sí pueden emplearse valores muy pequeños de τ_C (hasta 0.1τ), existe el riesgo de que el consumo energético aumente debido a un control excesivamente estricto. Por ello, se contemplará la posibilidad de otorgarle un peso al consumo de energía en estado estacionario y otro al valor promedio en estado dinámico.

Los resultados de la Curva Pareto se muestran en la [Figura 4.24](#). Como se puede apreciar, se obtiene un punto óptimo a través de la menor distancia posible entre la curva y el punto utópico, el cual indica que $N_W = 3$ y $N_F = 17$ (iguales a la optimización estacionaria), con razones de $R=0.30467$ y $RB=2.02437$ en la columna extractiva y $R = 0.03025$ con $R_B = 0.58$ en la recuperadora, con un parámetro de sintonizado de $\tau_C = 0.2$. Por su parte, q_r estacionario total es de 291849 W y el valor dinámico promedio es igual a 337879 W (hay una disminución del 0.2 % del valor dinámico considerando el mismo valor de τ_C , con un aumento de 0.028 % en el valor estable). La variación del ISE es prácticamente igual en ambos casos. Cabe resaltar que todos los puntos que se observan en esta curva Pareto emplean los mismos valores de N_W y N_F , ya q_r estacionario tiene un comportamiento proporcional al valor dinámico entre cada arreglo de N_W y N_F , siendo inverso solamente para una cierta configuración de la columna. En conclusión, estos dos parámetros tienen poca probabilidad de modificarse de un enfoque a otro si la prioridad es la disminución del consumo energético.

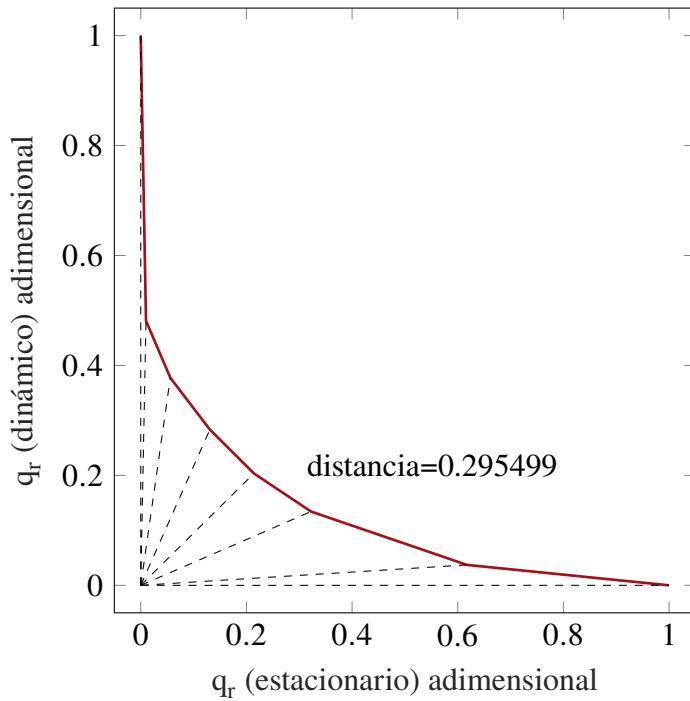


Figura 4.24. Curva Pareto para la optimización del proceso completo.

Por su parte, en la segunda metodología se proponen diversos pesos que generen alguna mejora del estado dinámico. Algunas combinaciones mostraron resultados muy cercanos a los valores de diseño con el enfoque estacionario, por lo que resultan de poca utilidad. Una de las alternativas que ofreció los mejores resultados fue aquella en la que se asignó un 10 % de peso a cada controlador y un 80 % para el q_r dinámico, dando como resultados $R = 0.31477$ y $R_B = 2.05678$ (extractiva), $R = 0.0295$ y $R_B = 0.58$ (recuperativa), $N_W = 3$, $N_F = 17$ y $\tau_C = 0.15$. Se asigna un peso reducido a los controladores, ya que en la metodología anterior se observó que las variaciones del ISE son mínimas, y se excluye el q_r estacionario debido a la relación de proporcionalidad que guarda con el valor dinámico (el incluir ese valor generaba una tendencia hacia los mismos resultados del estado estacionario). Para otros casos de estudio, se recomienda analizar el impacto de diversas configuraciones de diseño con el rendimiento del esquema de control para saber si se le da un peso mayor al que se propuso en este trabajo.

Respecto a los resultados energéticos, q_r estacionario total es de 292005 W y el valor dinámico promedio es igual a 337739 W (hay una disminución del 0.24 % del valor dinámico considerando el mismo valor de τ_C , con un aumento de 0.082 % en el valor estable). En todas las optimizaciones dinámicas realizadas, existe un ahorro de energía; se manejan porcentajes muy pequeños debido a las grandes cantidades de energía que se requieren, sin embargo, su impacto traducido en costos será notable. También influye el número de perturbaciones consideradas, ya que en este trabajo se ingresaron pocas, con el afán de identificar claramente el impacto de cada una de ellas. Gracias a esto, por ejemplo, se sabe que las perturbaciones de composición son las que generan un mayor costo energético.

Si solo se optimizara el desempeño de los esquemas de control, los parámetros operativos cambiarían un poco más. Por ejemplo, el menor valor de ISE para el controlador superior, se obtiene con $R = 0.26521$ y $R_B = 1.8935$ (extractiva), $R = 0.039$ y $R_B = 0.58$ (recuperativa), $N_W = 4$, $N_F = 17$, mientras que para el controlador inferior sería $R = 0.27211$ y $R_B = 1.90331$ (extractiva), $R = 0.039$ y $R_B = 0.58$ (recuperativa), $N_W = 4$, $N_F = 18$, lo cual demuestra la utilidad del problema multiobjetivo que también considere la energía.

Capítulo 5

Conclusiones y perspectivas

5.1. Conclusiones generales

En el presente trabajo se desarrolló una nueva propuesta de optimización aplicada al proceso de destilación extractiva, la cual fue comparada con el enfoque convencional en estado estacionario. Los resultados obtenidos demostraron que incorporar los efectos del comportamiento dinámico del sistema resulta fundamental para una determinación más precisa de los parámetros de diseño y control. Este enfoque permite minimizar los requerimientos energéticos de la columna y, al mismo tiempo, garantizar una respuesta óptima del sistema de control. Las conclusiones más relevantes se presentan a continuación:

- Los balances de materia y energía empleados representan adecuadamente el comportamiento de las dos columnas involucradas en un proceso de destilación extractiva, en comparación con la información proporcionada por un software comercial. Se destaca que el modelo desarrollado incluso ofrece mayor flexibilidad para alcanzar la convergencia cuando se incorpora la recirculación, en contraste con el simulador, que presenta dificultades para encontrar una solución si no se introducen datos precisos de ambas columnas. Esto se debe a la estrategia de simulación empleada (primero se arrancan las columnas por separado y después se conectan) y a la subrutina *ode23tb*, que es bastante flexible para sistemas rígidos.
- Los controladores PI resultan suficientes para atenuar perturbaciones en el flujo de alimentación dentro de un intervalo de $\pm 20\%$, así como variaciones de composición y

temperatura de hasta un -20 %.

- Si las columnas de destilación ya han sido construidas, es decir, si ya cuentan con un número definido de etapas, y se busca reducir los costos del proceso, se puede plantear directamente el problema de optimización en términos de la minimización de la carga térmica del rehervidor. Sin embargo, si las columnas aún no han sido construidas y se desea determinar el número óptimo de etapas, entonces el problema debe formularse en términos de costos totales.
- Los resultados obtenidos al optimizar únicamente la columna extractiva y luego compararlos con los del proceso completo muestran diferencias significativas, debido a la recirculación y a las impurezas de otros componentes que acompañan al agente de arrastre. En todos los valores óptimos encontrados, la composición de la recirculación siempre está por arriba del 99 % de glicerol y la cantidad de etanol es despreciable, lo cual refleja la sensibilidad que tiene el equilibrio a un cambio mínimo de algún componente. Una razón por la que esto ocurre es porque el agente de arrastre se alimenta en los primeros platos de la columna extractiva y, en ese punto, el vapor ya cuenta con una alta pureza de etanol, por lo que el mínimo contacto con agua modificará los valores de diseño propuestos. Una estrategia que se suele emplear para obtener una mayor pureza del agente de arrastre recirculado es trabajar con presiones de vacío, pero eso generará mayores costos energéticos que se pueden evitar simplemente modificando los parámetros de diseño como en este trabajo.
- La optimización del consumo energético de ambas columnas es posible mediante la modificación de variables operativas como la razón de reflujo, la razón de fondos y el plato de alimentación. El flujo del agente de arrastre se ajusta automáticamente como resultado de los cambios en estas variables cuando se simula el proceso completo.
- Si el proceso no requiere un control demasiado estricto, se recomienda emplear una Curva Pareto que compare la carga térmica en estado estacionario con el valor promedio del comportamiento dinámico. Esto permite maximizar el ahorro energético sin

comprometer la calidad del control, ya que, salvo en casos donde se utilicen valores muy pequeños de τ_C ($< 0.2\tau$), un control más estricto tiende a favorecer también a un menor consumo de energía. En cambio, si el proceso está sujeto a perturbaciones frecuentes, el método *weighting* resulta una mejor alternativa, ya que permite asignar pesos a la optimización de los controladores y al consumo energético, proporcionando una solución equilibrada que beneficie a ambos aspectos.

5.2. Perspectivas

- Se tiene que demostrar que esta metodología brinda los mismos resultados favorables en otros casos de estudio. Inclusive, se puede incorporar una variable decisión más al problema de optimización en los casos en que el arrastrador sea una mezcla de dos o más sustancias y se deba determinar cuál es la mezcla óptima de ellos.
- Plantear el problema de optimización en términos de costos y comparar resultados.
- Se puede considerar algún otro objetivo de optimización adicional a los que ya se han planteado, en los casos en los que la mejora del controlador no sea necesaria, tal como el máximo destilado promedio o la máxima pureza promedio.
- Incorporación de los fenómenos de transporte que rodean al proceso para su escalamiento y mejoras al modelo dinámico en general, por ejemplo, cambiar la ecuación hidráulica del flujo de líquido por otra con mayor complejidad.

Bibliografía

- Ahmadian Behrooz, H. (2017). Robust Design and Control of Extractive Distillation Processes under Feed Disturbances. *Industrial & Engineering Chemistry Research* **56**, 4446–4462. Publisher: American Chemical Society. [10.1021/acs.iecr.7b00004](https://doi.org/10.1021/acs.iecr.7b00004).
- Aneesh, V., Antony, R., Paramasivan, G., Selvaraju, N. (2016). Distillation technology and need of simultaneous design and control: A review. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* **104**, 219–242. [10.1016/j.cep.2016.03.016](https://doi.org/10.1016/j.cep.2016.03.016).
- Benedict, M., Rubin, D.R. (1945). Extractive and azeotropic distillation. *Theoretical Aspects. Trans. Am. Inst. Chem. Eng* **41**, 353–370.
- Cignitti, S., Rodriguez-Donis, I., Abildskov, J., You, X., Shcherbakova, N., Gerbaud, V. (2019). CAMD for entrainer screening of extractive distillation process based on new thermodynamic criteria. *Chemical Engineering Research and Design* **147**, 721–733. [10.1016/j.cherd.2019.04.038](https://doi.org/10.1016/j.cherd.2019.04.038).
- Cui, P., Xing, J., Li, C., Zhou, M., Zhang, J., Dai, Y., Zhong, L., Wang, Y. (2024). Environmental, economic and exergy analysis of separation of ternary azeotrope by variable pressure extractive distillation based on multi-objective optimization. *Chinese Journal of Chemical Engineering* **65**, 145–157. [10.1016/j.cjche.2023.07.010](https://doi.org/10.1016/j.cjche.2023.07.010).
- De Figueirêdo, M.F., Guedes, B.P., de Araújo, J.M.M., Vasconcelos, L.G.S., Brito, R.P. (2011). Optimal design of extractive distillation columns—A systematic procedure using a process simulator. *Chemical Engineering Research and Design* **89**, 341–346. [10.1016/j.cherd.2010.06.011](https://doi.org/10.1016/j.cherd.2010.06.011).
- Edgar, T.F., Himmelblau, D.M., Lasdon, L.S. (2001). *Optimization of chemical processes*.

- Felder, R.M., Rousseau, R.W., Bullard, L.G. (2020). *Elementary Principles of Chemical Processes*. John Wiley & Sons. Google-Books-ID: Aur5DwAAQBAJ.
- GANI, R., ROMAGNOLI, J.A., STEPHANOPOULOS, G. (1986). Control Studies in an Extractive Distillation Process: Simulation and Measurement Structure. *Chemical Engineering Communications* **40**, 281–302. [10.1080/00986448608911703](https://doi.org/10.1080/00986448608911703).
- García-Herreros, P., Gómez, J.M., Gil, I.D., Rodríguez, G. (2011). Optimization of the Design and Operation of an Extractive Distillation System for the Production of Fuel Grade Ethanol Using Glycerol as Entrainer. *Industrial & Engineering Chemistry Research* **50**, 3977–3985. Publisher: American Chemical Society. [10.1021/ie101845j](https://doi.org/10.1021/ie101845j).
- Geankoplis, C.J., Hersel, A.A., Lepek, D.H. (2018). *Transport Processes and Separation Process Principles*. Prentice Hall.
- Gerbaud, V., Rodriguez-Donis, I. (2014). Chapter 6 - Extractive Distillation, en: *Distillation*. Academic Press, Boston, pp. 201–245.
- Gerbaud, V., Rodriguez-Donis, I., Hegely, L., Lang, P., Denes, F., You, X. (2019). Review of extractive distillation. Process design, operation, optimization and control. *Chemical Engineering Research and Design* **141**, 229–271. [10.1016/j.cherd.2018.09.020](https://doi.org/10.1016/j.cherd.2018.09.020).
- Gil, I.D., Gómez, J.M., Rodríguez, G. (2012). Control of an extractive distillation process to dehydrate ethanol using glycerol as entrainer. *Computers & Chemical Engineering* **39**, 129–142. [10.1016/j.compchemeng.2012.01.006](https://doi.org/10.1016/j.compchemeng.2012.01.006).
- Gil Chaves, I.D., López, J.R.G., García Zapata, J.L., Leguizamón Robayo, A., Rodríguez Niño, G. (2016). *Process Analysis and Simulation in Chemical Engineering*. Springer International Publishing, Cham. [10.1007/978-3-319-14812-0](https://doi.org/10.1007/978-3-319-14812-0).
- Gutiérrez-Guerra, R., Segovia-Hernández, J.G., Hernández, S. (2009). Reducing energy consumption and CO₂ emissions in extractive distillation. *Chemical Engineering Research and Design* **87**, 145–152. [10.1016/j.cherd.2008.07.004](https://doi.org/10.1016/j.cherd.2008.07.004).

- Herrera-Calderón, M., Beltrán-Herrera, J.C. (2012). Uso de coeficientes de actividad experimentales a dilución infinita para validar simulaciones de proceso. *Tecnología, Ciencia, Educación* **27**, 69–79. Publisher: Instituto Mexicano de Ingenieros Químicos AC.
- Kumar, S., Wright, J.D., Taylor, P.A. (1984). Modelling and dynamics of an extractive distillation column. *The canadian journal of chemical engineering* **62**, 780–789. [10.1002/cjce.5450620608](https://doi.org/10.1002/cjce.5450620608).
- Labovská, Z., Steltenpohl, P., Graczová, E. (2012). Extractive distillation modeling of the ternary system 2-methoxy-2-methylpropane-methanol-butan-1-ol. *Chemical Papers* **66**, 556–565. [10.2478/s11696-012-0138-2](https://doi.org/10.2478/s11696-012-0138-2).
- Laroche, L., Andersen, H.W., Morari, M., Bekiaris, N. (1991). Homogeneous azeotropic distillation: Comparing entrainers. *The Canadian Journal of Chemical Engineering* **69**, 1302–1319. [10.1002/cjce.5450690611](https://doi.org/10.1002/cjce.5450690611).
- Lei, Z., Li, C., Chen, B. (2003). Extractive Distillation: A Review. *Separation & Purification Reviews* **32**, 121–213. Publisher: Taylor & Francis _eprint: <https://doi.org/10.1081/SPM-120026627>. [10.1081/SPM-120026627](https://doi.org/10.1081/SPM-120026627).
- Lei, Z., Li, C., Li, Y., Chen, B. (2004). Separation of acetic acid and water by complex extractive distillation. *Separation and Purification Technology* **36**, 131–138. [10.1016/S1383-5866\(03\)00208-9](https://doi.org/10.1016/S1383-5866(03)00208-9).
- Li, L., Guo, L., Tu, Y., Yu, N., Sun, L., Tian, Y., Li, Q. (2017). Comparison of different extractive distillation processes for 2-methoxyethanol/toluene separation: Design and control. *Computers & Chemical Engineering* **99**, 117–134. [10.1016/j.compchemeng.2017.01.025](https://doi.org/10.1016/j.compchemeng.2017.01.025).
- Lo, K.M., Chien, I.L. (2017). Efficient separation method for *tert*-butanol dehydration via extractive distillation. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers* **73**, 27–36. [10.1016/j.jtice.2016.07.040](https://doi.org/10.1016/j.jtice.2016.07.040).

- Luyben, W.L., Chien, I.L. (2011). *Design and Control of Distillation Systems for Separating Azeotropes*. John Wiley & Sons. Google-Books-ID: vR8BNxZy5WQC.
- MATLAB (2024). ode23tb - Solve stiff differential equations — trapezoidal rule + backward differentiation formula.
- Morris, C.G., Svrcek, W.Y. (1981). Dynamic simulation of multicomponent distillation. *The Canadian Journal of Chemical Engineering* **59**, 382–387. _eprint: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/cjce.5450590319>. [10.1002/cjce.5450590319](https://doi.org/10.1002/cjce.5450590319).
- Murrieta-Dueñas, R., Gutiérrez-Guerra, R., Segovia-Hernández, J.G., Hernández, S. (2011). Analysis of control properties of intensified distillation sequences: Reactive and extractive cases. *Chemical Engineering Research and Design* **89**, 2215–2227. [10.1016/j.cherd.2011.02.021](https://doi.org/10.1016/j.cherd.2011.02.021).
- Ness, H.C.V., Abbott, M., Swihart, M., Smith, J.M. (2017). *Introduction to Chemical Engineering Thermodynamics*. McGraw-Hill Education.
- Pan, J., Ding, Y., Li, J., Xie, L., Xu, Z., Wu, H., Ye, Q. (2024). Economic, entropy generation and environmental analysis of separation of high-concentration azeotropic mixtures by an innovative extractive distillation configuration based on multi-objective optimization. *Separation and Purification Technology* **340**, 126729. [10.1016/j.seppur.2024.126729](https://doi.org/10.1016/j.seppur.2024.126729).
- Paranjape, R.D. (1993). *Modeling and control of an extractive distillation column*. PhD Thesis. Texas Tech University.
- Pla-Franco, J., Lladosa, E., Lorás, S., Montón, J.B. (2013). Phase equilibria for the ternary systems ethanol, water + ethylene glycol or + glycerol at 101.3 kPa. *Fluid Phase Equilibria* **341**, 54–60. [10.1016/j.fluid.2012.12.022](https://doi.org/10.1016/j.fluid.2012.12.022).
- Poling, B.E., Prausnitz, J.M., O'connell, J.P. (2001). *The properties of gases and liquids*. volumen 5. McGraw-hill New York.

- Renon, H., Prausnitz, J.M. (1968). Local compositions in thermodynamic excess functions for liquid mixtures. *AIChE Journal* **14**, 135–144. _eprint: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/aic.690140124>. [10.1002/aic.690140124](https://doi.org/10.1002/aic.690140124).
- Roffel, B., Betlem, B. (2007). *Process Dynamics and Control: Modeling for Control and Prediction* | Wiley. Wiley.
- Sandler, S.I. (2017). *Chemical, Biochemical, and Engineering Thermodynamics*. John Wiley & Sons. 5 edición.
- Sandoval-González, R. (2004). *Estudio del equilibrio liquido-vapor en sistemas acetona-agua*. Tesis de doctorado. Universidad Nacional Autónoma de México.
- Seader, J.D., Henley, E.J., Roper, D.K. (2016). *Separation process principles: With applications using process simulators*. John Wiley & Sons.
- Shan, B., Zheng, Q., Chen, Z., Shen, Y., Zhang, F., Wang, Y., Zhu, Z. (2021). Dynamic control and performance comparison of conventional and dividing wall extractive distillation for benzene / isopropanol / water separation. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers* **128**, 73–86. [10.1016/j.jtice.2021.08.005](https://doi.org/10.1016/j.jtice.2021.08.005).
- Shen, W., Dong, L., Wei, S., Li, J., Benyounes, H., You, X., Gerbaud, V. (2015). Systematic design of an extractive distillation for maximum-boiling azeotropes with heavy entrainers. *AIChE Journal* **61**, 3898–3910. [10.1002/aic.14908](https://doi.org/10.1002/aic.14908).
- Sholl, D.S., Lively, R.P. (2016). Seven chemical separations to change the world. *Nature* **532**, 435–437. Number: 7600 Publisher: Nature Publishing Group. [10.1038/532435a](https://doi.org/10.1038/532435a).
- Skogestad, S., Grimholt, C. (2012). The SIMC Method for Smooth PID Controller Tuning, en: Vilanova, R., Visioli, A. (Eds.), *PID Control in the Third Millennium: Lessons Learned and New Approaches*. Springer, London, pp. 147–175.
- Smith, C.A., Corripio, A.B. (2014). *CONTROL AUTOMATICO DE PROCESOS : TEORIA Y PRACTICA*. Editorial Limusa S.A. De C.V.. 2 edición.

- Souza, W.L.R., Silva, C.S., Meleiro, L.A.C., Mendes, M.F. (2013). Vapor–liquid equilibrium of the (water + ethanol + glycerol) system: Experimental and modelling data at normal pressure. *The Journal of Chemical Thermodynamics* **67**, 106–111. [10.1016/j.jct.2013.07.012](https://doi.org/10.1016/j.jct.2013.07.012).
- Sun, S., Lü, L., Yang, A., Wei, S., Shen, W. (2019). Extractive distillation: Advances in conceptual design, solvent selection, and separation strategies. *Chinese Journal of Chemical Engineering* **27**, 1247–1256. [10.1016/j.cjche.2018.08.018](https://doi.org/10.1016/j.cjche.2018.08.018).
- Sánchez-Ramírez, E., Zhang, Y., Yang, A., Kong, Z.Y., Segovia-Hernández, J.G., Sunarso, J. (2023). Integrating sustainability metrics to the design of extractive distillation for ternary azeotropic mixtures of ethanol, tetrahydrofuran, and methanol separation. *Chemical Engineering Research and Design* **200**, 58–66. [10.1016/j.cherd.2023.10.054](https://doi.org/10.1016/j.cherd.2023.10.054).
- Waltermann, T., Grueters, T., Skiborowski, M. (2018). Optimization of extractive distillation – integrated solvent selection and energy integration, en: Eden, M.R., Ierapetritou, M.G., Towler, G.P. (Eds.), *Computer Aided Chemical Engineering*. Elsevier. volumen 44 de *13 International Symposium on Process Systems Engineering (PSE 2018)*, pp. 187–192.
- Wang, K., Zu, C., Zhao, Y., Chang, L., Meng, F., Qi, J., Wang, Y., Zhu, Z., Wang, S., Yang, J., Cui, P. (2025). Energy efficient process for the separation of acetone/methanol/dichloromethane by extractive distillation with mixed entrainers based on multi-objective optimization algorithm. *Separation and Purification Technology* **361**, 131691. [10.1016/j.seppur.2025.131691](https://doi.org/10.1016/j.seppur.2025.131691).
- Wang, S., Wang, Y., Sun, K., Xu, Q., Wang, Y., Zhang, F., Shan, B. (2024). Sustainable and efficient-saving process synthesis design for separating methanol–water–toluene via extractive distillation based on multi-objective optimization. *Process Safety and Environmental Protection* **190**, 262–276. [10.1016/j.psep.2024.07.037](https://doi.org/10.1016/j.psep.2024.07.037).
- Xu, Z., Wang, Y., Li, J., Wu, H., Pan, J., Ye, Q. (2025). Multi-objective optimization and performance evaluation for the recovery of isopropanol and benzene from effluent via side-

- stream extractive distillation with intermediate reboiler processes. *Separation and Purification Technology* **358**, 130338. [10.1016/j.seppur.2024.130338](https://doi.org/10.1016/j.seppur.2024.130338).
- You, X., Gu, J., Gerbaud, V., Peng, C., Liu, H. (2018). Optimization of pre-concentration, entrainer recycle and pressure selection for the extractive distillation of acetonitrile-water with ethylene glycol. *Chemical Engineering Science* **177**, 354–368. [10.1016/j.ces.2017.11.035](https://doi.org/10.1016/j.ces.2017.11.035).
- You, X., Rodriguez-Donis, I., Gerbaud, V. (2014). Extractive Distillation Process Optimisation of the 1.0-1a Class System, Acetone - methanol with Water, en: Klemeš, J.J., Varbanov, P.S., Liew, P.Y. (Eds.), *Computer Aided Chemical Engineering*. Elsevier. volumen 33 de 24 *European Symposium on Computer Aided Process Engineering*, pp. 1315–1320.
- You, X., Rodriguez-Donis, I., Gerbaud, V. (2016). Low pressure design for reducing energy cost of extractive distillation for separating diisopropyl ether and isopropyl alcohol. *Chemical Engineering Research and Design* **109**, 540–552. [10.1016/j.cherd.2016.01.026](https://doi.org/10.1016/j.cherd.2016.01.026).
- Yu, B.Y., Chien, I.L. (2023). Novel temperature-control strategy for single column side-stream extractive distillation process with intermediate-boiling entrainer. *Separation and Purification Technology* **310**, 123163. [10.1016/j.seppur.2023.123163](https://doi.org/10.1016/j.seppur.2023.123163).
- Zhang, L., Yang, B., Zhang, W. (2015). Vapor–Liquid Equilibrium of Water + Ethanol + Glycerol: Experimental Measurement and Modeling for Ethanol Dehydration by Extractive Distillation. *Journal of Chemical & Engineering Data* **60**, 1892–1899. Publisher: American Chemical Society. [10.1021/acs.jced.5b00116](https://doi.org/10.1021/acs.jced.5b00116).
- Zhang, X., Cui, C., Sun, J., Zhang, X. (2023). Integrated design and self-optimizing control of extractive distillation process with preconcentration. *Chemical Engineering Science* **280**, 119074. [10.1016/j.ces.2023.119074](https://doi.org/10.1016/j.ces.2023.119074).

Apéndice A

Códigos para la simulación de la columna extractiva

A.1. Código principal

```
1      clc
2      clear
3      close all
4
5      R=0.6;
6      RB= 2.69537; % VALORES BASE
7
8      % R=0.120253870765703;
9      % RB=1.59656693633374; %VALORES OPTIMOS 116 16,23
10
11     % Alimentacion 1
12
13     XF1=[0 0];
14     F1= 100; %mol/min
15     TALIM1=65; %Celsius
16     q1=funcionq(XF1,TALIM1);
17
18     %% Alimentacion 2
19
20     XF2=[0.88 0.12];
21     F2=250; %mol/min
22     TALIM2=78; %Celsius
23     q2=funcionq(XF2,TALIM2);
24
25     %% Solucion dinamica
26
27     platoali1=2;
28     platoali2=15;
29     platos=23;
```

```

30
31     M0=linspace(5,5,platos)';
32     xav=linspace(0.6,0.01,platos)';
33     xc=0.1;
34     xbv=1-xav-xc;
35     X0=[xav; xbv] ;
36     LV=linspace(200,200,platos)';
37
38     dt=0.1;
39     z0=[M0;X0;LV;200];
40     t=0:dt:100;
41
42     [t,z]=ode23tb('ecuaciones',t,z0,[],R,RB,F1,F2,XF1,XF2,q1,q2
43     , platoali1,platoali2,platos);
44
45     M=z(:,1:platos);
46     xa=z(:,platos+1:2*platos);
47     xb=z(:,2*platos+1:3*platos);
48     L=z(:,3*platos+1:4*platos);
49     L0=z(:,4*platos+1);
50
51     [ya,yb,~,hn,HN]=ELV_ETWG(xa,xb);
52
53     figure(1)
54     plot(t,M)
55     title('Perfil de masa')
56     xlabel('tiempo (min)'); ylabel('moles')
57
58     figure(2)
59     plot(t,xa(:,1), 'o',t,xa(:,2:platos-1),t,xa(:,platos), 'om')
60     title('Perfil de x_A')
61     xlabel('tiempo (min)'); ylabel('fraccion molar')
62
63     figure(3)
64     plot(t,ya(:,1), 'o',t,ya(:,2:platos-1),t,ya(:,platos), 'om')
65     title('Perfil de y_A')
66     xlabel('tiempo (min)'); ylabel('fraccion molar')
67
68     figure(4)
69     surf(t,1:platos,xa'); shading interp; colormap turbo;
70     colorbar; box on
71     xlabel('tiempo (min)'); ylabel('etapa (n)'); zlabel('X_D (
72     etanol) ')
73     view(50.5581815998078,40.1878504672897); ylim([1 platos]);

```

```

71 title('Perfil de x_A 3D')
72
73 figure(5)
74
75 surf(t,1:platos,ya'); shading interp; colormap turbo;
76 colorbar; box on
77 xlabel('tiempo (min)'); ylabel('etapa (n)'); zlabel('X_D (
78 etanol) ')
79 view(50.5581815998078,40.1878504672897);
80 title('Perfil de y_A 3D')
81
82 figure(6)
83 subplot(1,2,1);plot(t(1:5/dt),ya((1:5/dt),1))
84 xlabel('tiempo (min)'); ylabel('X_D')
85 xlim([0 5]); ylim([0.79 1.02])
86
87 subplot(1,2,2); plot(t(1:5/dt),xa((1:5/dt),platos), 'm')
88 xlabel('tiempo (min)'); ylabel('X_W')
89 xlim([0 5]); ylim([-0.001 0.01])
90
91 %% Para qr estacionario
92
93 XD=ya(end,1)
94 XD2=yb(end,1)
95
96 XW=xa(end,platos)
97 XW2=xb(end,platos)
98
99 [~,~,~,hD,~]=ELV_ETWG(XD,XD2);
100
101 hw=hn(end,end);
102
103 [~,~,~,hfl1,hfv1]=ELV_ETWG(XF1(1),XF1(2));
104 [~,~,~,hfl2,hfv2]=ELV_ETWG(XF2(1),XF2(2));
105
106 HF1=q1*hfl1+(1-q1)*hfv1;
107 HF2=q2*hfl2+(1-q2)*hfv2;
108
109 L0=L0(end);
110 L=L(end,:);
111 hn=hn(end,:);
112 HN=HN(end,:);
113
114 D=L0/R

```

```

113 W=L(platos)
114 V(platos)=W*RB;
115
116 %BALANCES DE ENERGIA PARA EL VAPOR
117
118 for i=platos-1:-1:platoali2+1
119 V(i)=(L(i-1)*hn(i-1)+V(i+1)*HN(i+1)-hn(i)*(L(i-1)+V(i+1)))
120     /(HN(i)-hn(i));
121 end
122
123 i=platoali2;
124 V(i)=(F2*HF2+L(i-1)*hn(i-1)+V(i+1)*HN(i+1)-hn(i)*(L(i-1)+V(i+1)+F2))/(HN(i)-hn(i));
125
126 for i=platoali2-1:-1:platoali1+1
127
128 V(i)=(L(i-1)*hn(i-1)+V(i+1)*HN(i+1)-hn(i)*(L(i-1)+V(i+1)))
129     /(HN(i)-hn(i));
130 end
131
132 i=platoali1;
133 V(i)=(F1*HF1+L(i-1)*hn(i-1)+V(i+1)*HN(i+1)-hn(i)*(L(i-1)+V(i+1)+F1))/(HN(i)-hn(i));
134
135 if platoali1>=3
136 for i=platoali1-1:-1:2
137 V(i)=(L(i-1)*hn(i-1)+V(i+1)*HN(i+1)-hn(i)*(L(i-1)+V(i+1)))
138     /(HN(i)-hn(i));
139 end
140 end
141
142 V(1)=(L0*hD+V(2)*HN(2)-hn(1)*(L0+V(2)))/(HN(1)-hn(1));
143
144 qc=V(1)*HN(1)-hD*(L0+D)
145 qr=(D*hD+ W*hw +qc- F1*HF1 -F2*HF2)/60
146
147 figure(7)
148 plot(0:platos,[L0 L],'-o',1:platos,V,'-o');
149 xlabel('etapa (n)'); ylabel('flujo (mol/min)')
150 legend('Líquido (L)', 'Vapor (V)', 'Location', 'northwest')
151 title('Flujo de líquido y vapor')

```

A.2. Balances de materia y energía

```

1      function dz=ecuaciones(~,z,~,R,RB,F1,F2,XF1,XF2,q1,q2,
2          platoali1,platoali2,platos)
3
4      M=z(1:platos);
5      xa=z(platos+1:2*platos);
6      xb=z(2*platos+1:3*platos);
7      L=z(3*platos+1:4*platos);
8      L0=z(4*platos+1);
9
10     dxa=zeros(platos,1);
11     dxb=zeros(platos,1);
12     dM=zeros(platos,1);
13     dL=zeros(platos,1);
14     V=zeros(platos,1);
15
16     [ya,yb,~,hn,HN]=ELV_ETWG(xa,xb);
17
18     XD=ya(1);
19     XD2=yb(1);
20
21     %XW=xa(platos);
22     [~,~,~,hD,~]=ELV_ETWG(XD,XD2);
23
24     %hw=hn(end);
25
26     [~,~,~,hfl1,hfv1]=ELV_ETWG(XF1(1),XF1(2));
27     [~,~,~,hfl2,hfv2]=ELV_ETWG(XF2(1),XF2(2));
28
29     HF1=q1*hfl1+(1-q1)*hfv1;
30     HF2=q2*hfl2+(1-q2)*hfv2;
31
32     %qc=V(1)*HN(1)-hD*(L0+D);
33     %qr=D*hD+ W*hw +qc- F1*HF1 -F2*HF2;
34
35     D=L0/R;
36     W=L(platos);
37     V(platos)=W*RB;
38
39     %BALANCES DE ENERGÍA PARA EL VAPOR
40
41     %sección de empobrecimiento

```

```

41
42     for i=platos-1:-1:platoali2+1
43         V(i)=(L(i-1)*(hn(i-1)-hn(i))+V(i+1)*(HN(i+1)-hn(i)))/(HN(i)
44             -hn(i));
45     end
46
47     %sección de extractiva
48     i=platoali2;
49     V(i)=(F2*HF2+L(i-1)*hn(i-1)+V(i+1)*HN(i+1)-hn(i)*(L(i-1)+V(
50         i+1)+F2))/(HN(i)-hn(i));
51
52     for i=platoali2-1:-1:platoali1+1
53
54         V(i)=(L(i-1)*(hn(i-1)-hn(i))+V(i+1)*(HN(i+1)-hn(i)))/(HN(i)
55             -hn(i));
56     end
57
58     % sección de enriquecimiento
59     i=platoali1;
60     V(i)=(F1*HF1+L(i-1)*hn(i-1)+V(i+1)*HN(i+1)-hn(i)*(L(i-1)+V(
61         i+1)+F1))/(HN(i)-hn(i));
62
63     if platoali1>=3
64         for i=platoali1-1:-1:2
65             V(i)=(L(i-1)*(hn(i-1)-hn(i))+V(i+1)*(HN(i+1)-hn(i)))/(HN(i)
66                 -hn(i));
67         end
68     end
69
70
71     V(1)=(L0*hD+V(2)*HN(2)-hn(1)*(L0+V(2)))/(HN(1)-hn(1));
72
73     %%%%%%%%%%%%%%
74     % Balances de materia
75
76     HTC=1/6000;
77
78     if platoali1==1
79         %alimentación 1
80         i=platoali1;
81         dM(i)=L0-L(i)+V(i+1)-V(i)+F1;
82         dxa(i)=(L0*ya(1)-L(i)*xa(i)+V(i+1)*ya(i+1)-V(i)*ya(i)+F1*
83             XF1(1)-xa(i)*dM(i))/M(i);

```

```

78  dxb(i)=(L0*yb(1)-L(i)*xb(i)+V(i+1)*yb(i+1)-V(i)*yb(i)+F1*
79    XF1(2)-xb(i)*dM(i))/M(i);
80  dL(i)=(L0-L(i)+V(i+1)-V(i)+F1)/HTC;
81  end
82
83  if platoali1==2
84    %plato 1
85    dM(1)=L0-L(1)+V(2)-V(1);
86    dxa(1)=(L0*ya(1)-L(1)*xa(1)+V(2)*ya(2)-V(1)*ya(1)-xa(1)*dM
87      (1))/M(1);
88    dxb(1)=(L0*yb(1)-L(1)*xb(1)+V(2)*yb(2)-V(1)*yb(1)-xb(1)*dM
89      (1))/M(1);
90    dL(1)=(L0-L(1)+V(2)-V(1))/HTC;
91
92    %alimentación 1
93    i=platoali1;
94    dM(i)=L(i-1)-L(i)+V(i+1)-V(i)+F1;
95    dxa(i)=(L(i-1)*xa(i-1)-L(i)*xa(i)+V(i+1)*ya(i+1)-V(i)*ya(i)
96      +F1*XF1(1)-xa(i)*dM(i))/M(i);
97    dxb(i)=(L(i-1)*xb(i-1)-L(i)*xb(i)+V(i+1)*yb(i+1)-V(i)*yb(i)
98      +F1*XF1(2)-xb(i)*dM(i))/M(i);
99    dL(i)=(L(i-1)-L(i)+V(i+1)-V(i)+F1)/HTC;
100   end
101
102
103  if platoali1>=3
104    %plato 1
105    dM(1)=L0-L(1)+V(2)-V(1);
106    dxa(1)=(L0*ya(1)-L(1)*xa(1)+V(2)*ya(2)-V(1)*ya(1)-xa(1)*dM
107      (1))/M(1);
108    dxb(1)=(L0*yb(1)-L(1)*xb(1)+V(2)*yb(2)-V(1)*yb(1)-xb(1)*dM
109      (1))/M(1);
110    dL(1)=(L0-L(1)+V(2)-V(1))/HTC;
111  end
112

```

```

113  %alimentación 1
114  i=platoali1;
115  dM(i)=L(i-1)-L(i)+V(i+1)-V(i)+F1;
116  dxa(i)=(L(i-1)*xa(i-1)-L(i)*xa(i)+V(i+1)*ya(i+1)-V(i)*ya(i)
117    +F1*XF1(1)-xa(i)*dM(i))/M(i);
118  dxb(i)=(L(i-1)*xb(i-1)-L(i)*xb(i)+V(i+1)*yb(i+1)-V(i)*yb(i)
119    +F1*XF1(2)-xb(i)*dM(i))/M(i);
120  dL(i)=(L(i-1)-L(i)+V(i+1)-V(i)+F1)/HTC;
121  end
122
123
124  %sección 2
125  for i=platoali1+1:platoali2-1
126  dM(i)=L(i-1)-L(i)+V(i+1)-V(i);
127  dxa(i)=(L(i-1)*xa(i-1)-L(i)*xa(i)+V(i+1)*ya(i+1)-V(i)*ya(i)
128    -xa(i)*dM(i))/M(i);
129  dxb(i)=(L(i-1)*xb(i-1)-L(i)*xb(i)+V(i+1)*yb(i+1)-V(i)*yb(i)
130    -xb(i)*dM(i))/M(i);
131  dL(i)=(L(i-1)-L(i)+V(i+1)-V(i))/HTC;
132  end
133
134
135  %alimentación 2
136  i=platoali2;
137  dM(i)=L(i-1)-L(i)+V(i+1)-V(i)+F2;
138  dxa(i)=(L(i-1)*xa(i-1)-L(i)*xa(i)+V(i+1)*ya(i+1)-V(i)*ya(i)
139  +F2*XF2(1)-xa(i)*dM(i))/M(i);
140  dxb(i)=(L(i-1)*xb(i-1)-L(i)*xb(i)+V(i+1)*yb(i+1)-V(i)*yb(i)
141  +F2*XF2(2)-xb(i)*dM(i))/M(i);
142  dL(i)=(L(i-1)-L(i)+V(i+1)-V(i)+F2)/HTC;
143
144
145
146
147  %último plato (etapa N-1)
148  i=platos-1;

```

```

149 dM(i)=L(i-1)-L(i)+V(i+1)-V(i);
150 dxa(i)=(L(i-1)*xa(i-1)-L(i)*xa(i)+V(i+1)*ya(i+1)-V(i)*ya(i)
151 -xa(i)*dM(i))/M(i);
152 dxb(i)=(L(i-1)*xb(i-1)-L(i)*xb(i)+V(i+1)*yb(i+1)-V(i)*yb(i)
153 -xb(i)*dM(i))/M(i);
154 dL(i)=(L(i-1)-L(i)+V(i+1)-V(i))/HTC;
155
156 %reboiler
157 i=platos;
158 dM(i)=L(i-1)-W-V(i);
159 dxa(i)=(L(i-1)*xa(i-1)-W*xa(i)-V(i)*ya(i)-xa(i)*dM(i))/M(i)
160 ;
161 dxb(i)=(L(i-1)*xb(i-1)-W*xb(i)-V(i)*yb(i)-xb(i)*dM(i))/M(i)
162 ;
163 dL(i)=(L(i-1)-L(i)-V(i))/HTC;
164
165
166 dz=[dM; dxa; dxb; dL; dL0];

```

A.3. Equilibrio líquido-vapor

```

1 function [yav,ybv,Tv,h,H]=ELV_ETWG(xav, xbv)
2
3 C=[73.304 -7122.3 -7.1424 2.8853e-6 2; %etanol
4 73.649 -7258.2 -7.3037 4.1653e-6 2]; %agua
5 P=101325; %Pa
6
7 f=@(T) C(:,1)+C(:,2)./T+C(:,3).*log(T)+C(:,4).*T.^C(:,5)-
8 log(P);
9 fp=@(T) -C(:,2)./T.^2+C(:,3)./T+C(:,4).*C(:,5).*T.^C(:,5)-
10 -1;
11 TLIM=[363.15; 363.15]; %K
12
13 for i=1:10
14 TLIM=TLIM-f(TLIM)./fp(TLIM);
15 end
16 T1=TLIM(1); T2=TLIM(2); T0=TLIM(1); %K

```

```

15
16
17 % Datos del glicerol
18 R=8.314472;
19 fg=@(T) -23263/388.7+82273*(1/388.7-1/T)-83*(388.7/T-1+log(
20 T/388.7))-R*log(P/10^5);
21 fpg=@(T) 82273*(1/T^2)-83*(-388.7/T^2+1/T);
22 T3=500;
23 for i=1:12
24 T3=T3-fg(T3)./fpg(T3);
25 end
26
27 PA=@(T) exp(C(1,1)+C(1,2)./T+C(1,3).*log(T)+C(1,4).*T.^C
28 (1,5));
29 PB=@(T) exp(C(2,1)+C(2,2)./T+C(2,3).*log(T)+C(2,4).*T.^C
30 (2,5));
31 PC=@(T) exp( (-23263/388.7+82273*(1/388.7-1/T)-83*(388.7/
32 T-1+log(T/388.7)) +R*log(10^5) )/R );
33
34 % Metodo de quasi-newton
35
36 [M,N]=size(xav);
37 yav=zeros(M,N); ybv=zeros(M,N);
38 Tv=zeros(M,N);
39
40 for j=1:M
41 for i=1:N
42
43 xa=xav(j,i);
44 xb=xbv(j,i);
45
46 error=1;
47 T=T3+xa*(T1-T3);
48
49 while error>1e-10
50
51 Ta=T;
52 dT=1e-4;
53
54 coef=NRTL(T,xa,xb);
55 coefadel=NRTL(T+dT,xa,xb);
56 coefatras=NRTL(T-dT,xa,xb);

```

```

55 f=xa.*PA(T)*coef(1)+xb.*PB(T)*coef(2)+(1-xa-xb).*PC(T)*coef
56   (3)-P;
56 fadel=xa.*PA(T+dT)*coefadel(1)+xb.*PB(T+dT)*coefadel(2)+(1-
57   xa-xb).*PC(T+dT)*coefadel(3)-P;
57 fatras=xa.*PA(T-dT)*coefatras(1)+xb.*PB(T-dT)*coefatras(2)
58   +(1-xa-xb).*PC(T-dT)*coefatras(3)-P;
58
59 fp=(fadel-fatras)/(2*dT);
60
61 T=T-f./fp;
62
63 error=(abs(Ta-T));
64 end
65 Tv(j,i)=T-273.15;
66 yav(j,i)=(xa.*PA(T)*coef(1))/P;
67 ybv(j,i)=(xb.*PB(T)*coef(2))/P;
68 end
69 end
70
71
72
73 %% Energia
74
75 CPA=@(T) (1.0264*10^5-1.3963*10^2*T-3.0341*10^-2*T
76   .^2+2.0386*10^-3*T.^3)/1000;
76 CPB=@(T) (2.7637*10^5-2.0901*10^3*T+8.1250*10^-0*T
77   .^2-1.4116*10^-2*T.^3+9.3701*10^-6*T.^4)/1000;
77 CPC=@(T) (266530.5-1632.813*T+8.289071*T.^2-0.01277813*T
78   .^3+5.40217e-06*T.^4)/1000; %recuperado de NIST/ASPEN
78
79 ICPA=@(T1,T2) (1.0264*10^5*(T2-T1)-(1.3963*10^2)/2*(T2^2-T1
80   ^2)-(3.0341*10^-2)/3*(T2^3-T1^3)+(2.0386*10^-3)/4*(T2^4-
81   T1^4))/1000;
80 ICPB=@(T1,T2) (2.7637*10^5*(T2-T1)-(2.0901*10^3)/2*(T2^2-T1
81   ^2)+(8.1250*10^-0)/3*(T2^3-T1^3)-(1.4116*10^-2)/4*(T2^4-
82   T1^4)+(9.3701*10^-6)/5*(T2^5-T1^5))/1000;
82 ICPC=@(T1,T2) (266530.5*(T2-T1)-1632.813/2*(T2^2-T1^2)
83   +8.289071/3*(T2^3-T1^3)-0.01277813/4*(T2^4-T1^4)+5.40217
83   e-06/5*(T2^5-T1^5))/1000; %recuperado de NIST/ASPEN
83
84 CPYA=@(T) (0.4920*10^5+1.4577*10^5*((1.6628*10^3./T)./(sinh
84   (1.6628*10^3./T))).^2+0.9390*10^5*((744.7./T)./(cosh
84   (744.7./T))).^2)/1000;

```

```

84 CPYB=@(T) (0.3336*10^5+0.2679*10^5*((2.6105*10^3./T)./(sinh
85   (2.6105*10^3./T))).^2+0.0890*10^5*((1169./T)./(cosh
86   (1169./T))).^2)/1000;
87 CPYC=@(T) (24337+395.28*T-0.21461*T.^2+3.436E-05*T
88   .^3-1.186913e-17*T.^4)/1000; %recuperado de NIST/ASPEN
89 ICPYA= @(T1,T2) (0.4920*10^5*(T2-T1)
90   +1.4577*10^5*1.6628*10^3*(coth(1.6628*10^3/T2) -coth
91   (1.6628*10^3/T1)) -0.9390*10^5*744.7*(tanh(744.7/T2) -
92   tanh(744.7/T1) )) /1000;
93 ICPYB= @(T1,T2) (0.3336*10^5*(T2-T1)
94   +0.2679*10^5*2.6105*10^3*(coth(2.6105*10^3/T2) -coth
95   (2.6105*10^3/T1)) -0.0890*10^5*1169*(tanh(1169/T2) -tanh
96   (1169/T1) )) /1000;
97 ICPYC=@(T1,T2) (24337*(T2-T1)+395.28/2*(T2^2-T1^2)
98   -0.21461/3*(T2^3-T1^3)+3.436E-05/4*(T2^4-T1^4)-1.186913e
99   -17/5*(T2^5-T1^5))/1000; %recuperado de NIST/ASPEN
100 LAMBDAA=39180; LAMBDAB=40660; LAMBDAc=66500; %TOMADO DEL
101   NIST
102
103 h=zeros(M,N); H=zeros(M,N);
104
105 for j=1:M
106   for i=1:N
107
108     TV=Tv(j,i)+273.15;
109
110     h(j,i)=xav(j,i)*(ICPA(T0,TV)) + xbv(j,i)*(ICPB(T0,TV)) +
111       (1-xav(j,i)-xbv(j,i))*(ICPC(T0,TV));
112     HVA=ICPA(T0,T1)+LAMBDAA-ICPYA(T0,T1);
113     HVB=ICPB(T0,T2)+LAMBDAB-ICPYB(T0,T2);
114     HVC=ICPC(T0,T3)+LAMBDAc-ICPYC(T0,T3);
115     H(j,i)=yav(j,i).*(HVA+ICPYA(T0,TV))+ ybv(j,i).*(HVB+ICPYB(
116       T0,TV))+(1-yav(j,i)-ybv(j,i)).*(HVC+ICPYC(T0,TV));
117
118   end
119
120
121 %% Calculo de los coeficientes de actividad
122
123 function coef=NRTL(T,xa,xb)

```

```

114 x=[xa xb 1-xa-xb];
115
116 coef=zeros(1,3);
117
118 a=[0 -0.8009 0; 3.4578 0 -1.2515; 0 -0.7318 0];
119 b=[0 246.18 442.713; -586.081 0 272.608; 36.139 170.917 0];
120 alfa=[0 0.3 0.3; 0.3 0 0.3; 0.3 0.3 0];
121
122 tao=a+b/T;
123 G=exp(-alfa.*tao);
124
125
126 for i=1:3
127 sum1=0;
128 sum2=0;
129 parte2=0;
130
131 for j=1:3
132 sum1=sum1+tao(j,i)*G(j,i)*x(j);
133 sum2=sum2+G(j,i)*x(j);
134 end
135
136
137 for k=1:3
138
139 sum3=0; sum4=0;
140 for j=1:3
141 sum3=sum3+G(j,k)*x(j);
142 sum4=sum4+tao(j,k)*G(j,k)*x(j);
143 end
144
145 parte2=parte2+((G(i,k)*x(k))/sum3)*(tao(i,k)-sum4/sum3);
146 end
147 coef(i)=exp(sum1/sum2+parte2);
148 end

```

A.4. Cálculo de q

```

1 function q=funcionq(XF,TALIM)
2
3 %CP en J/mol K

```

```

4 CPA=@(T) (1.0264*10^5-1.3963*10^2*T-3.0341*10^-2*T
5 .^2+2.0386*10^-3*T.^3)/1000;
6 CPB=@(T) (2.7637*10^5-2.0901*10^3*T+8.1250*10^-0*T
7 .^2-1.4116*10^-2*T.^3+9.3701*10^-6*T.^4)/1000;
8 CPC=@(T) (266530.5-1632.813*T+8.289071*T.^2-0.01277813*T
9 .^3+5.40217e-06*T.^4)/1000; %recuperado de NIST/ASPEN
10
11 CPYA=@(T) (0.4920*10^5+1.4577*10^5*((1.6628*10^3./T)./(sinh
12 (1.6628*10^3./T))).^2+0.9390*10^5*((744.7./T)./(cosh
13 (744.7./T))).^2)/1000;
14 CPYB=@(T) (0.3336*10^5+0.2679*10^5*((2.6105*10^3./T)./(sinh
15 (2.6105*10^3./T))).^2+0.0890*10^5*((1169./T)./(cosh
16 (1169./T))).^2)/1000;
17 CPYC=@(T) (24337+395.28*T-0.21461*T.^2+3.436E-05*T
18 .^3-1.186913e-17*T.^4)/1000; %recuperado de NIST/ASPEN
19
20 LAMBDAA=39180; LAMBDAB=40660; LAMBDAc=66500;
21 [~,~,TSAT]=ELV_ETWG(XF(1),XF(2));
22
23 cpmix=@(T) XF(1)*CPA(T)+XF(2)*CPB(T)+(1-XF(1)-XF(2))*CPC(T)
24 ;
25 deltaT=linspace(TALIM+273.15,TSAT+273.15,100);
26 deltah=trapz(deltaT,cmix(deltaT));
27
28 %CP en J/mol K
29
30 [~,~,TSATA]=ELV_ETWG(1,0); [~,~,TSATB]=ELV_ETWG(0,1); [~,~,TSATC]=ELV_ETWG(0,0);
31
32 deltaTA=linspace(TSAT+273.15,TSATA+273.15,100);
33 deltaTB=linspace(TSAT+273.15,TSATB+273.15,100);
34 deltaTC=linspace(TSAT+273.15,TSATC+273.15,100);
35
36 HVA=trapz(deltaTA,CPA(deltaTA))+LAMBDAA-trapz(deltaTA,CPYA(
37 deltaTA));
38 HVB=trapz(deltaTB,CPB(deltaTB))+LAMBDAB-trapz(deltaTB,CPYB(
39 deltaTB));
40 HVC=trapz(deltaTC,CPC(deltaTC))+LAMBDAc-trapz(deltaTC,CPYC(
41 deltaTC));
42
43 lambdamix=XF(1)*HVA+XF(2)*HVB+(1-XF(1)-XF(2))*HVC;
44
45 q=(lambdamix+deltah)/lambdamix;

```

Apéndice B

Simulación en Aspen Plus del proceso completo

La [Figura B.1](#) muestra el diagrama de flujo del proceso simulado en Aspen Plus. El sistema está conformado por dos columnas RadFrac, que representan la columna extractiva y recuperativa respectivamente; un intercambiador de calor, encargado de enfriar los fondos de la segunda columna hasta la misma temperatura del solvente fresco; y un mezclador, que une a ambas corrientes.

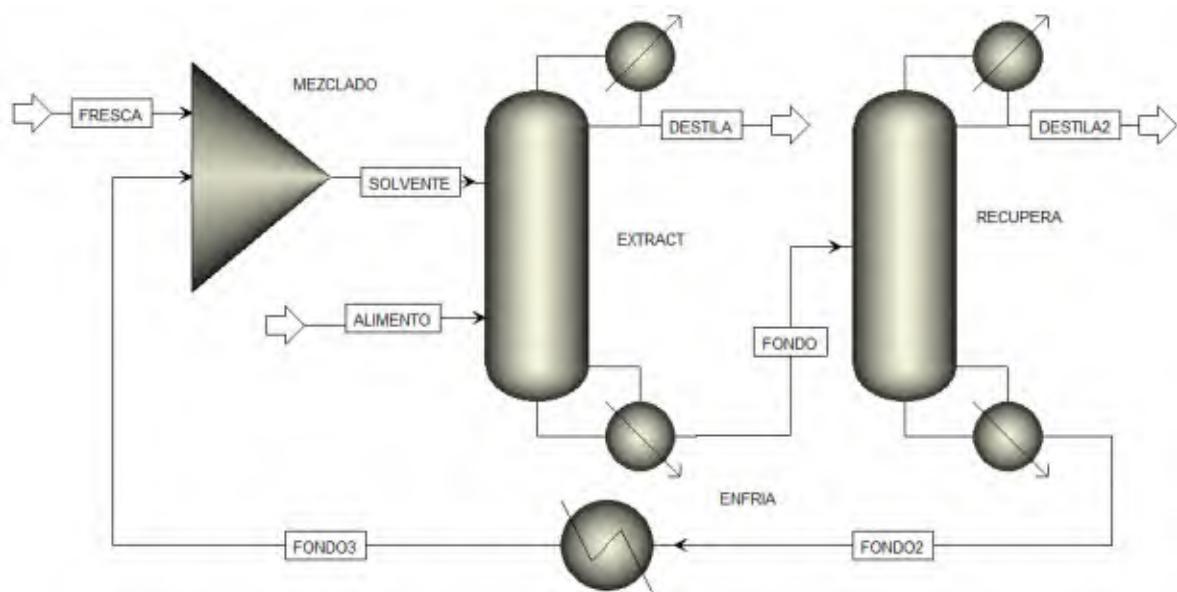


Figura B.1. Diagrama de flujo del proceso completo en Aspen Plus.

Se ajusta la convergencia global de los balances de materia y energía para alcanzar una solución aproximada ([Figura B.2](#)). De no hacerlo, el simulador no puede obtener un resultado.

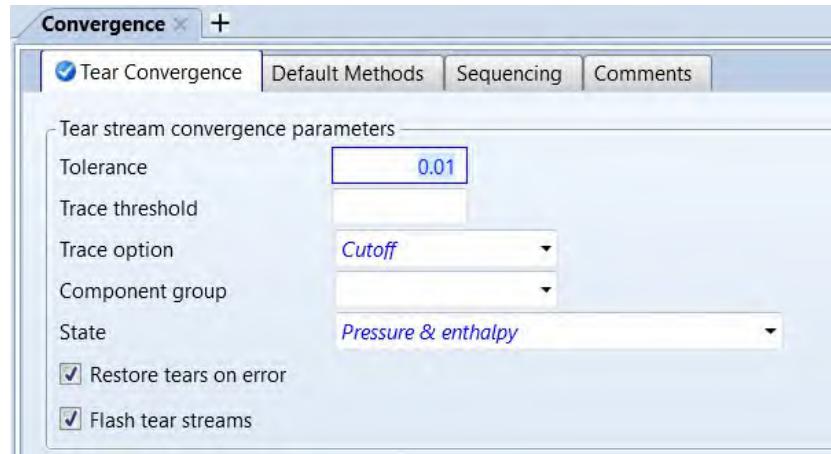


Figura B.2. Convergencia de la simulación en Aspen Plus.

De igual forma, se indica que la convergencia del ELV en ambas columnas es azeotrópica, (Figura B.3). Además, Aspen Plus considera al condensador como una etapa más de la columna, por lo que se emplean 24 y 8 etapas en cada una.

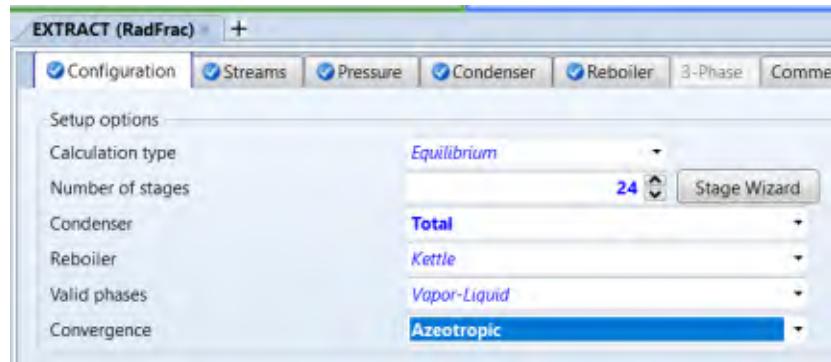


Figura B.3. Convergencia de las columnas RadFrac

En la pestaña Results Summary se muestran las fracciones molares obtenidas en cada corriente, así como los flujos molares y demás variables de importancia para el proceso (Figura B.4).

Results Summary - Streams (All) ▾		EXTRACT (RadFrac) - Results		FRESCA (MATERIAL) ▾		Results Summary - Run Status		Main Flowsheet		Convergence		Control Panel		RECUPERA (RadFrac) ▾	
Material	Heat	Load	Work	Power	Vol % Curves	WL % Curves	Petroleum	Polymer	Solids						
					Units										
Enthalpy Flow					cal/sec										
Average MW															
- Mole Flows					mol/min										
ETHANOL	250		221.818		28.2322		123.012	94.7798	94.7798	0.05	94.8298				
WATER		220				1.95448e-05	1.95449e-05	2.7503e-12	2.7503e-12	0	2.75041e-12				
GLYCEROL			30			1.8178	28.1822	28.8338	0.651552	0	0.651553				
						0	5.05672e-05	0.0499942	94.1782	0.05	94.1782				
- Mole Fractions															
ETHANOL			0.88			0.991805	6.92287e-08	1.58885e-08	2.90178e-14	2.90178e-14	0	2.900356e-14			
WATER			0.12			0.008195	0.998229	0.234398	0.00687438	0.00687438	0	0.006874077			
GLYCEROL			0			2.28418e-08	0.00177082	0.765602	0.993126	0.993126	1	0.993129			
♦ Mass Flows					kg/hr		640.539	610.076	30.7339	551.566	520.827	520.827	0.276284	521.103	
♦ Mass Fractions															
Volume Flow					l/min										
						143721	13.8519	0.556658	8.31898	6.99528	0.0037105	6.99899			

Figura B.4. Resultados obtenidos por el simulador.

“Lis de Veracruz: Arte, Ciencia, Luz”

www.uv.mx

