

## 7. Implementación y simulación

Para simular el proceso de destilación discontinua mediante el uso de los modelos expuestos en capítulo 5 es preciso realizar un algoritmo de cálculo de las ecuaciones gobernantes del proceso y su implementación mediante un lenguaje de programación. Ninguno de los modelos descritos y naturalmente tampoco el modelo propiamente desarrollado en esta tesis, existe en ningún tipo de simulador comercial en la actualidad. Para agilizar la tarea de programación existen entornos que permiten reducir el esfuerzo de programación a la introducción del sistema de ecuaciones. Un entorno de propósito general muy usado es Matlab, cuyo enfoque con sus paquetes adicionales (los llamados 'Toolbox') va esencialmente dirigido a problemas de control de procesos. Existen otros entornos, orientados problemas de ingeniería química que ofrecen rutinas de cálculo de propiedades. Estos son por ejemplo DIVA, ABACUSS, gPROMS y Speedup, siendo los tres últimos bastante parecidos en su concepto. Para el trabajo presente se ha usado Speedup. Un resumen de la sintaxis de programación de Speedup se encuentra en el capítulo 9 (Anexo).

### 7.1. El entorno Speedup

Speedup es un entorno de programación para resolver ecuaciones diferenciales algebraicas (DAE's) y sirve para describir procesos continuos tal como procesos discontinuos. Speedup fue desarrollado inicialmente en una empresa privada y adquirido por el Imperial College de Londres y más recientemente comercializado por la empresa Aspen Technologies.

Se puede describir Speedup como un simulador dinámico de las ecuaciones que representan el sistema, especialmente apto para la resolución de problemas de ingeniería química. Existen varios ficheros de entrada, de los cuales el más importante es el, que contiene las ecuaciones que describen el proceso en cuestión. Este fichero está estructurado con especial hincapié en la distinción entre las propiedades físicas y químicas como restricciones del proceso y las propiedades que se obtienen a partir del

cálculo. Esta estructura se consigue, manteniendo las ecuaciones del modelo y sus condiciones por separado, logrando así una gran facilidad de cambio en dichas condiciones.

Además Speedup ofrece la posibilidad de construir el sistema entero de ecuaciones usando sub-modelos. Esto es una clara ventaja y ayuda a prevenir errores en modelos grandes y complejos y aclara en gran manera las dependencias entre las diferentes partes del proceso. La estructura en sub-modelos evita también repeticiones, ya que se puede emplear un sub-modelo varias veces. El lenguaje de Speedup no es interpretado, sino convertido a Fortran para ser compilado después. El hecho de generar un ejecutable en código máquina (por la compilación) acorta mucho el tiempo de ejecución en comparación con una interpretación. El siguiente esquema (Figura 48) muestra la estructura general de Speedup.

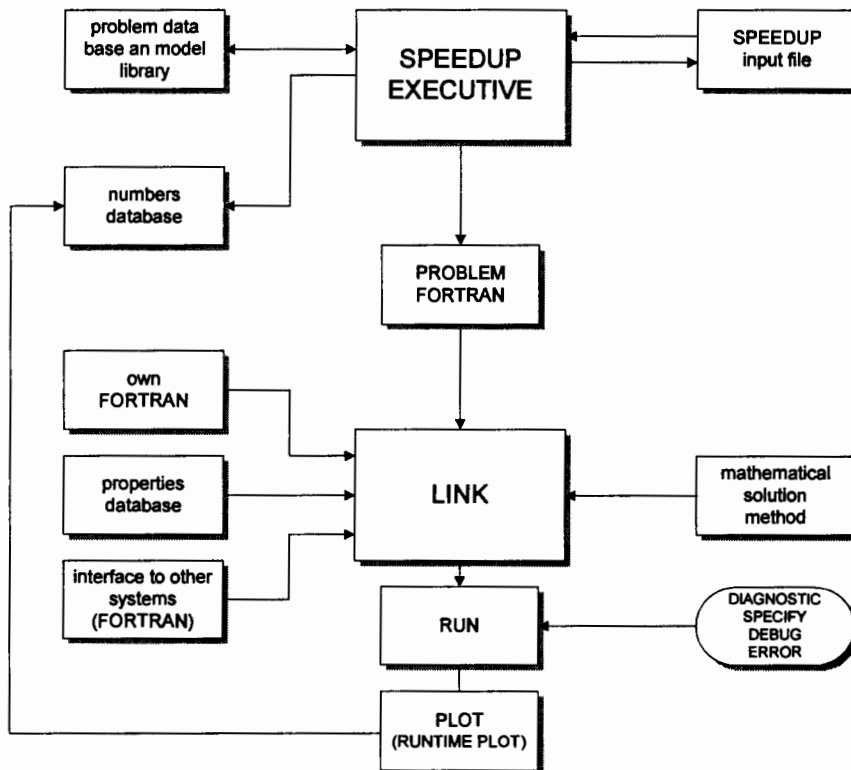


Figura 48: Estructura general de Speedup

Desafortunadamente Speedup no soporta operaciones matriciales, lo que obliga efectuar las multiplicaciones matriciales a la mano para introducir luego una matriz de ecuaciones como un conjunto de varias ecuaciones. Es posible usar vectores y Speedup

soporta algunas operaciones vectoriales. De hecho se trata de una limitación importante, ya que especialmente los problemas de transferencia de materia exigen muchas operaciones matriciales. Por otra parte al efectuar las operaciones matriciales manualmente se percibe una mejor visión sobre la complejidad del sistema de ecuaciones. Esta complejidad es la que puede provocar una fuerte no-linealidad del sistema y en consecuencia problemas de convergencia.

### 7.1.1. Solución del sistema de ecuaciones

El estado estacionario del sistema se resuelve dividiendo el bloque completo en subbloques independientes, que se resuelven usando el método de Newton o un método híbrido, que es una combinación del método de Newton y del método del descenso mayor (En el caso de la columna de destilación discontinua el estado estacionario es el estado que se propaga en reflujo total). Para integrar el sistema de ecuaciones durante el proceso dinámico Speedup ofrece el algoritmo de Euler, una integración Runge-Kutta de cuarto orden o dos métodos, que se basan en el algoritmo de Newton-Raphson. Para estos últimos, las ecuaciones en el fichero de entrada se discretizan con respecto al tiempo y se procesan a una formulación residual. Después este sistema de ecuaciones no-lineales se resuelve minimizando los residuos. Esto significa, que se resuelve la función:

$$f\{x\}=0 \quad (323)$$

en la cual  $f$  representa el conjunto de ecuaciones no-lineales y  $x$  el vector de todas las variables desconocidas. El proceso de resolución de esta ecuación es un proceso iterativo en el cual se calcula cada nuevo vector  $x^{m+1}$  del vector anterior  $x^m$  de la siguiente manera (Jeltsch, 1985):

$$(x^{m+1}) = (x^m) - [J(x^m)]f\{x^m\} \quad (324)$$

$[J(x^m)]$  representa la matriz Jacobiana del sistema de ecuaciones evaluada con el vector  $(x) = (x^m)$ . De esta forma la ecuación (324) representa una linearización del sistema original (ecuación (324)) que se soluciona iterativamente. El método Newton-Raphson

alcanza como mínimo una convergencia cuadrática, si los valores iniciales son estimaciones lo suficientemente buenas para permitir la convergencia del sistema. El método de integración de Newton-Raphson cambia automáticamente el paso de integración cuando el error de integración supera el límite definido (generalmente  $1e-5$ ).

### 7.1.2. Estructura de secciones en Speedup

Las ecuaciones que forman el sistema de ecuaciones que describen el proceso se colocan en un fichero de entrada. La estructuración de tal archivo se efectúa escribiendo cada sección usando en su comienzo una palabra clave. Las tres secciones más importantes son:

- Sección de declaración de variables y de caudales
- Sección de definición de los modelos
- Sección de inicialización

La sección de declaración contiene todos los tipos / rangos de las variables usadas. En comparación con los típicos lenguajes de programación aquí no se declara el tipo de variable (Boolean, Integer, Real, ...), sino su rango de valores. Por defecto todas las variables se consideran ser del tipo "Double" (o sea reales y de doble precisión) y solamente interesa el rango en el cual se mueven. Elegir bien este rango es fundamental para la convergencia de la integración, cosa que se explica con mayor detalle en el apartado 7.3.1.

La sección de definición de los modelos contiene la información que aporta el programador, ya que se trata de la sección en la cual se definen las ecuaciones. Cada modelo describe una parte discreta del sistema en cuestión. En el caso de la columna de destilación discontinua existen cinco modelos diferentes, que modelizan el calderín, un plato, el tanque de destilado, la válvula de reflujo y el condensador. Estos distintos modelos se interconectan para formar el modelo total de la planta.

La sección de inicialización del fichero de entrada contiene las restricciones para la inicialización del proceso. Para la columna de destilación discontinua son la carga del calderín (cantidad y concentración), la relación de reflujo, la presión en el condensador y la potencia de enfriamiento del mismo (lo que determina el estado del líquido de reflujo y destilado). Además se define el valor de todas las derivadas en el momento inicial, que siempre son igual a cero cuando se parte de un estado estacionario. La Figura 49 enseña diferentes secciones en Speedup.

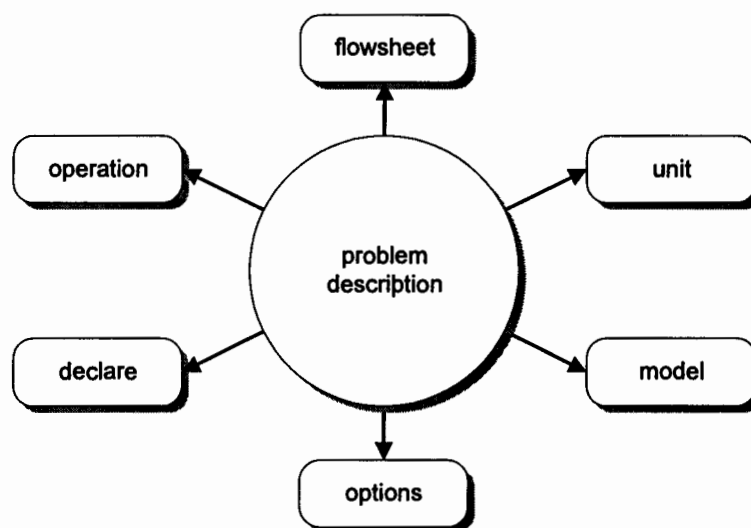


Figura 49: Secciones en Speedup

## 7.2. División de ecuaciones en sub-modelos

Como ya se ha mencionado es importante sacar provecho de la posibilidad de dividir el conjunto completo de ecuaciones en bloques usando sub-modelos. Los sub-modelos se orientan a las funciones y partes reales del sistema en cuestión, así que existen sub-modelos para el plato, el calderín, el condensador, el tanque de destilado y también para la válvula de reflujo. El uso de sub-modelos genera más flexibilidad y reduce la complejidad.

### 7.2.1. Estructura de los modelos

Un modelo en Speedup consiste básicamente de:

- Declaración de variables
- Conexiones con los demás modelos
- Ecuaciones
- Llamadas a procedimientos

Las conexiones con los demás modelos se formulan en forma de caudales, que tienen distintas propiedades como por ejemplo temperatura, presión, concentración y entalpía. Todas las propiedades de los caudales que salen de un modelo son variables desconocidas, siendo conocidas todas las de entrada. Cada modelo debe ser cerrado en sí mismo, o sea contener tantas ecuaciones como variables desconocidas.

Las llamadas a los procedimientos o rutinas incorporadas en el entorno de Speedup reemplazan a una ecuación, ya que se calcula una determinada propiedad con algunas variables conocidas. Estas propiedades son típicamente la entalpía o la presión de vapor etc.

### 7.3. Inicialización del sistema de ecuaciones diferenciales

La herramienta de simulación Speedup expande primero las ecuaciones definidas en diferentes sub-modelos a una sola matriz de ecuaciones. Este sistema se inicializa para  $t=0$  y después las ecuaciones se integran numéricamente hasta alcanzar un determinado criterio de finalización. Este criterio puede ser el nivel del calderín o la concentración del destilado. La mayoría de las rutinas de resolución de DAE's se basa en el código multipaso BDF ("backward differentiation formulas").

Las dos rutinas llamadas DAE y SUPERDAE que implementa Speedup son del tipo BDF. La integración mediante una de estas rutinas no parte de valores de defecto, lo que

quiere decir, que es necesario suministrar valores iniciales como punto de arranque del integrador.

### 7.3.1. Estimaciones iniciales de las variables

Existen distintos métodos para encontrar valores iniciales para una simulación, de los cuales el más típico es el del uso de un modelo simplificado. Como era necesario comparar el nuevo modelo desarrollado con modelos anteriores existentes, estos modelos anteriores también fueron programados para servir así no solo de referencia, sino también para generar dichos valores iniciales. En concreto, para inicializar cualquier simulación, utilizando el modelo de transferencia de materia se partió de los valores anteriormente calculados con el modelo de plato de equilibrio.

En el entorno de Speedup existen unas funciones previstas para la grabación de valores con el objeto de su uso posterior en una simulación diferente. Estas funciones son las llamadas 'SAVE' y 'USE'. La estrategia general utilizada para inicializar y llevar a cabo una simulación aparece en la Figura 50.

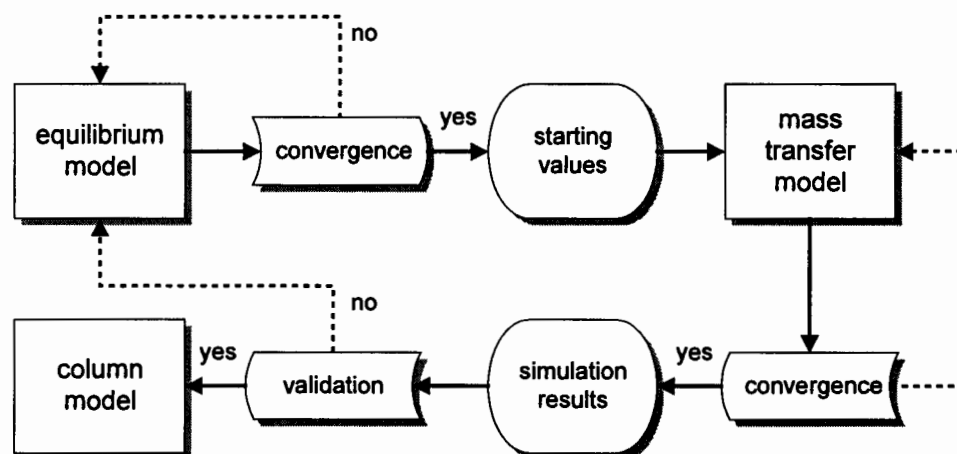


Figura 50: Estrategia de simulación

#### *Escalado de las variables:*

Un aspecto que no se debe olvidar, dada su importancia para la convergencia del proceso de simulación, es el escalado de las unidades de las variables. La unidad de

cualquier variable siempre debe ser elegida de tal manera, que su valor numérico esté dentro de una banda estrecha (por ejemplo entre -1000 y 1000). Esto es necesario, para que cada variable tenga la misma influencia absoluta en el cálculo del error numérico, ya sea el error residual entre ambos lados de una ecuación o la diferencia entre un paso de integración y el siguiente.

En el caso de la simulación de la planta piloto de dimensiones reducidas, esto puede conducir a dimensiones no estándar (volúmenes en  $\text{dm}^3$ , flujos en  $\text{mol/h}$ ), que tienen que ser reconvertidas cuidadosamente en las ecuaciones mediante los factores de conversión correspondientes.

### 7.3.2. Problemas de alto índice, DAE

El llamado índice de un sistema de ecuaciones algebraicas (DAE), equivale a la cantidad de veces que es necesario derivar respecto al tiempo el sistema original para convertirlo en un sistema de ecuaciones ordinarias (ODE). Como consecuencia, aquellas variables que únicamente aparecen en ecuaciones diferenciales contribuyen elevando el índice del sistema. El siguiente ejemplo de un sistema de ecuaciones diferenciales lineales aclara lo que significa un DAE con índice más alto que uno.

$$\frac{dx_1}{dt} = x_1 + x_2 + y \quad (325)$$

$$\frac{dx_2}{dt} = x_1 - x_2 - y \quad (326)$$

$$0 = x_1 + 2x_2 - y \quad (327)$$

Se puede reducir este sistema a un sistema de ecuaciones diferenciales ordinarias (ODE) diferenciando la ecuación (327) para obtener el sistema modificado siguiente:

$$\frac{dx_1}{dt} = x_1 + x_2 + y \quad (328)$$



$$\frac{dx_2}{dt} = x_1 - x_2 - y \quad (329)$$

$$\frac{dy}{dt} = \frac{dx_1}{dt} + 2\frac{dx_2}{dt} = 3x_1 - x_2 - y \quad (330)$$

Este último sistema de ecuaciones se puede inicializar dando valores arbitrarios a las tres variables, ya que existen tantas variables como derivadas en el tiempo. Puesto que se ha requerido una sola diferenciación para convertir el sistema original en el actual ODE, el índice es igual a uno. Un sistema con índice igual a dos es el siguiente:

$$\frac{dx_1}{dt} = x_1 + x_2 + y \quad (331)$$

$$\frac{dx_2}{dt} = x_1 - x_2 - y \quad (332)$$

$$0 = x_1 + 2x_2 \quad (333)$$

Para convertir este sistema en un sistema de ecuaciones diferenciales ordinarias con la cantidad mínima de diferenciaciones, es preciso diferenciar la ecuación (333), dando como resultado:

$$0 = \frac{dx_1}{dt} + 2\frac{dx_2}{dt} \quad (334)$$

Teniendo en cuenta las ecuaciones (331) y (332) resulta:

$$0 = 3x_1 - x_2 - y \quad (335)$$

Una segunda diferenciación aplicada a la ecuación (335) da la expresión buscada para

$\frac{dy}{dt}$  y con ello el sistema de ecuaciones diferenciales ordinarias. En la ecuación (338) se han reemplazado las derivadas con las expresiones en las ecuaciones (331) y (332).

$$\frac{dx_1}{dt} = x_1 + x_2 + y \quad (336)$$

$$\frac{dx_2}{dt} = x_1 - x_2 - y \quad (337)$$

$$\frac{dy}{dt} = 3\frac{dx_1}{dt} - \frac{dx_2}{dt} = 2x_1 + 4x_2 + 4y \quad (338)$$

Al requerir dos diferenciaciones, el sistema de ecuaciones tiene un índice de dos. Lo que se requiere para evitar un índice elevado es que exista una ecuación diferencial para cada variable de estado (o sea para cada variable que se deriva) y que los valores iniciales del sistema sean tales que no den lugar a singularidades del sistema.

*Problema de índice en la columna de destilación:*

Para la simulación dinámica de una columna de destilación es necesario contemplar la cantidad de moles retenida (hold-up) en la columna. Esta cantidad es igual a la cantidad de líquido y de vapor en la columna. Considerando que el hold-up de vapor solamente aparece en la ecuación diferencial del balance de materia, es decir que no existe ninguna expresión algebraica que contiene el hold-up de vapor, se trata de un problema con índice superior a uno.

Según Kooijman el problema de índice se origina en el hecho de que el hold-up de vapor no es una función del caudal de vapor (Kooijman, 1995). Al contrario que en el caso del hold-up de líquido, no existen correlaciones entre velocidad de vapor y hold-up de vapor, que podrían proporcionar una expresión algebraica reduciendo así el índice del sistema. Por lo tanto en el planteamiento utilizado se ha despreciado un hold-up de vapor.

Speedup contiene un mecanismo que detecta el índice del sistema de ecuaciones y alerta cuando éste es superior a uno. Un índice superior a uno no indica necesariamente un error, pero puede indicar que existe un error de modelización. Un error típico es el de especificaciones redundantes, cuando por ejemplo una condición de suma ya existe implícitamente en un balance de materia.

### 7.3.3. Problemas de división por cero

El conocido problema de la división por cero o bien por valores muy cercanos a cero provoca, que los residuales de una ecuación lleguen a dispararse durante la integración, cuando un denominador de una ecuación tiende a cero. Para evitar esto, existen dos posibilidades diferentes.

La primera - y la más simple - es excluir el valor cero de la banda permitida en la que se mueve el valor de la variable en cuestión. Como la mayoría de las variables nunca pueden llegar a tener exactamente el valor cero puede resultar suficiente declarar como valor mínimo un valor pequeño (por ejemplo  $1 \cdot 10^{-5}$ ). Distinto es el caso para variables que pueden cambiar de signo y que tienen que incorporar por lo tanto el valor cero en la gama de valores. Tal es el caso del caudal molar de transferencia en la interfase, ya que por tratarse de una destilación discontinua, al principio hay una transferencia del componente ligero de líquido a vapor y después de agotarse el componente ligero una transferencia en dirección contraria.

Cuando no se puede excluir el valor cero de la banda de valores existe otra posibilidad consistente en el cambio de la estructura de la ecuación, de tal manera que no aparezca división por una variable que pueda tomar el valor cero y que deje de existir cualquier exponente negativo.

## 8. Conclusiones

Con el método actualmente más usado para el diseño de columnas de destilación, sean continuas o discontinuas, se calcula primero el número de platos teóricos. El número de platos realmente necesarios o la altura de empacamiento realmente necesaria, se calcula entonces usando la eficiencia de plato o el valor HETP. Como se supone que la eficiencia de plato o el valor HETP son constantes e independientes de los parámetros del proceso, pueden aparecer errores en el cálculo de los perfiles de concentración, aunque el número de platos teóricos haya sido determinado con gran exactitud.

Contrariamente a los métodos tradicionales, el método de cálculo para la destilación multicomponente refleja los fenómenos de transporte difusivo y convectivo, que son característicos para la destilación multicomponente. La base de este método es la ecuación de Maxwell-Stefan para la difusión en sistemas multicomponentes. Este método permite contemplar las interacciones mutuas entre componentes y el transporte de materia no-equimolar. Usando la ecuación de Maxwell-Stefan es posible desarrollar modelos de transferencia de materia basados en la teoría laminar o en otras teorías hidrodinámicas, como p. ej. la teoría de la penetración. Estas teorías son capaces de predecir el comportamiento de sistemas multicomponente, es decir, que solamente requieren parámetros experimentales de los sub-sistemas binarios o de los componentes puros pero no son necesarios datos característicos para la mezcla multicomponente.

Los parámetros experimentales son el coeficiente de transferencia de materia y la superficie de transferencia. En muchas ocasiones estos dos parámetros no son caracterizables por separado por la dificultad de determinar la superficie de transferencia aisladamente. El modelo desarrollado en el presente trabajo evita la determinación de parámetros experimentales de los sub-sistemas, porque se basa en observaciones sobre la hidráulica específica en platos perforados. Suponiendo la existencia de dos determinados contactos líquido vapor, que son canales de vapor y burbujas, es posible calcular la superficie de intercambio así como el coeficiente de transferencia de materia. Los dos tipos de contacto líquido-vapor forman, junto con una parte del vapor para la cual no se calcula la transferencia de materia, las tres clases de vapor usadas en el

modelo desarrollado. De esta manera el modelo no precisa de experimentos para determinar coeficientes para los sub-sistemas binarios, lo que hace este modelo idóneo para la destilación discontinua, ya que en el caso de la destilación discontinua se contempla un rango muy amplio de sustancias. La falta de correlaciones para el cálculo de coeficientes de transferencia de materia y de la superficie de transferencia se debe principalmente al elevado esfuerzo y coste correspondiente que requiere llevar a cabo dichos experimentos.

El modelo de tres clases de vapor desarrollado en este trabajo demuestra, una mejor predicción del perfil de concentración en comparación con los demás modelos usados en la actualidad. La incorporación de una tercera clase de vapor lleva a una mejora de predicción de los perfiles, especialmente bajo una carga alta de vapor. Esto es muy importante, ya que se pretende usar este tipo de columnas con la carga de vapor más alta posible para acortar la duración del lote. Para poder incorporar una tercera clase de vapor se generalizó la correlación de Sherwood para el intercambio de materia en canales de vapor según la formulación matemática de Vickery para la computación numérica (Vickery, 1984).

El modelo usado demuestra la existencia de zonas de difusión inversa y de puntos de barrera de difusión gracias al uso de la ecuación de Maxwell-Stefan para sistemas multicomponentes. Este efecto se explica analizando la matriz de coeficientes de difusión  $[D']$  y los correspondientes caudales molares de los componentes. Si bien el efecto observado para el ejemplo concreto analizado no es muy grande, puede llegar a ser muy importante para una mezcla multicomponente con mayor diferencia en la estructura molecular. También se ha podido demostrar, que los coeficientes de la matriz  $[D']$ , que se calculan con la definición de la difusión de Maxwell-Stefan, dependen mucho menos de la concentración que los coeficientes recalculados según la definición de Fick.

La eficiencia de plato, calculada con las correlaciones típicas, se supone constante para todos los componentes de una mezcla multicomponente. El "recálculo" de esta eficiencia a partir de los perfiles de concentración calculados con el modelo de

transferencia de materia, demuestra que dicha eficiencia varía sensiblemente con la concentración (es decir con el tiempo para la destilación discontinua). Además se observa que esta eficiencia "recalculada" es diferente para cada componente. Este comportamiento, demostrado utilizando el uso del modelo de transferencia de materia, evidencia la superación de un simple factor de corrección , como lo es la eficiencia de plato por una explicación más detallada de los fenómenos de transporte que implica el modelo presentado.

El modelo desarrollado en el presente trabajo demuestra todas las características e interacciones de la transferencia de materia en sistemas multicomponentes. Mediante experimentos se ha podido comprobar la aptitud del método para la simulación de procesos de destilación discontinua. El modelo se entiende como parte de una familia de modelos con diferentes grados de exactitud, que sirven para diferentes necesidades en el diseño, remodelación y control de plantas. El modelo que aquí se presenta es especialmente adecuado cuando existe poca información acerca del comportamiento de la mezcla, especialmente cuando se trata de sistemas multicomponentes, que es el caso más usual en los procesos discontinuos. De aquí su importancia en el entorno industrial.