

UNIVERSIDAD DE GUANAJUATO  
CAMPUS GUANAJUATO  
DIVISIÓN DE CIENCIAS NATURALES Y EXACTAS

---

“Propiedades de Control de Procesos de bajo Consumo de Energía  
para la Purificación de Etanol”

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERO QUÍMICO

Presenta:

César Ramírez Márquez

Guanajuato, Gto., 11 de Septiembre de 2013

## DECLARATORIA

Por medio de la presente me responsabilizo de la autenticidad y originalidad del presente trabajo titulado:

**“Propiedades de Control de Procesos de bajo Consumo de Energía para la Purificación de Etanol”**

---

Dr. Juan Gabriel Segovia Hernández  
Asesor y Director de Tesis

Guanajuato, Gto., 11 de Septiembre de 2013

Miembros del Jurado del Examen Profesional que para obtener el título de Ingeniero Químico presenta el C. César Ramírez Márquez, con el trabajo titulado:

**“Propiedades de Control de Procesos de bajo Consumo de Energía para la Purificación de Etanol”**

---

Dr. Salvador Hernández Castro  
Presidente

---

Dr. Zeferino Gamiño Arroyo  
Secretario

---

Dr. Fabricio Omar Barroso Muñoz  
Vocal

Guanajuato, Gto., 11 de Septiembre de 2013

# “Propiedades de Control de Procesos de bajo Consumo de Energía para la Purificación de Etanol”

Bajo la dirección de: Dr. Juan Gabriel Segovia Hernández

Presenta: César Ramírez Márquez

## RESUMEN

En este trabajo se presenta un análisis dinámico a lazo cerrado de siete secuencias de destilación extractiva térmicamente acopladas (Petlyuk, secuencias térmicamente acopladas) y las secuencias de destilación extractiva convencionales, utilizando glicerol y etilenglicol como agentes extractivos para purificar etanol. Se analizan las respuestas dinámicas para dos lazos de control retroalimentados (corriente de etanol y corriente de agua) cuando se realizan cambios en las perturbaciones en la composición de la alimentación (set point).

En el caso de las secuencias convencionales, la secuencia de dos columnas con glicerol como agente extractivo presentó las mejores respuestas en cuanto a tiempos de estabilización y desviaciones ante las perturbaciones. Para las secuencias térmicamente acopladas, la columna Petlyuk (DWC) con salida de agua en fase líquida mostró las mejores respuestas dinámicas.

Se concluye la secuencia convencional utilizando glicerol como disolvente (SDC) es la mejor opción; al comparar los resultados para las dos clases de secuencias, se observa que los sistemas convencionales presentaron mejores propiedades de control que las secuencias de destilación térmicamente acopladas, también se realizó el estudio del consumo neto de energía y emisiones de gases de invernadero de cada secuencia, esto para definir que propuesta resulta más atractiva para una posible implementación industrial.

## DEDICATORIA

---

Dedico el presente trabajo a mis padres Dolores Margarita Márquez Muñoz y Juan Manuel Ramírez Torres por su sacrificio y tenacidad en su búsqueda de mi superación personal y profesional.

En especial dedico con todo el amor a mi madre, quien cerró sus ojos antes de ver su sueño realizado, a ella esta tesis por todo su amor, apoyo y sacrificio que siempre brindo a todos y cada uno de sus hijos, huella imborrable en la memoria de todos los que la amamos.

# AGRADECIMIENTOS

---

A mis padres por ser los co-autores de todo este proceso y por hacerme realidad mí sueño.

A mi hermano Manolo, por estar siempre en los momentos importantes de mi vida, por ser ejemplo para salir adelante y por los consejos que han sido de gran ayuda para mi vida y crecimiento. Gracias por preocuparte por tu hermano menor, gracias por compartir tu vida, pero sobre todo gracias por tu apoyo incondicional.

A Valeria, quien lloró y rió en cada momento junto a mí y fue capaz de contenerme cuando todo iba mal. Gracias por amarme, por ser la amiga y compañera que me ha ayudado a crecer, gracias por la paciencia que has tenido.

Debo agradecer de manera especial y sincera al Dr. Juan Gabriel Segovia Hernández por aceptarme para realizar esta tesis bajo su dirección. Su apoyo y confianza en mi trabajo y su capacidad para guiarme ha sido un aporte invaluable; también agradezco el haberme facilitado siempre los medios suficientes para llevar a cabo todas las actividades propuestas durante el desarrollo de esta tesis.

# Nomenclatura

DWCL	Secuencia de pared divisoria donde se obtiene la mezcla reciclada de etanol-agua en fase de líquida.
DWCV	Secuencia de pared divisoria donde se obtiene la mezcla reciclada de etanol-agua en fase de vapor.
$F_l$	Corriente de flujo lateral de la columna.
G	Matriz de funciones de transferencia.
$g(s)$	Función de transferencia.
$G_a(S)$	Ganancia válvula.
$G_c(S)$	Ganancia controlador.
$G_d(S)$	Ganancia perturbación.
$G_p(S)$	Ganancia proceso.
$G_s(S)$	Ganancia sensor.
IAE	Integral absoluta del error.
ISE	Integral cuadrada del error.
ITAE	Integral absoluta del error ponderada con el tiempo.
ITSE	Integral cuadrada del error ponderada con el tiempo.
$K_c$	Ganancia proporcional.
$K_{ij}^*$	Ganancia de estado estacionario.
n/a	No aplica.
P	Controlador proporcional.
$p(t)$	Señal real a la salida de un controlador.
PI	Controlador proporcional integral.
PID	Controlador proporcional integral derivativo.
$p_s$	Constante cuando $\epsilon(t)$ es cero.
$Q_1$	Carga térmica correspondiente a la salida del componente, primera columna.
$Q_2$	Carga térmica correspondiente a la salida del componente, segunda columna.
$Q_3$	Carga térmica correspondiente a la salida del componente, tercera columna.
$R_1$	Razón de reflujo en el domo correspondiente a la salida del componente, primera columna.
$R_2$	Razón de reflujo en el domo correspondiente a la salida del componente, segunda columna.
$R_3$	Razón de reflujo en el domo correspondiente a la salida del componente, tercera columna.
SDC	Secuencia de dos columnas con disolvente glicerol.
SDCA	Secuencia de dos columnas con disolvente etilenglicol.
STCL	Secuencia tres columnas con disolvente etilenglicol, se obtiene una mezcla líquida.
STCV	Secuencia tres columnas con disolvente glicerol, se obtiene una mezcla vapor.
STCVA	Secuencia tres columnas con disolvente etilenglicol, se obtiene una mezcla vapor.
TCDS-SR	Secuencia de destilación térmicamente acoplada a un rectificador lateral.
TCDS-SS	Secuencia de destilación térmicamente acoplada a un agotador lateral.

## DEL ALFABETO GRIEGO

$\epsilon(t)$	Error.
$\Lambda$	Matriz de ganancias relativas.
$\lambda_{ij}$	Ganancia relativa entre la variable de salida $i$ y la variable de entrada $j$ .
$\tau$	Constante de tiempo a lazo abierto.
$\tau_D$	Tiempo derivativo.
$\tau_I$	Tiempo integral.

# ÍNDICE DE TABLAS

---

Tabla 1.1 Comparación de diferentes estudios en dinámica y control para destilación extractiva.....	2
Tabla 6.1. Valores mínimos de IAE obtenidos para la SDC lazo etanol.....	38
Tabla 6.2. Valores mínimos de IAE obtenidos para la SDC lazo agua .....	39
Tabla 6.3. Valores mínimos de IAE obtenidos de para la SDCA lazo etanol. ....	39
Tabla 6.4. Valores mínimos de IAE obtenidos para la STCV lazo etanol.....	40
Tabla 6.5. Valores mínimos de IAE obtenidos para la STCV lazo agua .....	40
Tabla 6.6. Valores mínimos de IAE obtenidos para la STCVA lazo etanol.....	41
Tabla 6.7. Valores mínimos de IAE obtenidos para la STCVA lazo agua.....	41
Tabla 6.8. Valores mínimos de IAE obtenidos para la STCL lazo etanol.....	42
Tabla 6.9. Valores mínimos de IAE obtenidos para la STCL lazo agua .....	42
Tabla 6.10. Valores mínimos de IAE obtenidos para la DWCL lazo etanol .....	43
Tabla 6.11. Valores mínimos de IAE obtenidos para la DWCL lazo agua.....	43
Tabla 6.12. Valores mínimos de IAE obtenidos para la DWCV lazo etanol....	44
Tabla 6.13. Resultados de sintonización a lazo cerrado método heurístico.....	45
Tabla 6.14. Resultados del apareamiento por el método RGA .....	46
Tabla 6.15. Resultados lazo agua por el método RGA .....	47
Tabla 6.16. Resultados de simulación con perturbaciones continuas .....	48
Tabla 6.17. Resultados de simulación de los mejores IAE incluyendo los dos métodos .....	50
Tabla 6.18. Resultados control, gasto energético, emisiones de CO <sub>2</sub> y costo de disolvente. ....	50

# ÍNDICE DE FIGURAS

---

Figura 2.1. Diagrama de las vías de proceso para la conversión de etanol .....	6
Figura 2.2. Diagrama de columnas azeotrópicas para la deshidratación de etanol .....	8
Figura 2.3. Diagrama de destilación extractiva (C1: Columna de destilación extractiva, C2: Columna de recuperación solvente).....	9
Figura 2.4. Diagrama simplificado de la destilación extractiva con sales disueltas.. .....	10
Figura 2.5. Diagrama de destilación extractiva usando líquido iónico como agente de arrastre no volátil .....	12
Figura 2.6. Diagrama de la fermentación continua con extracción “in situ” .....	14
Figura 2.7. Diagrama de la membrana de pervaporación.. .....	15
Figura 2.8. Diagrama de la destilación reactiva para purificación de etanol.....	16
Figura 3.1 Diagrama de columnas TCDS-SR, TCDS-SS y columna Petlyuk... .....	18
Figura 4.1 Diagrama de bloques de un lazo de control retroalimentado.....	21
Figura 5.1 Secuencia de dos columnas con corriente de vapor lateral.....	29
Figura 5.2 Secuencia de separación convencional tres columnas con el disolvente líquido de reciclaje (STCL).... .....	30
Figura 5.3 Secuencia de separación convencional tres columnas con el disolvente vapor de reciclaje.... .....	31
Figura 5.4 Secuencia de separación de pared divisoria con corriente lateral fase líquida. (DWCL).... .....	31
Figura 5.5 Secuencia de separación de pared divisoria con corriente lateral fase vapor. (DWCV). .....	32
Figura 5.6. Diagrama de flujo para la sintonización y obtención de los parámetros óptimos del controlador PI.. .....	33
Figura 5.7. Apareamiento convencional de los lazos de control para los 2 componentes a analizar en (SDC) y (STCL).....	34
Figura 6.1. Lazos de control heurísticos para la secuencias .....	37
Figura 6.2. Valores de $T_i$ graficados contra los IAE mínimos (SDC) etanol. ....	38
Figura 6.3. Valores de las ganancias graficados contra los IAE mínimos (SDC) etanol .....	38
Figura 6.4. Valores de las ganancias graficados contra los IAE mínimos (SDC) agua.....	39
Figura 6.5. Valores de las ganancias graficados contra los IAE mínimos (STCV) etanol. ....	40
Figura 6.6. Valores de las ganancias graficados contra los IAE mínimos (STCV) agua. ....	40
Figura 6.7. Valores de las ganancias graficados contra los IAE mínimos (STCVA) etanol. ....	41
Figura 6.8. Valores de las ganancias graficados contra los IAE mínimos (STCVA) agua.....	41
Figura 6.9. Valores de las ganancias graficados contra los IAE mínimos (STCL) etanol.....	42
Figura 6.10. Curva generada por los valores de IAE y tiempo integral (STCL) agua.....	42
Figura 6.11. Valores de las ganancias graficados contra los IAE mínimos (DWCL) etanol.. .....	43
Figura 6.12. Valores de las ganancias graficados contra los IAE mínimos (DWCL) agua.. .....	43

Figura 6.13. Valores de las ganancias graficados contra los IAE mínimos (DWCV) etanol.....	44
Figura 6.14. Comportamiento de la composición con respecto al tiempo (etanol).....	45
Figura 6.15. Comportamiento de la composición con respecto al tiempo (agua).....	46
Figura 6.16. Nomenclatura de las variables manipulables .....	47
Figura 6.17. Comportamiento de la composición con respecto al tiempo (agua) con método RGA... ..	48
Figura 6.18. Comportamiento al perturbar la composición del etanol.....	49
Figura 6.19. Comportamiento al perturbar la composición del agua.....	49

## CAPÍTULO 1 “INTRODUCCIÓN”

1.1 INTRODUCCIÓN .....	1
1.2 JUSTIFICACIÓN.....	3
1.3 HIPÓTESIS.....	4
1.4 OBJETIVO GENERAL .....	4

## CAPÍTULO 2 “PRODUCCIÓN DE ETANOL COMBUSTIBLE”

2.1 PREÁMBULO .....	5
2.2 VÍAS DE PROCESO PARA LA CONVERSIÓN DE ETANOL .....	5
2.3 SEPARACIÓN DEL ETANOL .....	7
2.3.1 DESTILACIÓN CONVENCIONAL .....	7
2.3.2 DESTILACIÓN AZEOTRÓPICA .....	7
2.3.3 DESTILACIÓN EXTRACTIVA .....	9
2.3.3.1 DESTILACIÓN EXTRACTIVA CON LÍQUIDO DISOLVENTE .....	9
2.3.3.2 DESTILACIÓN EXTRACTIVA CON SAL DISUELTA .....	10
2.3.3.3 DESTILACIÓN EXTRACTIVA CON LA MEZCLA DE LÍQUIDO DE EXTRACCIÓN Y SAL DISUELTA .....	11
2.3.3.4 DESTILACIÓN EXTRACTIVA CON LÍQUIDO IÓNICO .....	11
2.3.3.5 DESTILACIÓN EXTRACTIVA CON POLÍMEROS HIPERRAMIFICADOS .....	12
2.3.4 HÍBRIDO DE EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO CON FERMENTACIÓN (FERMENTACIÓN EXTRACTIVA) .....	13
2.3.5 ADSORCIÓN .....	14
2.4.5.1 ADSORCIÓN FASE VAPOR DEL AGUA .....	14
2.4.5.2 ADSORCIÓN FASE LÍQUIDA DEL AGUA .....	14
2.3.6 MEMBRANAS .....	15
2.3.7 DESTILACIÓN REACTIVA .....	16
2.4 ECONOMÍA DE LA PRODUCCIÓN DE ETANOL .....	17

### CAPÍTULO 3 “DESTILACIÓN CON AHORRO DE ENERGÍA”

3.1 DESTILACIÓN CON AHORRO DE ENERGÍA .....	18
---	----

### CAPÍTULO 4 “ESTADO DINÁMICO A LAZO CERRADO”

4.1 PREÁMBULO .....	21
4.2 CONTROL RETROALIMENTADO .....	21
4.2.1 CONTROLADOR PROPORCIONAL .....	22
4.2.2 CONTROLADOR PROPORCIONAL-INTEGRAL (PI).....	22
4.2.3 CONTROLADOR PROPORCIONAL-INTEGRAL-DERIVATIVO (PID).....	23
4.3 CRITERIOS DE DESEMPEÑO .....	23
4.4 SELECCIÓN DEL TIPO DE CONTROLADOR .....	24
4.5 ARREGLO DE GANANCIAS RELATIVAS (RGA).....	25
4.5.1 PROPIEDADES DEL RGA .....	25
4.5.2 APAREMIENTOS DE LAZOS USANDO RGA .....	26
4.5.3 REGLAS DE APAREAMIENTO DEL RGA .....	27

### CAPÍTULO 5 “METODOLOGÍA”

5.1 PREÁMBULO .....	29
5.2 CASO DE ESTUDIO .....	29
5.3 METODOLOGÍA PARA EL ANÁLISIS DINÁMICO A LAZO CERRADO .....	32
5.3.1 SINTONIZACIÓN DE CONTROLADORES PI .....	32
5.3.2 APAREAMIENTO DE LAZOS MEDIANTE LA TÉCNICA DE RGA .....	34
5.4 METODOLOGÍA PARA OBTENER EL CO <sub>2</sub> EMITIDO POR CADA SECUENCIA .....	35

### CAPÍTULO 6 “RESULTADOS”

6.1 PREÁMBULO .....	37
6.2 SINTONIZACIÓN A LAZO CERRADO MÉTODO HEURÍSTICO .....	37
6.2.1 SECUENCIA DE DOS COLUMNAS CON GLICEROL COMO DISOLVENTE (SDC).....	37
6.2.1.1 ETANOL .....	37
6.2.1.2 AGUA .....	39

6.2.2 SECUENCIA DE DOS COLUMNAS CON GLICOL COMO DISOLVENTE (SDCA) .....	39
6.2.2.1 ETANOL .....	39
6.2.2.2 AGUA .....	39
6.2.3 SECUENCIA DE TRES COLUMNAS SALIDA DEL RECICLO EN FASE VAPOR CON GLICEROL COMO DISOLVENTE (STCV) .....	40
6.2.3.1 ETANOL .....	40
6.2.3.2 AGUA .....	40
6.2.4 SECUENCIA DE TRES COLUMNAS SALIDA DEL RECICLO EN FASE VAPOR CON GLICOL COMO DISOLVENTE (STCVA).....	41
6.2.4.1 ETANOL .....	41
6.2.4.2 AGUA .....	41
6.2.5 SECUENCIA DE TRES COLUMNAS SALIDA DEL RECICLO EN FASE LÍQUIDA CON GLICOL COMO DISOLVENTE (STCL).....	42
6.2.5.1 ETANOL .....	42
6.2.5.2 AGUA .....	42
6.2.6 SECUENCIA DE COLUMNA DE PARED DIVISORIA CON RECICLO LÍQUIDO (DWCL).....	43
6.2.6.1 ETANOL .....	43
6.2.6.2 AGUA .....	43
6.2.7 SECUENCIA DE COLUMNA DE PARED DIVISORIA CON RECICLO VAPOR (DWCV).....	44
6.2.7.1 ETANOL .....	44
6.2.7.2 AGUA .....	44
6.3 ANÁLISIS DE SINTONIZACIÓN A LAZO CERRADO MÉTODO HEURÍSTICO .....	44
6.4 SINTONIZACIÓN A LAZO CERRADO APAREAMIENTO MÉTODO RGA .....	46
6.5 SINTONIZACIÓN CON CAMBIOS DE SET POINT SIMULTÁNEOS .....	48
6.6 ANÁLISIS DE RESULTADOS .....	49
CAPÍTULO 7     “CONCLUSIONES”	
7.1 CONCLUSIONES .....	51
APÉNDICE A .....	52
CAPÍTULO 8     “REFERENCIAS”	
8.1 REFERENCIAS .....	59



# CAPÍTULO 1

## INTRODUCCIÓN

## 1.1 INTRODUCCIÓN

---

Muchos gobiernos de todo el mundo están ocupados en fomentar la producción y el consumo de combustibles líquidos a partir de biomasa, tal es el caso del etanol combustible. Sus objetivos son reducir la dependencia del petróleo, para reducir la contaminación del medio ambiente, y para promover la producción agro-industrial. Estas iniciativas están convirtiendo al etanol originado de recursos renovables en el sustituto idóneo de la gasolina.

El etanol es obtenido principalmente por fermentación de azúcares, un proceso que produce una mezcla con alto contenido de agua e impurezas. El grado de etanol requerido para evitar la formación de dos fases cuando se mezcla con gasolina es de 0.995 en composición molar, por ello es necesario un adecuado proceso de deshidratación (MADTR, 2003). Entre los procesos más utilizados en deshidratación de etanol son: destilación heterogénea azeotrópica utilizando disolventes: benceno, pentano, iso-octano y ciclohexano; destilación extractiva con disolventes y sales como agentes de arrastre; adsorción con tamices moleculares y procesos que utilizan pervaporación membranas.

La purificación del etanol producido por fermentación implica un proceso de separación e intensificación de energía, más aún cuando se lleva a cabo con éxito por destilación. El proceso de destilación no sólo representa un alto porcentaje de las operaciones de separación utilizadas en la industria química, sino también significa un fuerte impacto en el consumo total de energía al consumir alrededor del 53% de la energía total utilizada en procesos de separación, lo que la convierte en la operación con más gasto energético (RPEEUS, 2010).

La separación de la mezcla de etanol-agua por destilación convencional está limitada por la presencia de un azeótropo. Para obtener etanol de alta pureza por destilación, se han desarrollado ciertas técnicas para alterar las volatilidades relativas de las sustancias de la mezcla y de ese modo permitir romper el azeótropo. Entre estas técnicas, las más comúnmente utilizadas son la destilación al vacío, destilación azeotrópica, y la destilación extractiva. Recientemente, un estudio presentado por Ramos et al. (2013) proponen un diseño y condiciones de operación que maximizan la función de utilidad para la destilación extractiva de etanol grado combustible usando glicerol como el agente de arrastre. Este proceso tiene como objetivo ofrecer el mayor beneficio económico en condiciones estacionarias, sin embargo, para mantener las condiciones óptimas de operación del proceso, no existe cuidado en la dinámica. En la práctica, los procesos de destilación son sometidas a perturbaciones y / o transiciones de proceso.

Para establecer la utilidad del proceso propuesto para la producción industrial de etanol grado combustible, es necesario analizar su comportamiento dinámico y la controlabilidad. La estabilidad dinámica de la destilación extractiva podría representar una potente ventaja

sobre la destilación azeotrópica con benceno, el método tradicional para la producción de etanol grado combustible.

La destilación azeotrópica ha demostrado tener una alta sensibilidad paramétrica y la presencia de múltiples estados estacionarios, que a menudo implican la baja recuperación de etanol.

Varios autores han estudiado el comportamiento y el control de otros procesos de destilación extractiva dinámica, como se muestra en la Tabla 1.1. La evaluación realizada por Maciel y Brito (1995) del comportamiento dinámico de la destilación extractiva de etanol utilizando etilenglicol como agente extractivo sugiere buenas posibilidades para el control del proceso.

Tabla 1.1 Comparación de diferentes estudios en dinámica y control para destilación extractiva.

Autor(es)	Año	Tipo de optimización	Software	Tipo de destilación	Función Objetivo
Gilles et al.	1980	Simulación-control	No reportado	Extractiva	n/a
Abu-Eisah y Luyben	1985	Optimización-estado estacionario	No reportado	Azeotrópica	Energía
Rovaglio y Doherty	1990	Simulación -dinámica	No reportado	Azeotrópica	n/a
Maciel y Brito	1995	Simulación -dinámica	Aspen Plus	Extractiva	n/a
Ghaee et al.	2008	Optimización - dinámica (estocástico)	No reportado	Extractiva	Control convencional (Estimación de parámetros)
Arifin y Chien	2008	Optimización-estado estacionario	Aspen Plus	Extractiva	Costo
Barreto et al.	2011	Optimización - dinámica (estocástico)	Matlab	Batch - extractiva	Utilidad
Gil et al.	2012	Simulación-control	Aspen Plus	Extractiva	n/a
Ramos et al.	2013	Optimización - dinámica (determinístico)	GAMS/IPOPT	Extractiva	Control óptimo-beneficios

Recientemente, Gil et al. (2012) proponen un esquema de control para mantener las condiciones de funcionamiento estables con perturbaciones de alimentación para la destilación extractiva de etanol grado combustible usando glicerol como el agente de arrastre. Ramos et al. (2013) son los primeros en reportar control óptimo de tales procesos junto con las consideraciones económicas, es decir, la búsqueda de la respuesta óptima de un proceso sometido a perturbaciones que maximiza el beneficio; esto con el uso de la optimización dinámica la cual implica la identificación de los perfiles de control que minimizan una función objetivo en un sistema sometido a perturbaciones y / o transiciones.

## 1.2 JUSTIFICACIÓN

---

Actualmente la mayoría de los países latinoamericanos, entre ellos los productores de azúcar, están en la búsqueda de una estrategia para la reconversión de sus economías productivas para dar respuesta con ello a la apertura de nuevos mercados y a la integración regional. Una estrategia de diversificación es necesaria para lograr una explotación más amplia de la caña de azúcar que permita, junto a la producción de azúcar, la producción de un mayor número de derivados que beneficien la economía global de estas producciones.

A nivel mundial el etanol ha adquirido un gran valor por la posibilidad de su uso como combustible, ya sea mezclado con gasolina o con petróleo y sobre todo porque es una fuente renovable de energía. Su mezcla con los productos anteriores proporciona un combustible de mejor calidad, más limpio. La exploración de nuevos arreglos de destilación brinda una variedad de posibilidades de obtención de productos de base bioetanol, algunos ya desarrollados y otros en proceso de investigación, que debe contribuir fuertemente a la diversificación de las producciones con derivados de tercera y cuarta generación, de alto valor agregado. Algunos países, como Brasil, se adelantaron a esta época y tienen ya establecida una fuerte industria de producción de bioetanol que utilizan como combustible en una elevada proporción de mezcla con otros producidos a partir del petróleo, e incluso como único combustible. Para ello han desarrollado un proceso de reconversión de motores de gasolina o petróleo a alcohol, con lo cual pueden hacer frente exitosamente a la actual crisis petrolera y al fin de las reservas petrolíferas que se espera se produzca en el presente siglo. Por estas razones se hace necesario buscar alternativas de producción y purificación de etanol a partir de otras materias primas no tradicionales, para lo cual los materiales lignocelulósicos presentes en la caña de azúcar tienen una gran potencialidad, ya que en la actualidad existen y se desarrollan nuevas tecnologías que permiten convertir estos materiales en etanol.

El aumento de la producción de etanol en el mundo ha estado apareado con el desarrollo de nuevas tecnologías que permiten obtener etanol a partir de residuos de madera, de desechos sólidos y de todos los materiales que contengan celulosa y hemicelulosa, lo que permite revalorizar los desechos de varias industrias convirtiéndolos en materia prima para la obtención de etanol y adicionalmente purificar el bioetanol en procesos de separación de bajo costo para poder mantener precios competitivos de este biocombustible en comparación con los combustibles fósiles tradicionales.

El panorama de los biocombustibles en cuanto a cifras, revela que cada vez se producen en mayor cantidad, tan solo en 2010, la producción mundial de bioetanol alcanzó los 13.5 mil millones de galones lo cual representa el 94% de la producción de biocombustibles, Brasil y EE.UU son los líderes mundiales en la explotación de la caña de azúcar representando el 70% de la producción mundial de bioetanol, haciéndolos países no dependientes del petróleo.

### **1.3 HIPÓTESIS**

---

Los sistemas de destilación extractiva complejos estudiados en este trabajo pueden tener mejores propiedades de control que el sistema de destilación extractivo convencional para la purificación del etanol.

### **1.4 OBJETIVO GENERAL**

---

Analizar las propiedades de control de los procesos de separación complejos, basados en destilación extractiva térmicamente acoplada, para la purificación del etanol, con mínimos costos de operación y emisión de gases de invernadero.



## CAPÍTULO 2

# PRODUCCIÓN DE ETANOL COMBUSTIBLE

## 2.1 PREÁMBULO

En la actualidad el etanol es uno de los combustibles renovables más importantes, puesto que contribuye con la reducción del impacto ambiental negativo generado por el uso de combustibles fósiles. Sin embargo, la producción de etanol es un proceso complicado, la transformación de fuentes biológicas como cáscaras de cereales ricas en azúcar o lignocelulosa requiere las condiciones adecuadas y de un pretratamiento de la materia prima para lograr la fermentación y convertir la materia orgánica en etanol. El producto de la fermentación es una solución de etanol con agua que debe ser concentrada y posteriormente tiene que ser sometido a un proceso de deshidratación adecuado, esto para ser utilizado como oxigenante de gasolinas.

La complejidad y costo de este proceso explica en parte la razón por la cual el etanol combustible, no es todavía una opción de remplazo de los combustibles derivados del petróleo. Dos problemas centrales son los que han puesto al etanol como una alternativa real y viable en el mercado de la energía, estos son los conflictos concernientes al ambiente y los periódicos conflictos que se presentan en los países exportadores de petróleo.

Recientemente por lo citado anteriormente se abrió la puerta al desarrollo de tecnologías efectivas para la producción de etanol como prioridad de varios centros de investigación, universidades, así como también numerosos gobiernos que han invertido en este rubro (Cardona y Sánchez, 2007).

## 2.2 VÍAS DE PROCESO PARA LA CONVERSIÓN DE ETANOL

Para la producción de etanol han sido utilizadas diferentes fuentes de carbono como materia prima; estas deben ser transformadas con facilidad en azúcar fermentable. Su uso práctico estará determinado por el rendimiento en etanol, por su costo y el tipo de microorganismo que se utilice (Hernández, 2007).

Varios autores, coinciden en definir 3 tipos de materias primas para la producción de etanol:

- Materiales portadores de azúcares simples que contienen carbohidratos como fuente de azúcares; tales como jugo de caña de azúcar, melazas, sorgo dulce, etc.
- Materiales amiláceos los cuales contienen almidón como fuente de azúcares; tales como la yuca, maíz, papa, etc.
- Materiales celulósicos, que contienen celulosa, hemicelulosa; tales como el bagazo, la madera, residuos agrícolas, etc.

La Figura 2.1 describe la producción de etanol por vía fermentativa en la cual podemos observar las etapas fundamentales, para el presente trabajo la etapa de interés es la separación de etanol (destilación/deshidratación).

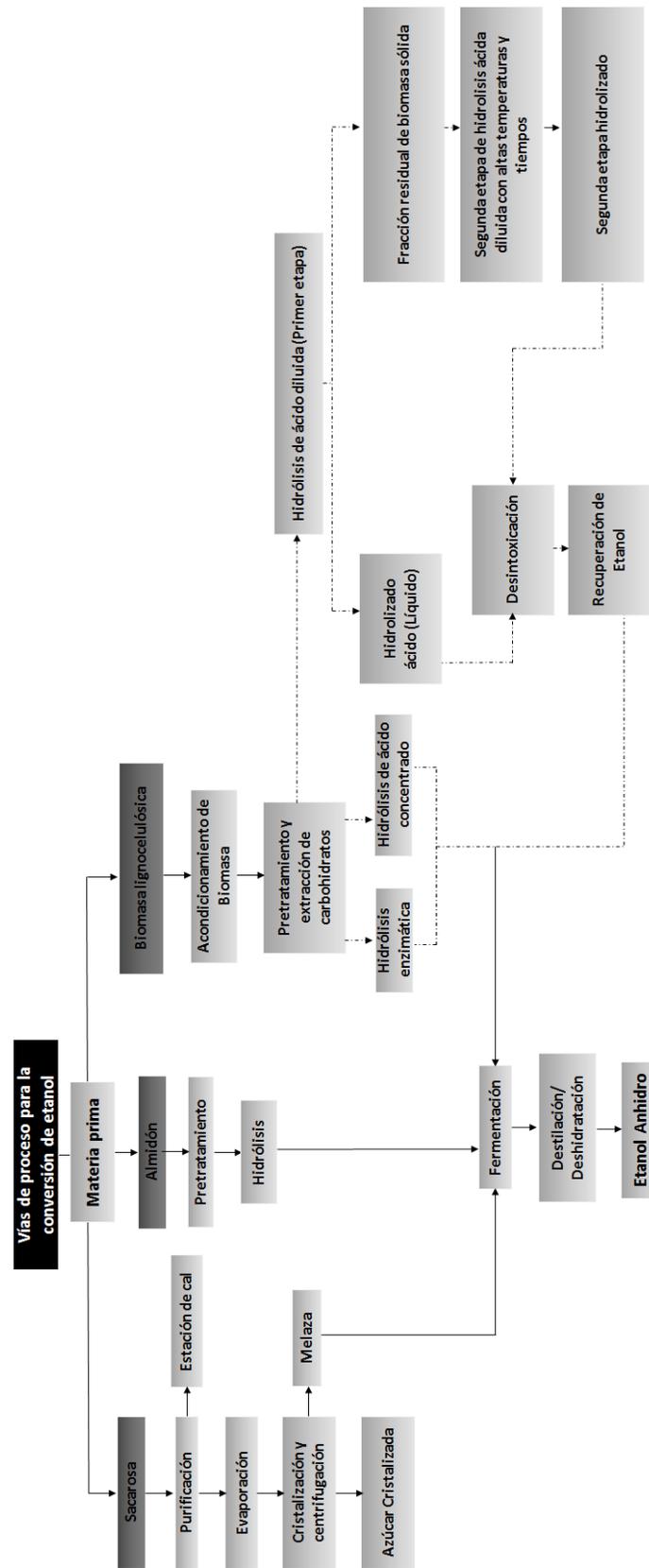


Figura 2.1. Diagrama de las vías de proceso para la conversión de etanol.

## 2.3 SEPARACIÓN DEL ETANOL

El principal problema de la producción de etanol anhidro es el alto costo energético que conlleva su separación, ya que durante la etapa de fermentación se obtienen grandes cantidades de caldo de fermentación con bajas concentraciones de alcohol (entre 5-12% en peso) por lo que es necesario eliminar el exceso de agua (Madon y Monceaux, 1995; Szitkai, et al., 2002).

Los métodos convencionales para la recuperación de etanol anhidro a partir del caldo de fermentación comprenden al menos tres etapas:

- 1<sup>era</sup> destilación convencional del etanol diluido hasta una concentración cercana a su punto azeotrópico (95.57% en peso).
- 2<sup>da</sup> destilación extractiva o azeotrópica usando un tercer componente para romper el azeótropo y remover el agua restante.
- 3<sup>era</sup> destilación para recuperar el tercer componente y reutilizarlo en el proceso.

La recuperación del etanol por estos métodos implica el consumo de entre 50 y 80% de la energía total requerida en el proceso de fabricación de etanol vía fermentativa. El reciente interés en la búsqueda de procesos limpios y económicos, y el fortalecimiento de la legislación ambiental que restringe el uso de solventes tales como los utilizados en los procesos azeotrópicos y extractivos, ha llevado a la industria a enfocarse en la búsqueda de otro tipo de tecnologías tales como la destilación extractiva salina, la pervaporación y la deshidratación mediante adsorción con tamices moleculares (Szitkai et al., 2002).

### 2.3.1 DESTILACIÓN CONVENCIONAL

La destilación convencional es un proceso comúnmente empleado para la separación de dos o más componentes en una solución basada en sus volatilidades relativas o la diferencia en sus temperaturas de ebullición. El azeótropo etanol-agua puede ser eliminado o romperse para producir etanol anhidro sólo por la reducción de la presión de operación en una condición de vacío (0.11 atm), pero esto no resulta económico. En una biorefinería una columna convencional, también llamada columna de pre-concentrador, a menudo se utiliza para concentrar el etanol diluido a 92.4% en peso, como se mencionó anteriormente (Huang et al. 2008).

### 2.3.2 DESTILACIÓN AZEOTRÓPICA

La destilación azeotrópica implica la adición de un tercer componente volátil, llamado agente de arrastre, que forma un azeótropo ternario con los dos componentes a ser separados y por lo tanto cambia sus volatilidades relativas y, finalmente, altera su factor de separación (coeficientes de actividad) en el sistema de destilación. Los dos componentes a ser separados

son generalmente componentes con puntos de ebullición cercanos o una mezcla azeotrópica (Black, 1972).

El sistema de destilación azeotrópica consiste típicamente en dos columnas de destilación para la deshidratación de 92.4% en peso de solución de etanol a partir de la columna de la destilación convencional; la primer columna de deshidratación (columna azeotrópica) para una mayor concentración en la presencia de agente de arrastre, y una segunda columna de recuperación de agente de arrastre (columna de separación) para la separación del agente de arrastre de la corriente de producto (Ver Figura 2.2).

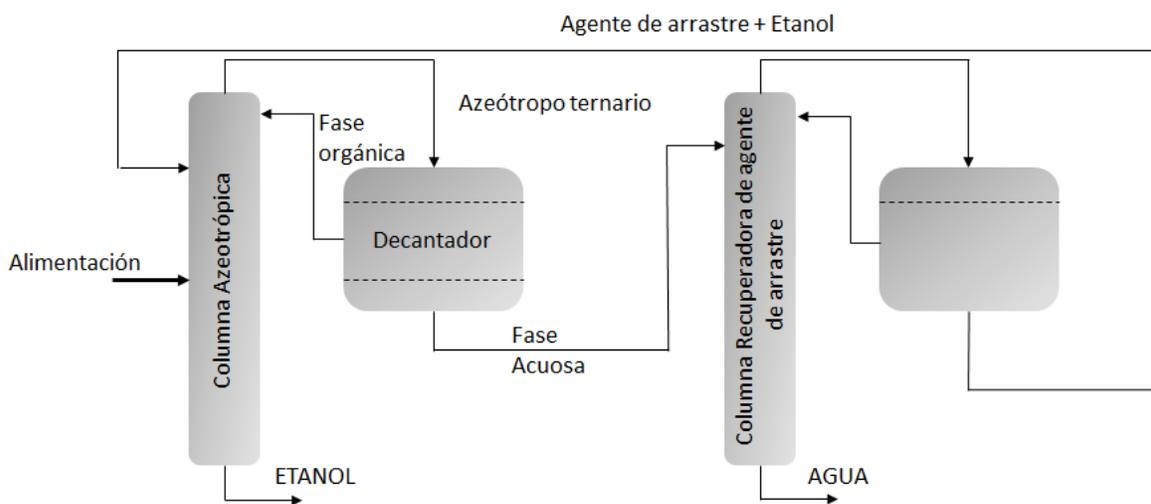


Figura 2.2. Diagrama de columnas azeotrópicas para la deshidratación de etanol.

En la columna de deshidratación, el etanol (> 99% en peso) sale de los fondos, mientras que el vapor de agua, disolvente, y pequeñas cantidades de etanol salen de la parte superior. La corriente superior entra en un separador, llamado decantador, y se divide en las corrientes de etanol-arrastre (fase orgánica) y agua-arrastre (fase acuosa). El primero se somete a reflujo de nuevo en la primera columna, mientras que el último es procesado en la columna de recuperación del agente de arrastre (Lee y Pahl, 1985; Kovach III y Seider, 1987; Chianese y Zinamosca, 1990; Luyben, 2006).

Los agentes de arrastre comúnmente usados para romper el azeótropo binario etanol-agua por destilación azeotrópica heterogénea son el benceno (Kovach III y Seider, 1987; Chianese y Zinamosca, 1990; Wasylkiewicz et al., 2003; Luyben, 2006), tolueno (Partin, 1996; Feng et al., 2000) y ciclohexano (Gomis et al., 2005).

El sistema de dos columnas azeotrópicas mencionado anteriormente tiene la desventaja del gran consumo de energía, de gran costo de capital, y de las preocupaciones de salud y seguridad con el almacenamiento de cualquier disolvente ya sea cancerígeno (benceno) o altamente inflamable (ciclohexano). Por estas razones, el método de destilación azeotrópica es de los menos aplicados en la producción de etanol (Huang et al. 2008).

### 2.3.3 DESTILACIÓN EXTRACTIVA

Al igual que destilación azeotrópica, la destilación extractiva es un proceso de separación de vapor-líquido con la adición de un tercer componente para aumentar la volatilidad relativa de los componentes a ser separados.

En el proceso de destilación extractiva, un disolvente de alto punto de ebullición selectiva se utiliza para modificar los coeficientes de actividad y por lo tanto aumentar el factor de separación. Este método se emplea comúnmente en la industria química para separar mezclas cerca del punto de ebullición o azeotrópicas.

El tercer componente añadido como agente de separación puede ser, líquido disolvente líquido iónico, sal disuelta, una mezcla de líquido volátil y sal disuelta, o polímero hiperramificado, que conduce a las correspondientes cinco categorías de destilaciones extractivas, que se discutirán a continuación (Huang et al. 2008).

#### 2.3.3.1 DESTILACIÓN EXTRACTIVA CON LÍQUIDO DISOLVENTE

En la destilación extractiva típica de deshidratación de etanol como se observa en la Figura 2.3, se introduce una cantidad adecuada de disolvente de alto punto de ebullición no ideal en la parte superior por encima de la alimentación.

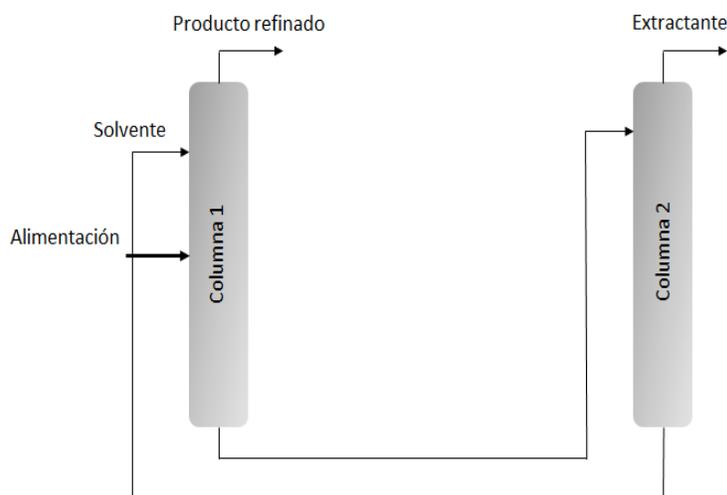


Figura 2.3. Diagrama de destilación Extractiva (C1: Columna de destilación extractiva, C2: Columna de recuperación solvente).

Uno de los disolventes de extracción más comúnmente utilizados en la destilación extractiva para la deshidratación de etanol es el etilenglicol, con el cual el etanol anhidro puede ser producido a partir del caldo de fermentación en una columna con sólo 18 etapas teóricas, una relación de reflujo mínima de 1.5 y una proporción baja de disolvente/alimentación de 0.27 (Lee y Pahl, 1985).

Meirelles et al. (1992) verificaron que este proceso puede ser competitivo en comparación con la destilación azeotrópica, en condiciones de funcionamiento específicas.

### 2.3.3.2 DESTILACIÓN EXTRACTIVA CON SAL DISUELTA

Para algunos sistemas, por ejemplo, el sistema de etanol-agua, una sal disuelta puede ser añadida como un agente separador de destilación extractiva, en donde la sal se disuelve en el líquido a fin de aumentar considerablemente la volatilidad relativa del componente más volátil de la mezcla a separar (Ver Figura 2.4), debido a lo llamado "efecto de la sal" (Llano y Aguilar, 2003).

Las sales disueltas más comúnmente probadas en la destilación extractiva para la deshidratación de etanol son el acetato de potasio (Cook y Furter, 1968; Furter, 1972; Lynd y Grethlein, 1984), acetato de sodio (Furter, 1992), cloruro de calcio (Black, 1980; Barba et al., 1985; Llano y Aguilar, 2003).

Cook y Furter (1968) estudiaron el proceso de destilación extractiva con acetato de potasio como agente de separación en una columna de platos de capucha (escala piloto), y se encontró que el azeótropo de la mezcla agua-etanol podría ser eliminado con una cantidad relativamente pequeña de sal; también hicieron una comparación de las ventajas y desventajas entre sales disueltas y líquidos extractantes convencionales, y encontraron que la destilación extractiva con sales es más eficiente en la separación de etanol-agua. Barba et al. (1985) compararon el aspecto de la demanda de energía entre la destilación extractiva usando  $\text{CaCl}_2$  como agente de separación, la destilación azeotrópica (utilizando benceno, pentano y éster dietílico), la destilación extractiva (utilizando glicol de etileno o de gasolina), extracción con disolventes, y la membrana de pervaporación. Se encontró que la destilación extractiva con  $\text{CaCl}_2$  consume casi la misma energía que la membrana de pervaporación, y estos dos métodos son superiores a los otros métodos mencionados con ahorro de energía.

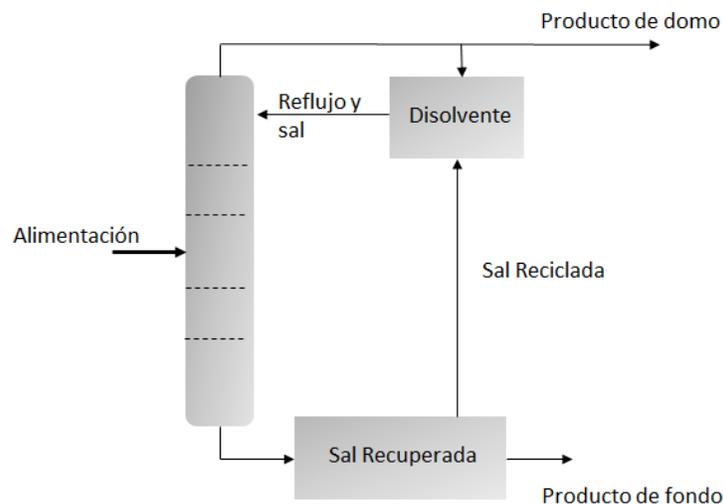


Figura 2.4. Diagrama simplificado de la destilación extractiva con sales disueltas (Furter, 1972).

### 2.3.3.3 DESTILACIÓN EXTRACTIVA CON LA MEZCLA DE LÍQUIDO DE EXTRACCIÓN Y SAL DISUELTA

Al igual que en el extractante líquido o sal disuelta, la combinación de ambos extractantes se puede utilizar como agente de separación en la destilación extractiva para la purificación de etanol, con el mismo diagrama de flujo de proceso (Ver Figura 2.6). En general, sólo se requiere una pequeña cantidad de sal en la mezcla con el extractante líquido. Existen algunas investigaciones (Duan et al., 1980; Lei et al., 1982; Zhang et al., 1984) acerca del proceso de destilación extractiva para la deshidratación de etanol con mezclas de disolvente líquido y diversas sales disueltas (NaCl, CaCl<sub>2</sub>, SrCl<sub>2</sub>, AlCl<sub>3</sub>, KNO<sub>3</sub>, Cu (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, Al (CO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, CH<sub>3</sub>COOK y K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>). Las volatilidades relativas con las mezclas de etilenglicol y diferentes sales se encuentran en el rango de 1.9 a 4.15, con el siguiente orden de efecto de la sal: AlCl<sub>3</sub> > CaCl<sub>2</sub> > NaCl; Al (CO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> > Cu (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> > KNO<sub>3</sub>, y el orden del efecto de las raíces ácidas: Ac<sup>-</sup> > Cl<sup>-</sup> > NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, donde la solución de etanol: relación de agente de separación (v/v) es 1.0, y la concentración de sal es de 0.2 g de sal por ml de disolvente.

Más recientemente, Lei et al. (2002) midieron el equilibrio vapor-líquido de los tres sistemas, incluyendo etanol-agua, etanol-agua-glicol-etileno, y etanol-agua-etilenglicol-CaCl<sub>2</sub>, a una concentración finita y presión normal. Los resultados demostraron que la destilación extractiva con etilenglicol combinado con sal disuelta fue más eficiente en la separación de etanol y agua que con sólo etilenglicol.

### 2.3.3.4 DESTILACIÓN EXTRACTIVA CON LÍQUIDO IÓNICO

La destilación extractiva con líquidos iónicos como agente de separación es un nuevo método para la separación de la mezcla de etanol-agua (Arlt et al., 2001). Este proceso tiene las ventajas de alta capacidad de separación, la operación fácil, y no hay problema de arrastre del disolvente en el producto superior de la columna en comparación con la destilación extractiva con la mezcla de sal y disolvente líquido (Lei et al., 2005). El líquido iónico como agente de separación puede mejorar en gran medida la volatilidad relativa del etanol sobre el agua, debido al “efecto de la sal” similar a la sal disuelta. Los líquidos iónicos convencionales, o líquidos iónicos de temperatura ambiente (por lo general una mezcla de catión orgánico y un anión inorgánico), son prometedores agentes de separación para la destilación extractiva de una mezcla de etanol-agua, debido a sus propiedades favorables, tales como baja viscosidad, estabilidad térmica, buena solubilidad y corrosividad inferior que las sales ordinarias de alto punto de fusión.

Los líquidos iónicos disponibles comercialmente adecuados para su uso como agente de separación para la destilación extractiva, son 1-butil-3-metilimidazolio tetrafluoroborato ([BMIM] + [BF<sub>4</sub>]<sup>-</sup>), 1 etil-3-metilimidazolio tetrafluoroborato ([EMIM] + [BF<sub>4</sub>]<sup>-</sup>) y 1-butil-3-cloruro de metilimidazolio ([BMIM] + [Cl]<sup>-</sup>). Seiler et al. (2004) investigaron la posibilidad de utilizar estos líquidos iónicos como agente de separación en la destilación extractiva para la deshidratación de etanol (Ver Figura 2.5); demostraron que estos líquidos iónicos aumentan

notablemente la volatilidad relativa de etanol a agua, en el siguiente orden:  $[\text{BMIM}] + [\text{Cl}]^- > [\text{EMIM}] + [\text{BF}_4]^- > [\text{BMIM}] + [\text{BF}_4]^-$ , también encontraron que la influencia de  $[\text{BMIM}] + [\text{Cl}]^-$  y  $[\text{EMIM}] + [\text{BF}_4]^-$  en la volatilidad relativa es mayor que el del agente de separación convencional de 1,2-etanodiol. Además, se demostró por la simulación de procesos que se puede ahorrar hasta el 24% del calor global para el proceso  $[\text{EMIM}] + [\text{BF}_4]^-$  en comparación con el proceso convencional de la destilación extractiva.

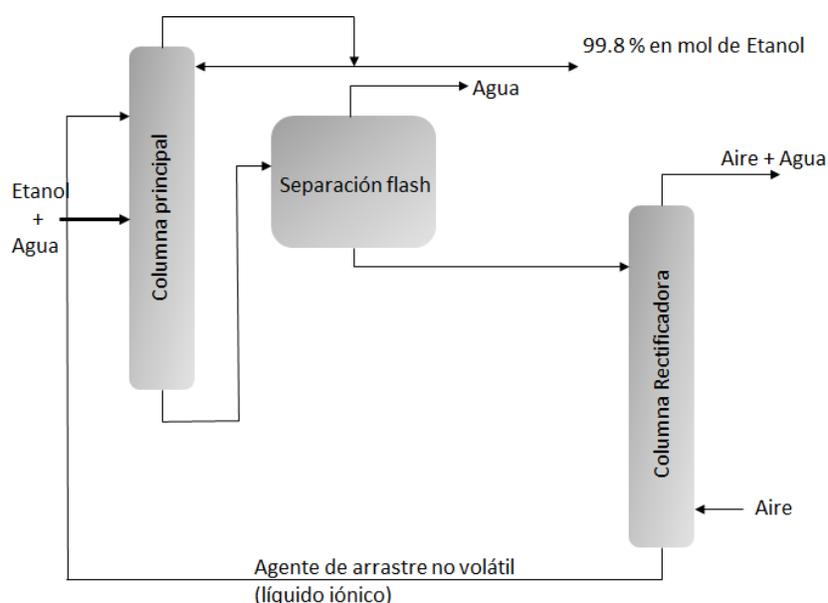


Figura 2.5. Diagrama de destilación extractiva usando líquido iónico como agente de arrastre no volátil (Seiler et al. 2004).

### 2.3.3.5 DESTILACIÓN EXTRACTIVA CON POLÍMEROS HIPERRAMIFICADOS

Al igual que los líquidos iónicos, los polímeros hiperramificados también son agentes de separación novedosos utilizados en la destilación extractiva para la deshidratación de etanol a partir de soluciones acuosas. En los polímeros hiperramificados, las macromoléculas muy ramificadas con un gran número de grupos funcionales, pueden ser fácilmente fabricados por medio de las reacciones de un solo paso, representando viabilidad económica para aplicaciones industriales a gran escala (Seiler et al., 2004).

A diferencia de los polímeros lineales, los polímeros hiperramificados tienen las características de notable selectividad, alta capacidad, baja viscosidad y estabilidad térmica.; por lo tanto, fueron sugeridas recientemente como agentes de arrastre en la destilación extractiva para separar mezclas azeotrópicas (Arlt et al., 2001).

El polímero hiperramificado más probado como agente de arrastre para la destilación extractiva de la mezcla etanol-agua se hiperramificado poliglicerol; se encontró que el efecto

de poliglicerol en la volatilidad relativa de etanol a agua era el mismo orden que la del agente de arrastre convencional de 1,2-etanodiol (Seiler et al., 2004).

#### 2.3.4 HÍBRIDO DE EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO CON FERMENTACIÓN (FERMENTACIÓN EXTRACTIVA)

La extracción líquido-líquido es un enfoque particularmente prometedor para la recuperación de etanol anhidro a partir del caldo de fermentación acuoso con el requisito de bajo consumo de energía (Black, 1980). La extracción líquido-líquido generalmente se combina con la fermentación, llamada fermentación extractiva, en donde la extracción se lleva a cabo “in situ” para eliminar el etanol del producto y otros compuestos inhibitorios, por lo tanto, las inhibiciones causadas por el etanol y otros inhibidores se eliminan, causando un aumento en el rendimiento de etanol.

Es muy importante seleccionar un disolvente de alta eficiencia para la extracción de etanol a partir de licores de fermentación (Weilnhammer y Blass, 1994). Los criterios de selección de disolvente son:

- No tóxico para los microorganismos,
- Alto coeficiente de distribución,
- Alta selectividad con respecto al producto,
- Baja solubilidad en la fase acuosa,
- Densidad diferente de la del caldo para asegurar la separación de fases por gravedad,
- Baja viscosidad, gran tensión interfacial y baja tendencia a emulsionar en el caldo,
- Alta estabilidad,
- Bajo costo.

Algunos posibles disolventes biocompatibles para la extracción de etanol a partir de licor de fermentación, que son informados por varios investigadores incluyen alcohol oleico (Weilnhammer y Blass, 1994; Moritz y Duff, 1996), n-dodecanol (Gyamerah y Glover, 1996; Boluda et al., 2005), acetato de isoamilo y el alcohol de isoocilo (Koullas et al., 1999), ácido nonanoico (Boudreau y Hill, 2006), etc. En la fermentación continua de etanol con el termófilo, bacteria anaeróbica “*Clostridium thermohydrosulfuricum*” (Ver Figura 2.6), el alcohol oleico fue usado como agente de extracción para la extracción in situ de forma simultánea con el fin de eliminar la inhibición del etanol; los resultados mostraron que el rendimiento de etanol de extracción in situ es dos veces mayor que el de la fermentación sin extracción in situ (Weilnhammer y Blass, 1994).

En resumen, la fermentación extractiva, que combina extracción con disolvente y la fermentación juntos, resulta con el aumento en el rendimiento de etanol y la disminución en el consumo de agua dulce.

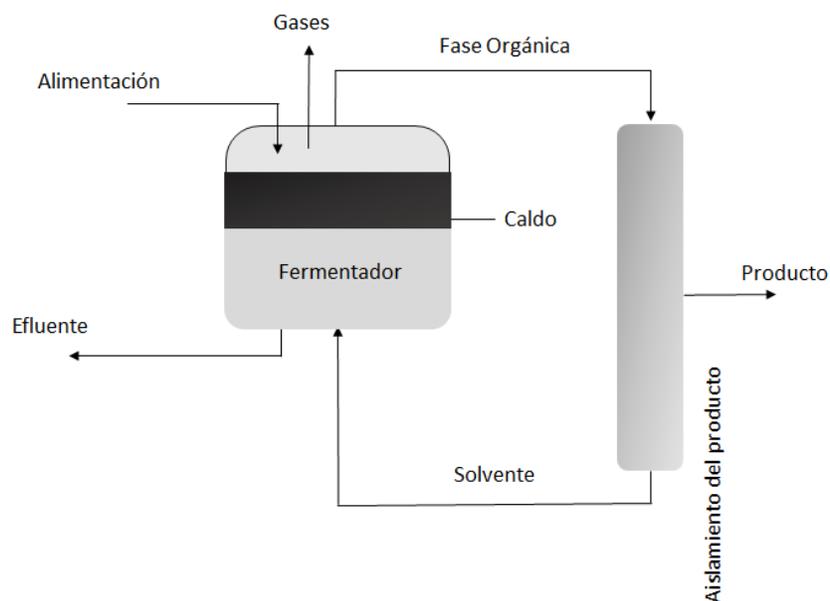


Figura 2.6. Diagrama de la fermentación continua con extracción "in situ" (Weilhammer y Blass, 1994).

### 2.3.5 ADSORCIÓN

Existen dos tipos de adsorción en la separación de etanol- agua, la adsorción de fase líquida del agua para la fermentación del caldo y la adsorción de fase vapor del agua para el proceso de la corriente de salida de una columna de destilación (Beery y Ladisch, 2001a).

#### 2.3.5.1 ADSORCIÓN FASE VAPOR DEL AGUA

Los adsorbentes más aplicados para la adsorción fase vapor del agua a partir de mezclas de etanol-agua, incluyen adsorbentes inorgánicos, tales como tamices moleculares (Carmo y Gubulin., 1997; Al-Asheh et al., 2004), cloruro de litio (Beery y Ladisch, 2001b), gel de sílice (Beery y Ladisch, 2001b), alúmina activada (Kondo et al., 1997) y adsorbentes de origen biológico, tales como granos de maíz (Crawshaw y Hills., 1990; Kondo et al., 1997; Beery y Ladisch, 2001a).

#### 2.3.5.2 ADSORCIÓN FASE LÍQUIDA DEL AGUA

Hace casi veinte años, las zeolitas de tipo "A" demostraron tener una alta capacidad y selectividad en la separación de agua a partir de mezclas de etanol-agua (Ruthven, 1984). Recientemente, varias combinaciones de materiales a base de almidón y de celulosa, incluyendo algunos como la sémola de maíz blanco,  $\alpha$ -amilasa modificada con sémola de maíz amarillo, a base de polisacáridos adsorbentes sintetizados ligeramente gelificados, también han sido probados y seleccionados para la adsorción de fase líquida del agua. Se demostró que los adsorbentes a base de almidón pueden eliminar la fase líquida entre 1 y 20% en peso de etanol y sin el uso de adsorbente se disuelven. La capacidad de adsorción de agua aumenta con el aumento de contenido de agua en la solución de etanol-agua. En

comparación con el gel de sílice y los tamices moleculares, estos adsorbentes a base de almidón tienen una menor capacidad de adsorción (no equilibrio) a una concentración de agua por debajo de 10% en peso (Beery y Ladisch, 2001a).

### 2.3.6 MEMBRANAS

En las últimas décadas, la membrana de pervaporación ha sido considerada como uno de los procesos más eficaces y con mayor ahorro de energía para la separación de mezclas azeotrópicas; hasta el momento, más de 100 plantas en el mundo utilizan la técnica de la membrana de pervaporación para la deshidratación del alcohol (Dong et al., 2006).

En principio, la pervaporación se basa en el mecanismo de solución-difusión, su fuerza motriz es el gradiente del potencial químico entre la alimentación y los lados permeados de la membrana. En general, hay dos procesos de pervaporación diferentes: vacío y pervaporación por gas de barrido (Huang et al. 2008).

En la pervaporación por vacío, la solución por separar entra en contacto con la membrana en el lado de alimentación, es decir, la parte retenida que no permeo por la membrana posteriormente sale de la unidad; en el lado del permeado, la presión parcial del pervaporador se baja mediante el uso de una bomba de vacío como se muestra en la Figura 2.7.

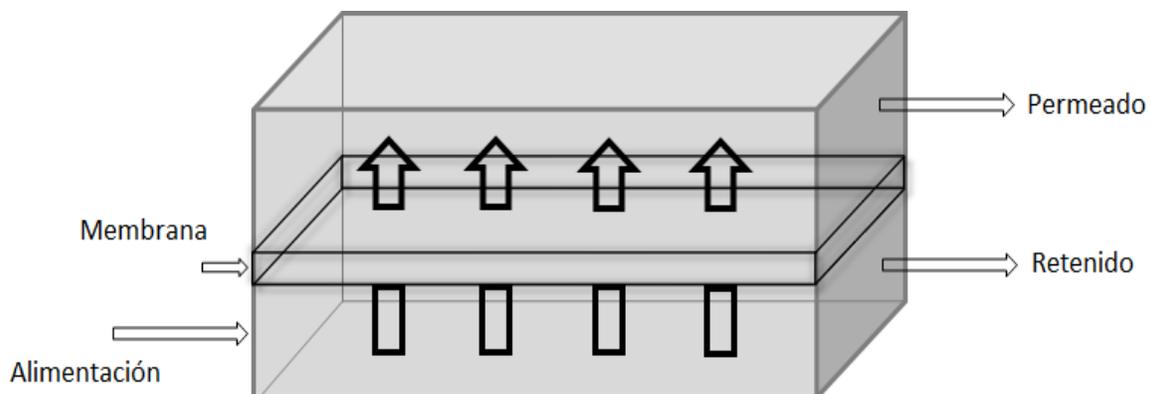


Figura 2.7. Diagrama de la membrana de pervaporación (Rotha et al., 2013).

La pervaporación por gas de barrido utiliza un gas de barrido inerte, tal como  $N_2$  en el lado permeado para reducir la presión parcial de permeado.

Las membranas pueden ser hidrófilas o hidrófobas. En general, la mayoría de las membranas son hidrófilas o con permeabilidad selectiva de agua, debido al tamaño molecular del agua, mientras que pocas membranas son hidrófobas o con permeabilidad de etanol selectiva; basados en los materiales utilizados para la producción de la membrana, hay tres categorías de membranas: membrana inorgánica, polimérica y compuesta.

### 2.3.7 DESTILACIÓN REACTIVA

La destilación reactiva combina reacción y destilación en una sola columna (Ver Figura 2.8), donde los reactivos se convierten en productos y a la se produce la separación simultánea de los productos y el reciclo de reactivos no utilizados (Noeres, et al., 2003; Wang et al., 2003; Pavan y Kaistha, 2008; Dirk-Faitakis et al., 2009). Esta reacción y separación simultánea permiten cruzar las concentraciones azeotrópicas y los límites de destilación, por lo tanto, facilita la purificación del producto. El rendimiento de equilibrio se puede aumentar significativamente mucho más allá de las limitaciones de equilibrio por la eliminación continua del producto de la mezcla de reacción (Noeres, et al., 2003; Wang et al., 2003; Wang y Wong, 2006; Pavan y Kaistha, 2008; Dirk-Faitakis et al., 2009; Tavan y Hosseini, 2013). Este proceso también aporta algunas ventajas importantes tales como la reducción de la energía, el consumo de disolvente, el número de equipos de la unidad y evita los puntos calientes por evaporación simultánea de líquido (Wang et al., 2003).

Tavan y Hossein (2013), estudiaron el inconveniente de los procesos de intensificación de energía para las columnas de destilación y el rompimiento del azeótropo de una mezcla azeotrópica (agua / etanol), alimentaron una columna de destilación reactiva en la que el agua y el óxido de etileno reaccionan reversiblemente entre sí para producir etilenglicol de alta pureza. Los resultados obtenidos muestran que no sólo etilenglicol puro se produce a través de la columna de destilación reactiva, sino también etanol puro se recupera de la corriente de la parte superior de la columna; por consiguiente, con esta configuración, la purificación de etanol y la producción de etilenglicol se pueden hacer en un proceso integrado con una alta eficiencia.

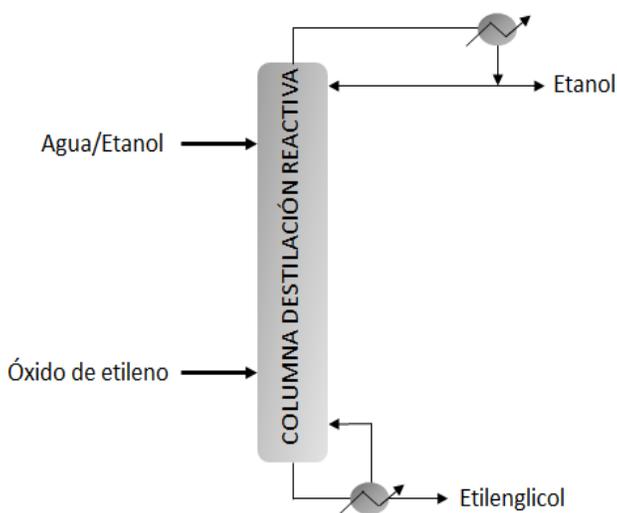


Figura 2.8. Diagrama de la destilación reactiva para purificación de etanol, (Tavan y Hossein 2013).

## 2.4 ECONOMÍA DE LA PRODUCCIÓN DE ETANOL

Para ser competitivo, y encontrar la aceptación económica, el costo para la bioconversión de la biomasa en combustible líquido debe ser inferior a los precios actuales de la gasolina (Wayman y Parekh, 1990; Subramanian et al., 2005); sin embargo todavía hay un amplio margen para reducir el costo de la conversión de biomasa en etanol.

El costo de la materia prima y de las enzimas celulolíticas son dos parámetros importantes para la producción de etanol bajo costo, la materia prima representa alrededor del 40% del costo de producción de etanol (Hamelinck et al., 2005); pero también aunado al alto costo de la materia prima se tiene el gasto energético en la separación del etanol, la selección del método de separación va intrínsecamente unido al tipo de materia prima. Las recientes investigaciones dictan la intensificación del proceso, dando con esto un ahorro significativo en el gasto energético y en el costo del equipo.

La principal discusión acerca de la economía de los biocombustibles líquidos parte de la asignación de recursos entre los sectores de la energía y la agricultura; ya que en muchos lugares los costos para producir cultivos y convertirlos en etanol son muy altos como para competir en el mercado contra combustibles fósiles (FAO, 2008).



## CAPÍTULO 3

# DESTILACIÓN CON AHORRO DE ENERGÍA

### 3.1 DESTILACIÓN CON AHORRO DE ENERGÍA

La destilación es uno de los procesos de separación de mayor uso dentro de la industria química; sin embargo, se caracteriza por requerir grandes cantidades de energía en los rehervidores, la cual es suministrada tradicionalmente por medio de vapor. Teniendo en cuenta este aspecto, los esfuerzos de la investigación en el área de diseño de procesos se han direccionado a obtener nuevos esquemas de separación que puedan presentar un ahorro sustancial en el consumo de energía (Triantafyllou y Smith, 1992). Dentro de los esquemas de destilación propuestos están las secuencias de destilación térmicamente acopladas, las cuales en el caso de la separación de mezclas ternarias (A, B, C) han mostrado ahorros de energía entre 30 y 50% en comparación con las secuencias de destilación convencionales (Tedder y Rudd, 1978; Glinos y Malone, 1988; Triantafyllou y Smith, 1992; Finn, 1993; Hernández y Jiménez, 1996, 1999a, 1999b; Jiménez y col., 2001, entre otros).

Para el caso de la separación de mezclas ternarias, las secuencias de destilación con acoplamiento térmico que han sido más estudiadas son: la secuencia de destilación térmicamente acoplada a un rectificador lateral (TCDS-SR), la secuencia de destilación térmicamente acoplada a un agotador lateral (TCDS-SS) y la secuencia de destilación con acoplamiento térmico total también conocida como columna Petlyuk o columna de pared divisoria (Ver Figura 3.1). Estas tres secuencias de destilación con acoplamiento térmico compiten favorablemente en el consumo de energía en comparación con las clásicas secuencias de destilación convencionales, para la separación de mezclas ternarias con bajo o alto contenido de componente intermedio.

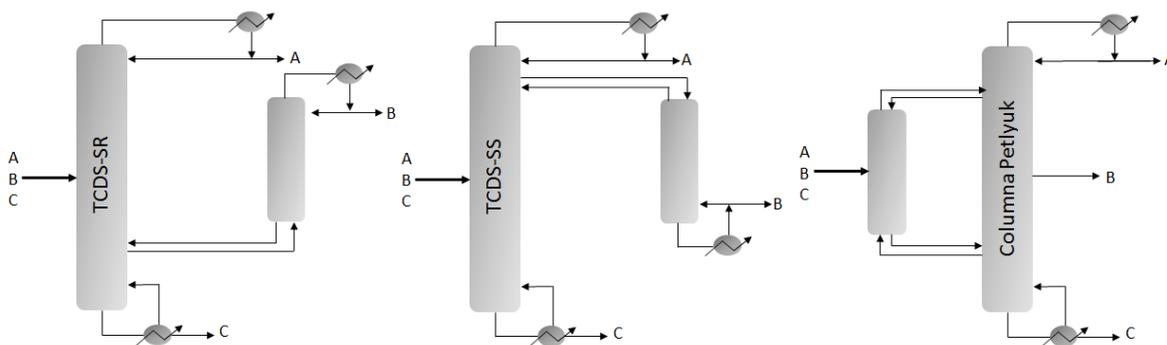


Figura 3.1 Diagrama de columnas TCDS-SR, TCDS-SS y columna Petlyuk.

El ahorro energético en las secuencias de destilación con acoplamiento térmico ha sido explicado en términos del remezclado. Si se considera la secuencia de destilación convencional directa en términos del perfil de concentración del componente intermedio (B) en la primera columna de la secuencia directa, la concentración de B empieza a aumentar hasta un valor máximo en algún plato intermedio y después disminuye hasta alcanzar el fondo de la columna, esto se conoce como remezclado y está asociado con la ineficiencia energética de la secuencia de destilación convencional directa, ya que para alcanzar nuevamente esta separación se deberá adicionar más energía (Triantafyllou y Smith, 1992).

Para el caso de las secuencias de destilación con acoplamiento térmico a columnas laterales, la corriente lateral que se extrae de la primera columna y se alimenta a la segunda, se extrae de la máxima concentración en el perfil del componente B, con lo cual se elimina el efecto del remezclado sobre el consumo de energía. Para el caso de la columna Petlyuk, la corriente lateral se extrae de la segunda columna, justamente en el plato donde la concentración del componente intermedio B es máxima, con la finalidad de eliminar el efecto de remezclado en la columna principal.

A pesar de que se ha predicho teóricamente un ahorro de energía del orden del 30% en las secuencias de destilación con acoplamiento térmico en comparación con las secuencias de destilación convencionales, no ha sido sino hasta en los últimos años que se han comenzado a utilizar con mayor frecuencia en la industria (Kaibel y Shoenmakers, 2002). Las razones por las que las secuencias con acoplamiento térmico no se habían utilizado ampliamente eran: no se conocía suficiente sobre el diseño y optimización y además se pensaba que el consumo de energía se lograba a expensas de crear un proceso más difícil de controlar (Triantafyllou y Smith, 1992).

Estas razones motivaron el desarrollo de metodologías de diseño y optimización de secuencias de destilación térmicamente acopladas (Triantafyllou y Smith, 1992; Finn, 1993; Hernández y Jiménez, 1996, 1999a; Vaca et al., 2007, entre otros). Además, se empezó a explorar, en menor grado, las propiedades de control de las secuencias de destilación con acoplamiento térmico, llegándose a la conclusión de que las secuencias de destilación térmicamente integradas no eran más difíciles de controlar que los esquemas convencionales, más aún las propiedades dinámicas de las secuencias integradas podían ser mejores que las de los esquemas convencionales (Hernández y Jiménez, 1999b; Jiménez y col., 2001; Segovia–Hernández et al., 2002a; Segovia–Hernández et al., 2002b; Segovia–Hernández et al., 2004; Segovia Hernández et al., 2005a; Segovia–Hernández et al., 2005b; Segovia–Hernández et al., 2005c; Alcántara–Ávila et al., 2006; Segovia–Hernández et al., 2006a; Segovia–Hernández et al., 2006b; Segovia–Hernández et al., 2007a; Segovia–Hernández et al., 2007b).

Las tendencias actuales en cuanto al diseño de secuencias térmicamente acopladas son desarrollar métodos de diseño y optimización cada vez más sofisticados, usualmente basados en técnicas de programación matemática u optimización estocástica (Dunnebier y Pantelides, 1999). Además, se han propuesto nuevos esquemas de destilación con acoplamiento térmico para la separación de mezclas de más de tres componentes (Rong y Kraslawski, 2002).

Por otro lado Bravo (2009) partiendo del diseño de la columna Petlyuk, el cual consiste de un prefraccionador conectado mediante corrientes de vapor y líquido a una columna de destilación, propuso un nuevo diseño de columna térmicamente acoplada extractiva. Donde hizo una comparación, mediante la aplicación de modelos de cálculo; del consumo de energía, los costos de diseño, la eficiencia termodinámica y las emisiones de gases contaminantes, del diseño de destilación extractiva directa (secuencia convencional), y el

diseño de destilación extractiva térmicamente acoplado para cuatro mezclas binarias y sus respectivos solventes. Y por último las especificaciones preliminares de diseño se obtuvieron mediante el uso de métodos cortos, y posteriormente se hizo uso de algoritmos genéticos para optimizar.

Estudios recientes de Gutiérrez-Guerra et al. (2009), han desarrollado procedimientos, de diseño y optimización para una secuencia de destilación extractiva convencional y un esquema térmicamente acoplado de destilación extractiva.

Las metodologías propuestas detectan los valores óptimos de las variables de diseño con el fin de garantizar el mínimo consumo de energía. Los resultados mostraron que el ahorro de energía previsto en la secuencia de destilación extractiva complejo se puede lograr, junto con buenas propiedades de funcionamiento y la reducción de las emisiones de gases de efecto invernadero.



## CAPÍTULO 4

# ANÁLISIS DINÁMICO A LAZO CERRADO

## 4.1 PREÁMBULO

El análisis en estado dinámico ha tomado una importancia marcada en los últimos años en el diseño de procesos, puesto que se ha encontrado que, en general, los nuevos diseños generados llegan a ser mucho más eficientes si se han considerado en la etapa de diseño de detalle los efectos que tienen las decisiones que allí se toman sobre la contabilidad del proceso. A través de simulaciones dinámicas es posible monitorear el comportamiento que tienen las principales variables del proceso al ser sometidas a perturbaciones propias de la operación normal de la planta.

El comportamiento que tiene un proceso en el tiempo está sujeto a la manera en que se apliquen entradas al sistema y naturaleza. El estudio de las características dinámicas de un proceso permite determinar cuál es su mejor estrategia de control teniendo en cuenta, entre otras cosas, que muchos de los sistemas presentes en la ingeniería química son altamente no lineales. El reto del control de procesos radica en que la mayoría de las ocasiones hay una dependencia de la respuesta del proceso con respecto al tiempo, y las variables del proceso (o de respuesta) experimentan un tiempo de respuesta. Dicha dependencia con respecto al tiempo es lo que se conoce como la dinámica del proceso, y es necesario conocerla antes de abordar el problema del control de un proceso (Gil et al., 2011).

## 4.2 CONTROL RETROALIMENTADO

El control retroalimentado es utilizado en el presente trabajo por su sencillez y versatilidad; en este algoritmo de control se busca mantener una variable controlada en el valor deseado ajustando una variable manipulada de acuerdo con el valor que se calcule del error. La ventaja fundamental del control por retroalimentación está en que compensa cualquier perturbación que se presente en el proceso, y la principal desventaja es que la acción de control solo se ejecuta cuando la perturbación y la consecuente desviación se han prolongado en el proceso (Gil et al., 2011). Cada uno de los elementos del lazo de control tiene una incidencia definitiva en el desempeño del controlador (Ver Figura 4.1). En particular, el elemento final de control determina la efectividad con la que se pueda corregir la desviación que se pueda presentar en el proceso.

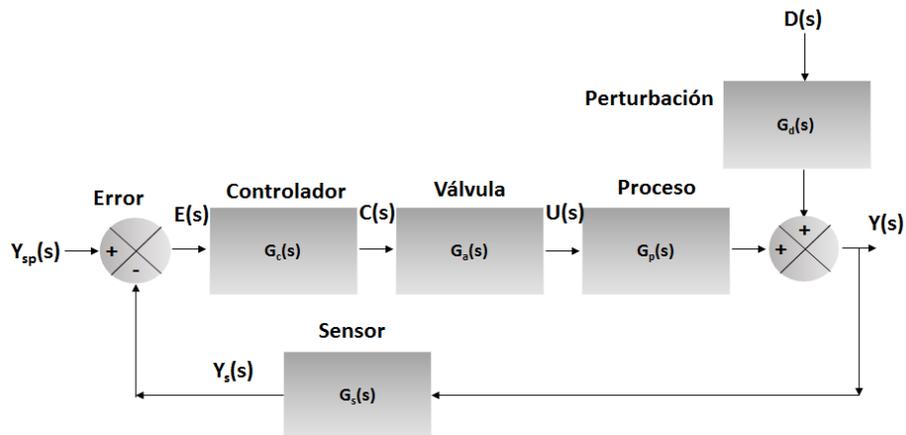


Figura 4.1 Diagrama de bloques de un lazo de control retroalimentado.

Existen tres tipos básicos de controladores retroalimentados: (1) proporcional, (2) proporcional- integral, y (3) proporcional-integral-derivativo (Stephanopoulos, 1984).

#### 4.2.1 CONTROLADOR PROPORCIONAL

Sea  $p(t)$  la señal real a la salida de un controlador (una señal de presión en un controlador neumático; una señal eléctrica para el caso de un controlador electrónico) y sea  $p_s$  su constante cuando  $\varepsilon(t)$  es cero. Entonces el controlador retroalimentado proporcional opera de acuerdo a:

$$p(t) = K_c \varepsilon(t) + p_s \quad (4.1)$$

La desviación de  $p$  de su valor  $p_s$  es la señal de control, por ejemplo:

$$c(t) = p(t) - p_s = K_c \varepsilon(t) \quad (4.2)$$

Así que la señal emitida de este controlador actúa directamente proporcional al error observado, por ello su nombre. La transformada de Laplace de la ecuación anterior esta dada a continuación.

$$c(s) = K_c \varepsilon(s) \quad (4.3)$$

Identificando la función de transferencia de un controlador proporcional como:

$$g_c(s) = K_c \quad (4.4)$$

El parámetro característico de este controlador  $K_c$  es el llamado la ganancia proporcional (Cabrera, 2006).

#### 4.2.2 CONTROLADOR PROPORCIONAL-INTEGRAL (PI)

En este caso,  $p(t)$  esta dado por:

$$p(t) = K_c \left[ \varepsilon(t) + \frac{1}{\tau_i} \int_0^t \varepsilon(t) dt \right] + p_s \quad (4.5)$$

El cual contiene una parte proporcional así como una parte integral del error sobre el tiempo. Tomando la transformada de Laplace, se obtiene:

$$c(s) = K_c \left[ 1 + \frac{1}{\tau_i s} \right] \varepsilon(s) \quad (4.6)$$

Así que la función de transferencia para un controlador PI es:

$$g_c(s) = K_c \left[ 1 + \frac{1}{\tau_i s} \right] \quad (4.7)$$

El parámetro adicional  $\tau_i$  se llama tiempo integral (Cabrera, 2006).

### 4.2.3 CONTROLADOR PROPORCIONAL-INTEGRAL-DERIVATIVO (PID)

Para este tipo de controlador la ecuación de operación es:

$$p(t) = K_c \left[ \varepsilon(t) + \frac{1}{\tau_i} \int_0^t \varepsilon(t) dt + \tau_D \frac{d\varepsilon}{dt} \right] + p_s \quad (4.8)$$

Y con la transformada de Laplace obtenemos:

$$c(s) = K_c \left[ 1 + \frac{1}{\tau_i s} + \tau_D s \right] \varepsilon(s) \quad (4.9)$$

Entonces la función de transferencia para un controlador PID es:

$$g_c(s) = K_c \left[ 1 + \frac{1}{\tau_i s} + \tau_D s \right] \quad (4.10)$$

El parámetro  $\tau_D$  es llamado constante de tiempo derivativo (Cabrera, 2006).

## 4.3 CRITERIOS DE DESEMPEÑO

Incluso cuando detalles específicos son considerados en un desempeño aceptable varían de individuo en individuo, existen algunos principios generales que aplican universalmente. En un sistema a lazo cerrado efectivo, por ejemplo, se espera que sea estable y ser capaz de causar en el sistema una salida que alcance el punto de ajuste deseado. Además, la salida del sistema para alcanzar el punto de ajuste deseado no deberá ser muy oscilatoria ni muy lenta.

En base a lo anteriormente mencionado existen tres criterios por los cuales el desempeño de sistemas a lazo cerrado puede ser estudiado en general:

- Criterios de estabilidad
- Criterios de estado estacionario
- Criterios de respuesta dinámica

De estos criterios, los dos primeros son muy fáciles de especificar: la única especificación razonable es que el sistema sea estable; también, el criterio clave del estado estable es que exista o no un pequeño offset. Los criterios de la tercera clase especifican como el sistema responde bajo un control a lazo cerrado.

El diseñador del sistema de control debe decidir cual tipo de respuesta es la “mejor” para cualquier problema en particular. Para ayudar a esta decisión, algunos criterios matemáticos precisos pueden ser especificados.

Existen además criterios del desempeño “de tiempo integral” que pueden ser empleados para optimizar la elección de los parámetros de control. El más común de estos involucra la minimización de las funciones de tiempo integral de  $\varepsilon(t) = y_d - y$ . Existen varios criterios de minimización del error, los cuales se muestran a continuación (Cabrera, 2006):

1. Integral absoluta del error (IAE)

$$IAE = \int_0^{\infty} |\varepsilon(t)| dt \quad (4.11)$$

2. Integral Cuadrada del error (ISE)

$$ISE = \int_0^{\infty} \varepsilon^2(t) dt \quad (4.12)$$

3. Integral absoluta del error ponderada con el tiempo (ITAE)

$$ITAE = \int_0^{\infty} t |\varepsilon(t)| dt \quad (4.13)$$

4. Integral cuadrada del error ponderada con el tiempo (ITSE)

$$ITSE = \int_0^{\infty} t \varepsilon^2(t) dt \quad (4.14)$$

#### 4.4 SELECCIÓN DEL TIPO DE CONTROLADOR

Basado en un análisis teórico de las respuestas dinámicas en estado transitorio, se presenta el siguiente resumen con las características más destacadas de los controladores retroalimentados clásicos (Cabrera, 2006).

- **Controlador proporcional:** acelera la respuesta del sistema de control pero deja un offset de estado estacionario para todos los procesos con excepción de los procesos de capacidad pura.
- **Controlador proporcional-integral:** Elimina el offset pero la respuesta del sistema se vuelve más oscilatoria; la acción integral tiende a incrementar la tendencia hacia la inestabilidad a medida que  $K_c$  aumenta.

- **Controlador proporcional-integral-derivativo:** la acción integral elimina el efecto del ófset, y las oscilaciones normalmente introducidas como resultado pueden ser curvadas de alguna manera por la acción derivativa; la presencia de la acción derivativa tiende a amplificar los componentes el ruido en señales.

#### 4.5 ARREGLO DE GANANCIAS RELATIVAS (RGA)

La cantidad  $\lambda_{11}$  es conocida como ganancia relativa entre la salida  $y_1$  y la entrada  $m_1$  y proporciona una medida de la influencia de las interacciones del proceso cuando  $m_1$  es usada para controlar  $y_1$ . Aun cuando introducimos este concepto en un sistema de 2x2, puede ser generalizado para cualquier otro sistema multivariable de dimensión arbitraria.

Definamos a  $\lambda_{ij}$  como la ganancia relativa entre la variable de salida  $y_i$  y la variable de entrada  $m_j$  y siendo esta la razón de las dos ganancias de estado estacionario se tiene (Cabrera, 2006):

$$\lambda_{ij} = \frac{\left(\frac{\partial y_i}{\partial m_j}\right)_{\text{todos los lazos abiertos}}}{\left(\frac{\partial y_i}{\partial m_j}\right)_{\text{todos los lazos cerrados con excepción del lazo } m}} \quad (4.15)$$

O en otras palabras:

$$\lambda_{ij} = \left[ \frac{\text{ganancia a lazo abierto}}{\text{ganancia a lazo cerrado}} \right] \text{ para el lazo } i \text{ bajo el control de } m_j \quad (4.16)$$

Cuando la ganancia relativa es calculada para todas las combinaciones de entradas/salidas de un sistema multivariable, y los resultados son presentados en un arreglo de la siguiente forma:

$$\Lambda = \begin{bmatrix} \lambda_{11} & \lambda_{12} & \cdots & \lambda_{1n} \\ \lambda_{21} & \lambda_{22} & \cdots & \lambda_{2n} \\ \cdots & \cdots & \cdots & \cdots \\ \lambda_{n1} & \lambda_{n2} & \cdots & \lambda_{nm} \end{bmatrix} \quad (4.17)$$

El resultado es conocido como el arreglo de ganancias relativas (RGA) o el arreglo de Bristol. El RGA fue primeramente introducido por Bristol (1966) y se ha convertido el método más ampliamente usado de medición de interacciones.

##### 4.5.1 PROPIEDADES DEL RGA

A continuación se numeran algunas de las propiedades más relevantes del RGA, útiles en el estudio y cuantificación de las interacciones de lazos de control de sistemas multivariables.

- I. Los elementos del RGA a lo largo de cualquier fila o columna suman 1.

$$\sum_{i=1}^n \lambda_{ij} = \sum_{j=1}^n \lambda_{ij} = 1 \quad (4.18)$$

- II.  $\lambda_{ij}$  es adimensional; por lo tanto, ni las unidades ni los valores absolutos realmente tomados por las variables  $m_j$  o  $y_i$  lo afectan.
- III. El valor de  $\lambda_{ij}$  es una medida de la interacción del estado estacionario en el  $i$ -ésimo lazo del sistema multivariable si su salida  $y_i$  esta apareada con  $m_j$ ; en particular,  $\lambda_{ij} = 1$  implica que  $m_j$  afecta a  $y_i$  sin interactuar con algún otro lazo de control. De la misma manera  $\lambda_{ij} = 0$ , implica que  $m_j$  absolutamente no tiene efecto en  $y_i$ .
- IV. Sea  $K_y^*$  la representación de la ganancia de estado estacionario del lazo  $i$  cuando todos los demás lazos (con excepción de éste) están cerrados. Por definición de  $\lambda_{ij}$ , se observa que:

$$K_y^* = \frac{1}{\lambda_y} K_y \quad (4.19)$$

Con lo siguiente, existe una importante implicación:  $1/\lambda_y$  nos dice porque factor la ganancia a lazo abierto entre la salida  $y_i$  y la entrada  $m_j$  será alterada cuando los otros lazos estén cerrados.

- V. Cuando  $\lambda_{ij}$  es negativo, es indicativo de una situación en la cual el lazo  $i$ , con todos los demás lazos abiertos, producirá un cambio en  $y_i$  como respuesta a un cambio en  $m_j$  totalmente opuesto en dirección a éste cuando los otros lazos estén cerrados. Tales apareamientos entrada/salida son potencialmente inestables y deben ser evitados (Cabrera, 2006).

#### 4.5.2 APAREMIENTOS DE LAZOS USANDO RGA

Con el propósito de interpretar adecuadamente el elemento  $\lambda_{ij}$  del RGA es conveniente clasificar todos los posibles valores que puede tomar en cinco categorías, y en cada caso, investigar las implicaciones para la interacción del lazo, y lo que tales implicaciones sugieren para el mejor apareamiento de entradas/salidas (Cabrera, 2006).

- $\lambda_{ij} = 1$ , indica que la ganancia a lazo abierto entre  $y_i$  y  $m_j$  es idéntica a la ganancia a lazo cerrado:
  - **Implica que para la interacción del lazo:** el lazo  $i$  no será sujeto a acción recíproca de otros lazos de control.
  - **Recomendación de apareamiento:** aparear  $y_i$  con  $m_j$  será por lo tanto ideal.
- $\lambda_{ij} = 0$ , indica que la ganancia a lazo abierto entre  $y_i$  y  $m_j$  es cero.

- **Implicación:**  $m_j$  no tiene influencia directa sobre  $y_i$  (aun cuando puede afectar a otras variables de salida).
- **Recomendación:** no aparear  $y_i$  con  $m_j$ , el apareamiento de  $m_j$  con algún otro lazo será ventajoso, ya que estamos seguros que  $y_i$  será inmune a la interacción de este lazo.
- $0 < \lambda_{ij} < 1$ , indica que la ganancia a lazo abierto entre  $y_i$  y  $m_j$  es más pequeña que la ganancia a lazo cerrado:
  - **Implicación:** ya que la ganancia de lazo cerrado es la suma de la ganancia de lazo abierto y el efecto recíproco con otros lazos, los lazos están interactuando pero lo hacen de manera que el efecto recíproco con otros lazos esta en la misma dirección como el efecto de  $m_j$  sobre  $y_i$ . A medida que  $\lambda_{ij}$  se aproxima a 1, los efectos del apareamiento entre  $y_i$  y  $m_j$  son más fuertes que las interacciones de los otros lazos.
  - **Recomendación:** de ser posible, evitar el apareamiento de  $y_i$  con  $m_j$  cuando sea  $\lambda_{ij} < 0.5$ .
- $\lambda_{ij} < 1$ , indica que la ganancia a lazo abierto entre  $y_i$  y  $m_j$  es más grande que la ganancia a lazo cerrado:
  - **Implicación:** los lazos interactúan, y el efecto recíproco de otros lazos actúa en oposición al efecto principal de  $m_j$  sobre  $y_i$ , pero el efecto principal aun es el dominante. Esto puede causar inestabilidad en el lazo  $i$  cuando otros lazos estén abiertos.
  - **Recomendación:** entre más grande sea el valor de  $\lambda_{ij}$  mayor será la oposición que experimenta  $m_j$  de otros lazos en el intento de controlar  $y_i$ ; por lo tanto, cuando sea posible, no aparear  $m_j$  con  $y_i$  si  $\lambda_{ij}$  toma un valor muy grande.
- $\lambda_{ij} < 0$ , indica que la ganancia a lazo abierto y la ganancia a lazo cerrado entre  $y_i$  y  $m_j$  tienen signos opuestos:
  - **Implicación:** los lazos interactúan, y el efecto recíproco de otros lazos no es sólo opuesto al efecto principal de  $m_j$  sobre  $y_i$  sino que es más dominante. Es una situación potencialmente peligrosa porque la abertura de otros lazos causaría al lazo  $i$  que se volviera inestable.
  - **Recomendación:** ya que el efecto recíproco que  $m_j$  provoca de otros lazos en oposición, y que de hecho lo disminuya, a su principal efecto sobre  $y_i$ , evitar el apareamiento de  $m_j$  con  $y_i$ .

#### 4.5.3 REGLAS DE APAREAMIENTO DEL RGA

En base a lo revisado hasta este momento podemos definir que la solución ideal ocurre cuando el RGA toma la forma:

$$\Lambda = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & \cdots & 0 \\ 0 & 1 & 0 & \cdots & 0 \\ 0 & 0 & 1 & \cdots & 0 \\ \cdots & \cdots & \cdots & \cdots & \cdots \\ 0 & 0 & 0 & \cdots & 1 \end{bmatrix} \quad (4.20)$$

En cada fila y en cada columna está contenido uno y solamente un valor no negativo cuyo valor es la unidad. Es fácil aparear las variables de entrada y la salida bajo estas circunstancias.

En la presencia de casos más comunes no ideales, existen las siguientes reglas publicadas originalmente por Bristol (1966) las cuales deben ser usadas:

REGLA 1:

Aparear las variables de entrada y salida que tengan elementos positivos del RGA que sean los más cercanos a 1.0

Aun cuando la regla número 1 de apareamiento es suficiente en la mayoría de los casos, a menudo es necesario (especialmente con sistemas de 3x3 y dimensión superior) el usar esta regla en conjunción con las consideraciones de estabilidad propuestas por Niederlinski (1971) y después modificadas por Grosdibier (1985).

REGLA 2:

Cualquier apareamiento es inaceptable si es encaminado a una configuración de control para la cual el índice de Niederlinski es negativo.



## CAPÍTULO 5

# METODOLOGÍA

## 5.1 PREÁMBULO

Analizar el comportamiento dinámico de las alternativas seleccionadas ayuda a definir su aplicabilidad; el análisis de control de proceso completa la generación de alternativas y síntesis, en muchos casos es esencial para resaltar algunos inconvenientes de diseño. Para llevar a cabo con éxito la simulación dinámica en control a lazo cerrado de la columna de destilación extractiva, cierta metodología tiene que ser determinada, es decir, para la derivación de la secuencia óptima en términos de control, se tomaron en consideración varias fases de simulación y un análisis posterior de los resultados arrojados.

## 5.2 CASO DE ESTUDIO

Esta sección presenta las secuencias consideradas para el análisis dinámico a lazo cerrado. Secuencias que recientemente se han propuestos en el grupo de los profesores Ben-Guang Rong y Massimilano Errico (2012), con esquemas de ahorro de energía.

La primera secuencia analizada (Ver Figura 5.1), pertenece a la categoría de las secuencias de intensificación y se compone de dos columnas (SDC). El prefraccionador seguido de la columna de destilación extractiva con una corriente lateral. En la columna extractiva, se obtiene bioetanol en la parte superior, el disolvente (glicerol) se recupera en la parte inferior y la corriente lateral de vapor contiene una mezcla de agua y etanol, que se recicla a la prefraccionador.

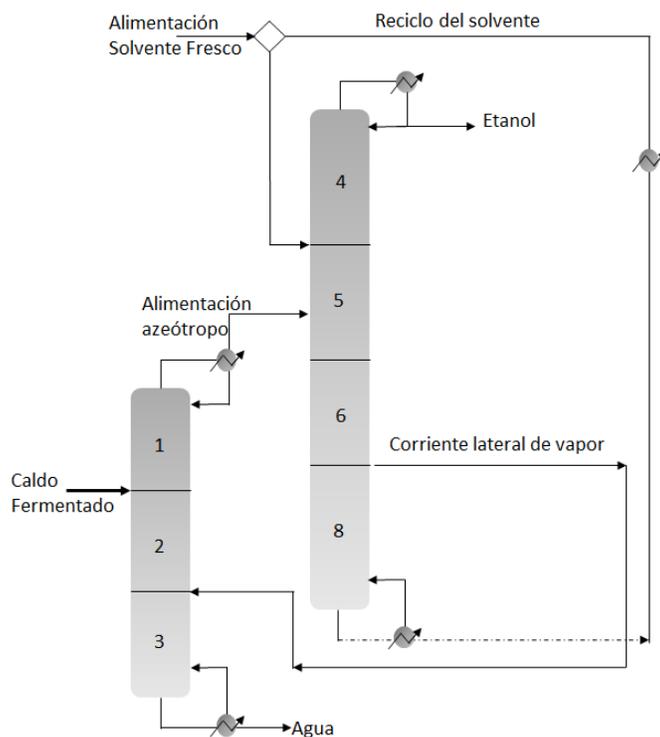


Figura 5.1 Secuencia de dos columna con corriente de vapor lateral (SDC-A).



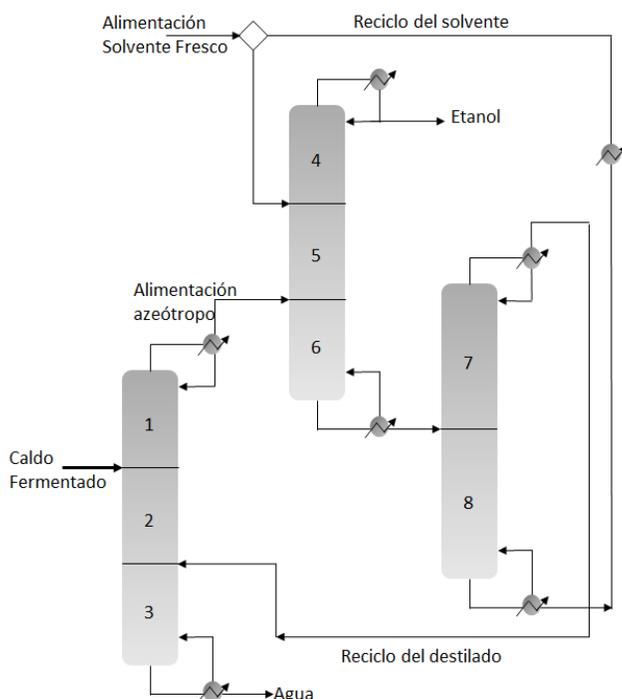


Figura 5.3 Secuencia de separación convencional tres columnas con el disolvente vapor de reciclaje (STCV-A).

La sexta secuencia consiste en una columna de pared divisoria (DWCL), en la cual una corriente líquida que contiene agua y etanol, se recicla a la primera columna; el etanol se obtiene como destilado de la columna principal, mientras que el disolvente (etilenglicol) se recupera en los fondos (Ver Figura 5.4).

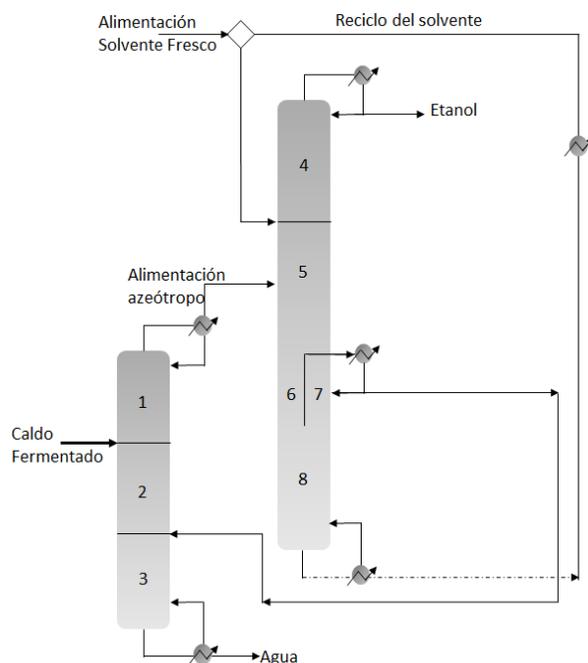


Figura 5.4 Secuencia de separación de pared divisoria con corriente lateral fase líquida. (DWCL).

La séptima secuencia (DWCV) es similar a la anterior, pero se obtiene la mezcla reciclada de etanol-agua en fase de vapor (Ver Figura 5.5).

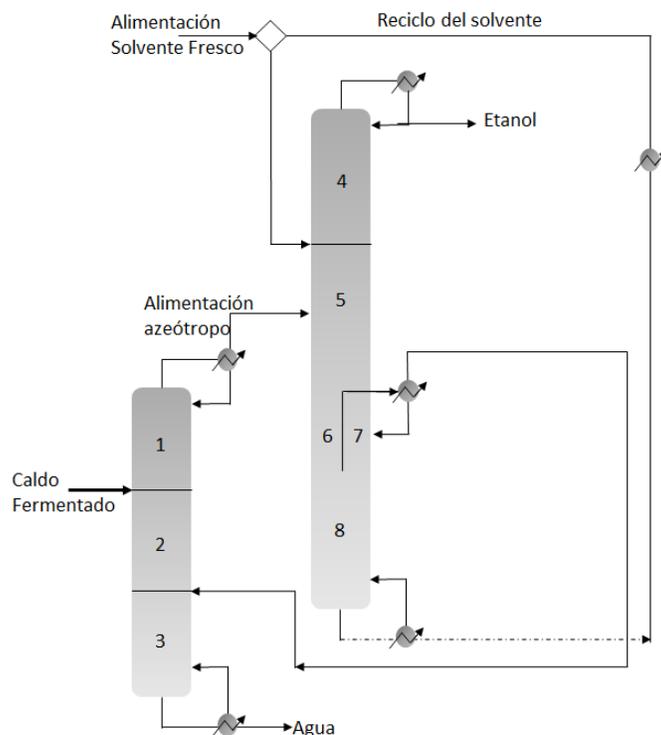


Figura 5.5 Secuencia de separación de pared divisoria con corriente lateral fase vapor. (DWCV).

## 5.3 METODOLOGÍA PARA EL ANÁLISIS DINÁMICO A LAZO CERRADO

### 5.3.1 SINTONIZACIÓN DE CONTROLADORES PI

Para la sintonización de los controladores PI, se trabaja sobre los archivos dinámicos de Aspen Dynamics®, los lazos a sintonizar son los que indica la heurística sobre el lazo más cercano a nuestra variable en cuestión (Ver Figura 5.7), es decir, para este estudio se ajustó la pureza del etanol con el reflujo en todas las secuencias y la pureza del agua varió dependiendo de la secuencia, ya sea con el reflujo o con el flujo de la corriente lateral. Se presenta el algoritmo en la Figura 5.6.

Los controladores proporcional integral son sintonizados usando el criterio de sintonización de minimización del IAE de acuerdo al siguiente procedimiento:

- I. Se fija un valor para la ganancia de proceso  $K_c$ .
- II. Se asigna un valor para la constante de tiempo integral  $\tau_i$ .
- III. Se implementa un cambio de set point en la composición de interés, en el caso del etanol fue negativo debido a las altas purzas que se obtienen por encima de 0.999,

se dejó negativo para el agua también, regularmente la perturbación fue de 1% en las purezas de las salidas.

- IV. Se corre la simulación el tiempo necesario para que se logre el set point y se toma el valor del IAE correspondiente.
- V. Se varía el valor del tiempo integral las veces necesarias hasta obtener un IAE mínimo para dicha ganancia, se elabora una gráfica de  $T_i$  vs IAE la cual presenta una curva con el valor mínimo del IAE con respecto al  $T_i$ , para esa ganancia fija.
- VI. Teniendo el  $\tau_i$  óptimo para la ganancia fijada, ahora se varía el valor de la ganancia y de igual manera se obtiene el tiempo integral óptimo que minimice el IAE.
- VII. Del conjunto de óptimos del IAE a las diferentes ganancias se obtiene el óptimo global con el mínimo IAE general, de este óptimo se tienen los parámetros óptimos de los controladores PI.
- VIII. Para los casos en las que la curva muestra un comportamiento asintótico y no es posible determinar un mínimo global de los diferentes parámetros, se tomó un punto tal que la disminución del IAE con respecto al aumento de la ganancia dejara de ser significativa y en muchos casos se llegó al valor máximo de la ganancia como valor límite en este estudio de 250 y se tomó el valor mínimo de IAE de esta ganancia como el óptimo, puesto que seguía disminuyendo al aumentar la ganancia.

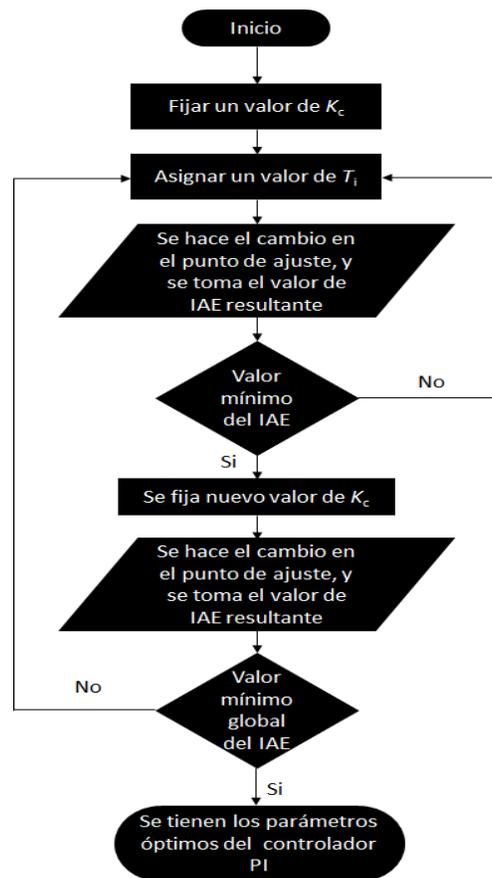


Figura 5.6. Diagrama de flujo para la sintonización y obtención de los parámetros óptimos del controlador PI.

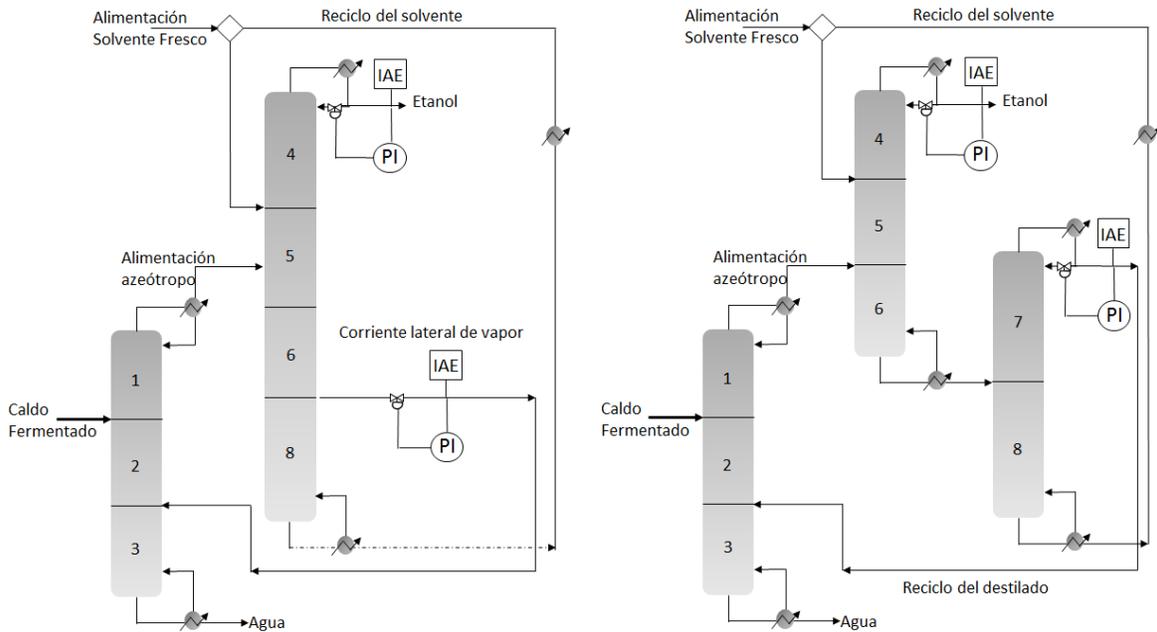


Figura 5.7. Apareamiento convencional de los lazos de control para los 2 componentes a analizar en (SDC) y (STCL).

### 5.3.2 APAREAMIENTO DE LAZOS MEDIANTE LA TÉCNICA DE RGA

El cálculo del RGA se hace usando las ganancias obtenidas en Aspen Plus®, y los datos obtenidos son procesados en Excel® para obtener la nueva matriz de las ganancias relativas.

- I. Se simula en Aspen Dynamics® en estado estacionario, lo primero será registrar la pureza de cada una de las salidas de las columnas para el agua, etanol, disolvente y agua de deshidratación.
- II. Se perturba el reflujo y la carga térmica de las columnas en un 1%, esto se hace de una por una manteniendo las tres restantes constantes, y se registran las purezas de las salidas del componente correspondiente a cada corriente.
- III. Una vez obtenidas las purezas correspondientes a las 4 perturbaciones, se arma la matriz de ganancias G (Ver ecuación 5.2). Esto es restando el valor de la pureza perturbada menos el valor inicial y normalizada dividiendo por la perturbación y la abertura de la válvula, para este caso en particular, dividiendo entre 0.05 (Ver ecuación 5.2).

$$G = \begin{matrix} G_{11} & G_{12} & G_{13} & G_{14} \\ G_{21} & G_{22} & G_{23} & G_{24} \\ G_{31} & G_{32} & G_{33} & G_{34} \\ G_{41} & G_{42} & G_{43} & G_{44} \end{matrix} \quad (5.1)$$

$$G_{11} = \frac{x_{new} - x_{old}}{\left(\frac{1}{2}\right)\Delta x} \quad (5.2)$$

Donde:

$X_{old}$ =composición original de la corriente de salida.

$X_{new}$ =composición de la corriente de salida al perturbar el reflujo o la carga térmica.

$\Delta x$ = Valor de la perturbación.

- IV. De la matriz  $G$ , se obtiene su inversa seguidamente de su transpuesta,  $(G^{-1})^T$ .
- V. Obtenemos el productor Schur de estas dos matrices ( $G \cdot (G^{-1})^T$  esta operación es una multiplicación de punto a punto de cada elemento de las matrices), para obtener la matriz de ganancias relativas,  $\Lambda$ .
- VI. De los valores de las ganancias relativas obtenidas se aplica el siguiente criterio: en la primer fila se tienen los valores correspondientes a la corriente de salida de etanol, se toma el mayor valor positivo de la columna para ver con que acción se cerrará el lazo; así se va de columna en columna y se toma el mayor valor, si es que se llega a tener el valor mayor en la misma fila se toma el siguiente valor para tener así un valor correspondiente a cada fila y columna; por ejemplo en el caso de la ecuación 5.3, el etanol se cierra con el reflujo de la columna 1, y así correspondientemente.

$$\Lambda = \begin{bmatrix} G_{11} & G_{12} & G_{13} & G_{14} \\ G_{21} & G_{22} & G_{23} & G_{24} \\ G_{31} & G_{32} & G_{33} & G_{34} \\ G_{41} & G_{42} & G_{43} & G_{44} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} x_{etanol} \\ x_{agua\ purificación} \\ x_{glicerol/glicol} \\ x_{agua} \end{bmatrix} \quad (5.3)$$

$$\begin{bmatrix} R_1 \\ F_1 \\ Q_2 \\ Q_1 \end{bmatrix}$$

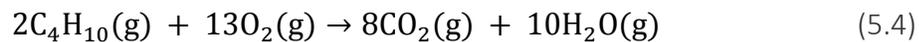
#### 5.4 METODOLOGÍA PARA OBTENER EL CO<sub>2</sub> EMITIDO POR CADA SECUENCIA

El costo de operación, el control, el gasto energético y la emisión de CO<sub>2</sub> son los parámetros que se valoran para encontrar la secuencia óptima; el caso ideal para elegir una secuencia es tener el mínimo costo de operación, mejor control, menor gasto energético y menores emisiones de CO<sub>2</sub>, pero en el caso de no ser así se vuelve un problema de discernir y darle un peso específico a lo que es más conveniente.

Para tener una cuantificación de la emisión de CO<sub>2</sub> se usa el siguiente procedimiento

- I. Obtener en Aspen Plus® el gasto energético de cada rehervidor, esto haciendo correr la simulación y en los resultados arrojados de cada columna se registra la carga térmica del rehervidor; al tener todas las cargas térmicas de cada columna se suman para obtener el gasto energético global [cal/s].
- II. En este caso se supone que el calor es generado por gas butano; se buscó el poder calorífico de esta sustancia, el cual es 11'864,669.9 [cal/kg]; ya con este dato se dividió el gasto energético entre el poder calorífico para obtener el valor del flujo másico [kg/s].

- III. Se determina la cantidad de CO<sub>2</sub> por medio de la reacción de combustión completa del gas butano (Ver ecuación 5.4), es necesario hacer la conversión a [moles/s] ya con este valor y con la relación estequiométrica de la reacción se puede obtener el CO<sub>2</sub> emitido en [kg/s].



- IV. Se realizan las conversiones pertinentes para tener [ton/h].



## CAPÍTULO 6

## RESULTADOS

## 6.1 PREÁMBULO

En este capítulo se revisarán todos los resultados obtenidos para las secuencias en cuestión en estado dinámico. El desempeño dinámico de las columnas de destilación extractiva incluye la sintonización a lazo cerrado y apareamiento de lazos mediante la técnica del RGA. Un análisis comparativo del IAE es presentado entre el lazo heurístico y el propuesto por el RGA.

## 6.2 SINTONIZACIÓN A LAZO CERRADO MÉTODO HEURÍSTICO (LAZO LV)

En la Figura 6.1 se puede apreciar los apareamientos convencionales de los lazos de control que se estudiaron en esta sección, para ser sintonizados con un controlador PI.

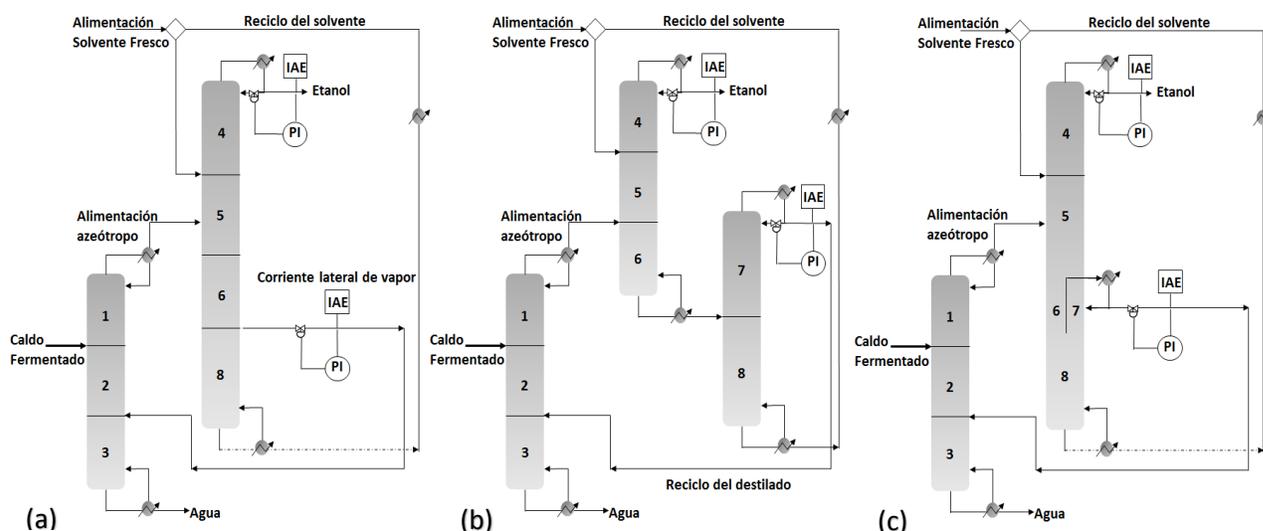


Figura 6.1. Lazos de control heurísticos para la secuencias, (a) Lazo etanol-Reflujo, Lazo agua-Flujo de corriente lateral; (b) Lazo etanol-Reflujo, Lazo agua-Reflujo; (c) Lazo etanol-Reflujo, Lazo agua-Flujo de corriente lateral.

### 6.2.1 SECUENCIA DE DOS COLUMNAS CON GLICEROL COMO DISOLVENTE (SDC)

Las salidas del etanol y del agua resultante de la columna extractiva fueron los casos de estudio de control a lazo cerrado para todas las secuencias.

#### 6.2.1.1 ETANOL

En la Tabla 6.1 se muestran los valores mínimos de IAE, junto con las ganancias y el tiempo integral correspondientes al lazo del etanol.

En los resultados obtenidos de la simulación se puede ver un comportamiento asintótico de la curva (Ver Figura 6.3), como se mencionó anteriormente el valor máximo de ganancia que se considera como límite para este trabajo es el de 250.

En la Figura 6.2 se muestran todas curvas generadas en el proceso, esta ayuda a identificar el comportamiento de los tres parámetros y detectar la ganancia que obtenga el IAE mínimo. Los mismos gráficos fueron generados para todas las secuencias, el procedimiento fue el mismo para todo el estudio.

El valor IAE mínimo resultante es de 0.00857090 para este lazo, este al compararlo con el mínimo global de las otras secuencias ayudará a decidir cuál es la mejor secuencia en términos de control.

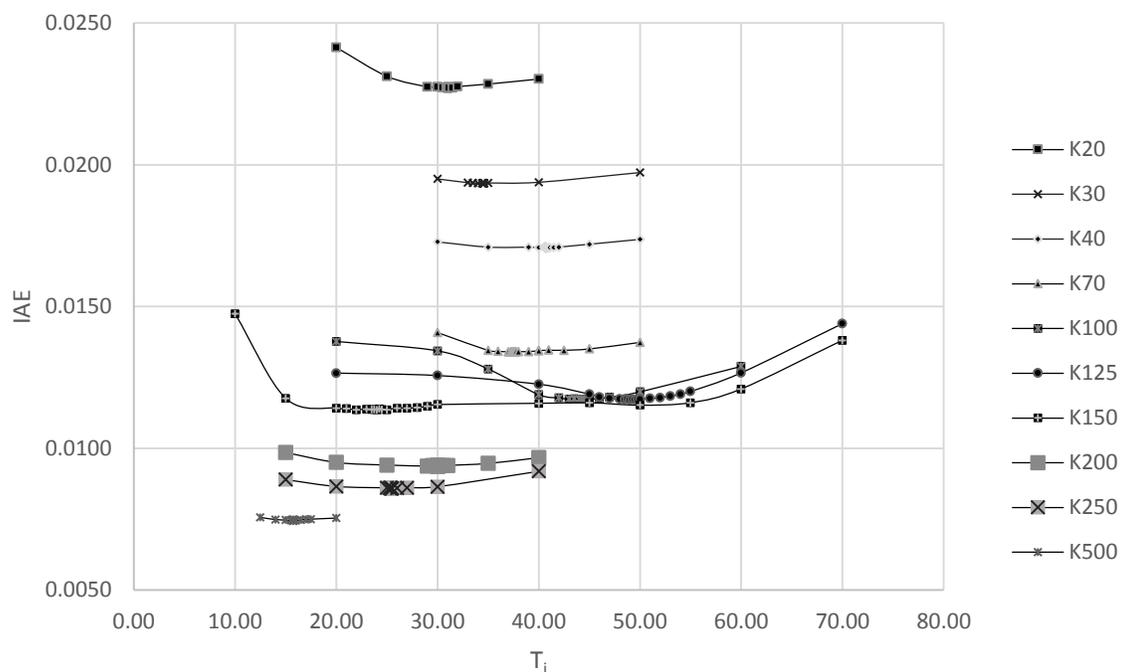


Figura 6.2. Valores de  $T_i$  graficados contra los IAE mínimos (SDC) etanol.

Tabla 6.1. Valores mínimos de IAE obtenidos para la SDC lazo etanol.

$K_c$	$T_i$	IAE
10	19.68	0.02818660
20	31.04	0.02271601
30	34.52	0.01934375
40	40.70	0.01704578
70	37.57	0.01340385
100	44.23	0.01172974
125	49.50	0.01171432
150	24.00	0.01135996
200	30.01	0.00936782
250	25.40	0.00857090
500	15.75	0.00743661

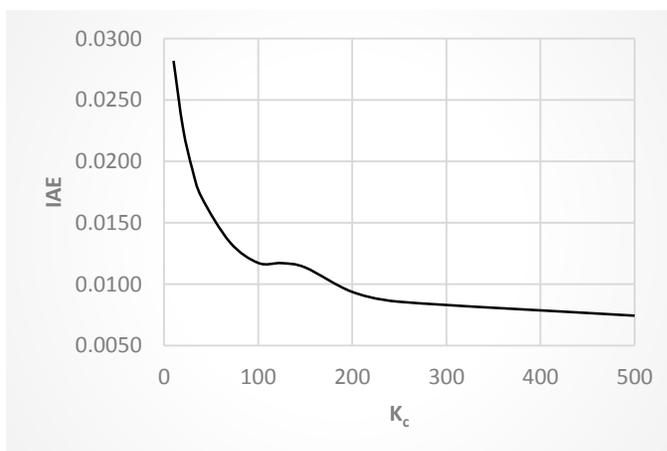


Figura 6.3. Valores de las ganancias graficados contra los IAE mínimos (SDC) etanol.

### 6.2.1.2 AGUA

Para este lazo los resultados se muestran en la Tabla 6.2. Las ganancias por encima del valor de 50 no logran estabilizar el proceso, se hizo la simulación en acción directa e indirecta y para ambas se obtienen respuestas de oscilación constante o errores de simulación.

Tabla 6.2. Valores mínimos de IAE obtenidos para la SDC lazo agua.

$K_c$	$T_i$	IAE
10	3.00	7.49136E-04
25	3.00	4.9091E-04
50	19.00	0.00298349

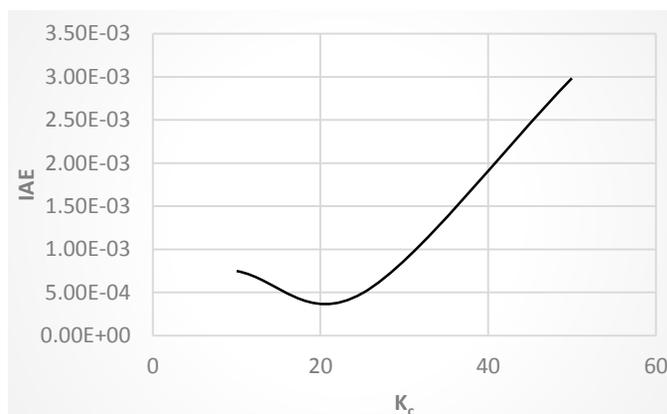


Figura 6.4. Valores de las ganancias graficados contra los IAE mínimos (SDC) agua.

### 6.2.2 SECUENCIA DE DOS COLUMNAS CON ETILENGLICOL COMO DISOLVENTE (SDCA)

#### 6.2.2.1 ETANOL

Se hizo el estudio para varios valores de  $K_c$  entre el rango de 10 a 250, pero en esta secuencia sólo se logró estabilizar el lazo con el valor de la ganancia de 20 (Ver Tabla 6.3); en los demás valores fijados de  $K_c$  el comportamiento de la composición respecto al tiempo oscilaba contantemente sin lograr estabilizar.

Tabla 6.3. Valores mínimos de IAE obtenidos de para la SDCA lazo etanol.

$K_c$	$T_i$	IAE
20	68.00	0.014097702

#### 6.2.2.2 AGUA

En el estudio realizado se sintonizó el controlador de cada lazo de forma independiente, bajo este criterio utilizado en este trabajo el lazo no se logró estabilizar en ningún valor el sistema, se perturbó el sistema con diferentes porcentajes hasta llegar al de 0.1% y ni con este valor se logró la respuesta del sistema. Se sabe que bajo el criterio de sintonizar los controladores de manera simultánea se obtiene la respuesta del sistema en los valores óptimos de ganancia y tiempo integral.

### 6.2.3 SECUENCIA DE TRES COLUMNAS SALIDA DEL RECICLO EN FASE VAPOR CON GLICEROL COMO DISOLVENTE (STCV)

#### 6.2.3.1 ETANOL

Para este lazo la ganancia con el valor mínimo de IAE es de 250, los resultados se muestran en la Tabla 6.4, la Figura 6.5 muestra un comportamiento de disminución muy pequeña y periódica del IAE conforme se aumenta la ganancia.

Tabla 6.4. Valores mínimos de IAE obtenidos para la STCV lazo etanol.

$K_c$	$T_i$	IAE
10	14.31	0.02539527
25	20.51	0.01816176
50	29.25	0.01366413
75	37.50	0.01167320
100	45.00	0.01058425
125	50.00	0.01016236
150	49.80	0.01018396
175	36.00	0.01012333
200	25.50	0.00953030
225	22.00	0.00902198
250	22.76	0.00867586
500	15.50	0.00763358

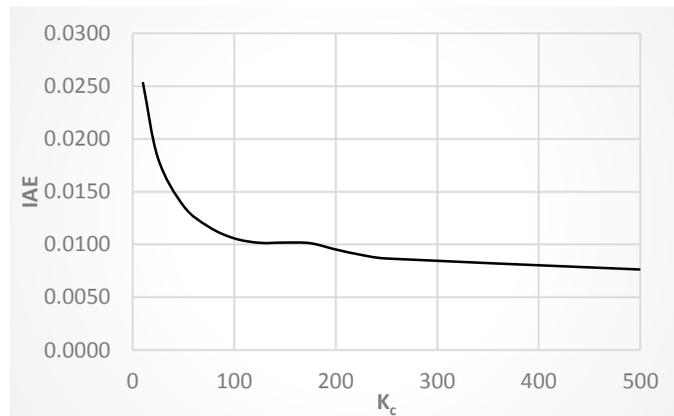


Figura 6.5. Valores de las ganancias graficados contra los IAE mínimos (STCV) etanol.

#### 6.2.3.2 AGUA

El estudio de este lazo mostró que valor mínimo de IAE lo obtenemos con la ganancia de 175 al obtener el IAE mínimo de todos los valores resultantes (Ver Tabla 6.5). En la Figura 6.6 podemos observar valor mínimo en la curva, el cual corresponde al  $K_c$  de 175.

Tabla 6.5. Valores mínimos de IAE obtenidos para la STCV lazo agua.

$K_c$	$T_i$	IAE
10	1.75	0.006475392
50	5.75	0.004270707
75	8.25	0.003847206
100	7.25	0.003074853
125	8.50	0.003008339
150	8.75	0.002900863
175	8.75	0.002797684
200	9.00	0.002871959
225	10.25	0.002958725
250	11.25	0.003010485

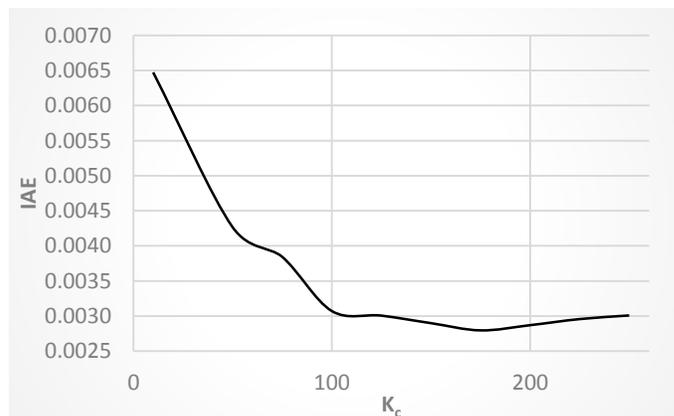


Figura 6.6. Valores de las ganancias graficados contra los IAE mínimos (STCV) agua.

## 6.2.4 SECUENCIA DE TRES COLUMNAS SALIDA DEL RECICLO EN FASE VAPOR CON ETILENGLICOL COMO DISOLVENTE (STCVA)

### 6.2.4.1 ETANOL

La ganancia de 250 es la que obtiene el mínimo IAE (Ver Tabla 5.6). En esta secuencia puede observar el comportamiento asintótico del IAE con respecto al  $K_c$ , siendo los últimos seis valores del IAE muy aproximados (Ver Figura 5.7).

Tabla 6.6. Valores mínimos de IAE obtenidos para la STCVA lazo etanol.

$K_c$	$T_i$	IAE
50	40.00	0.015646476
75	42.00	0.013115932
100	46.25	0.011906020
125	48.00	0.011226531
150	52.00	0.010883814
175	54.25	0.010790966
200	49.75	0.010711626
225	52.50	0.010552976
250	55.00	0.010519718
275	55.25	0.010595911

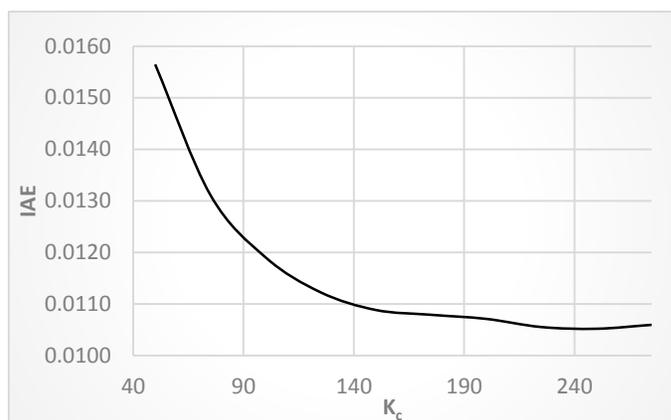


Figura 6.7. Valores de las ganancias graficados contra los IAE mínimos (STCVA) etanol.

### 6.2.4.2 AGUA

La ganancia de 150 obtiene 0.015901120 de IAE, que se representa como el mínimo de la secuencia (Ver Tabla 6.7). En la Figura 6.8 se logra observar una ligera curva en la cual, el mínimo valor corresponde al  $K_c$  de 150, confirmando el valor mínimo del estudio.

Tabla 6.7. Valores mínimos de IAE obtenidos para la STCVA lazo agua.

$K_c$	$T_i$	IAE
10	126.00	0.129413407
50	120.00	0.033158068
75	117.00	0.024152955
100	112.00	0.019100008
125	100.00	0.016730712
150	100.00	0.015901120
175	104.00	0.016071268
200	88.00	0.017183418
225	109.00	0.019399651
250	132.50	0.023531052

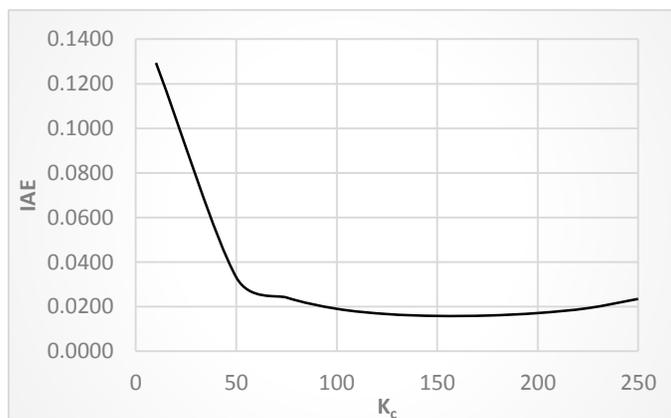


Figura 6.8. Valores de las ganancias graficados contra los IAE mínimos (STCVA) agua.

## 6.2.5 SECUENCIA DE TRES COLUMNAS SALIDA DEL RECICLO EN FASE LÍQUIDA CON ETILENGLICOL COMO DISOLVENTE (STCL)

### 6.2.5.1 ETANOL

La ganancia de 250 es la que obtiene el mínimo IAE (Ver Tabla 6.8), al igual que en algunas secuencias anteriores el comportamiento de IAE con respecto al  $K_c$  es asintótico con un ligero aumento en el valor de la ganancia de 275, por ello se elige el de 250 (Ver Figura 6.9).

Tabla 6.8. Valores mínimos de IAE obtenidos para la STCL lazo etanol.

$K_c$	$T_i$	IAE
50	39.00	0.015412537
75	40.00	0.012623059
100	45.00	0.011314248
125	49.50	0.010742910
150	50.50	0.010542646
175	53.00	0.010474260
200	53.75	0.010448235
225	48.00	0.010241354
250	51.25	0.010172300
275	52.00	0.010266740

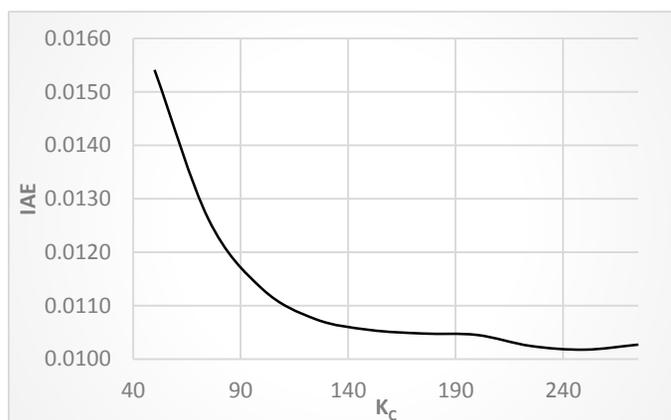


Figura 6.9. Valores de las ganancias graficados contra los IAE mínimos (STCL) etanol.

### 6.2.5.2 AGUA

La ganancia de 10 obtiene 0.050686177 de IAE, ésta es la elegida puesto que el tiempo integral también se limitó para este estudio a un valor de 150; y como se observa conforme se aumenta la ganancia sí disminuye el IAE, pero sobrepasa el límite elegido para este estudio del tiempo integral (Ver Tabla 6.9).

Tabla 6.9. Valores mínimos de IAE obtenidos para la STCL lazo agua.

$K_c$	$T_i$	IAE
10	139.75	0.050686177
15	156.75	0.040257193
20	155.50	0.035555720
25	158.75	0.033770395

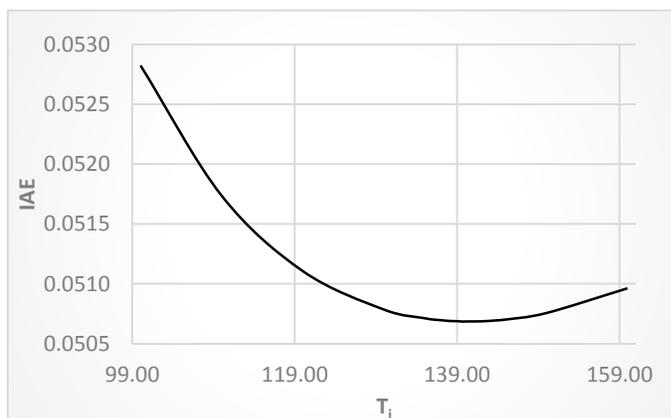


Figura 6.10. Curva generada por los valores de IAE y tiempo integral (STCL) agua.

## 6.2.6 SECUENCIA DE COLUMNA DE PARED DIVISORIA CON RECICLO LÍQUIDO (DWCL)

## 6.2.6.1 ETANOL

La ganancia de 250 es la que obtiene el mínimo IAE, se observa claramente la disminución de los valores de IAE en las ganancias anteriores a la de 250 y un ligero aumento en el valor de la ganancia de 275 (Ver Tabla 6.10).

Tabla 6.10. Valores mínimos de IAE obtenidos para la DWCL lazo etanol.

$K_c$	$T_i$	IAE
50	54.00	0.02662298
75	51.00	0.01941694
100	59.00	0.01606872
125	62.00	0.01439016
150	65.25	0.01367138
175	48.75	0.01307309
200	50.50	0.01244788
225	50.00	0.01206895
250	52.00	0.01197188
275	57.00	0.01216182

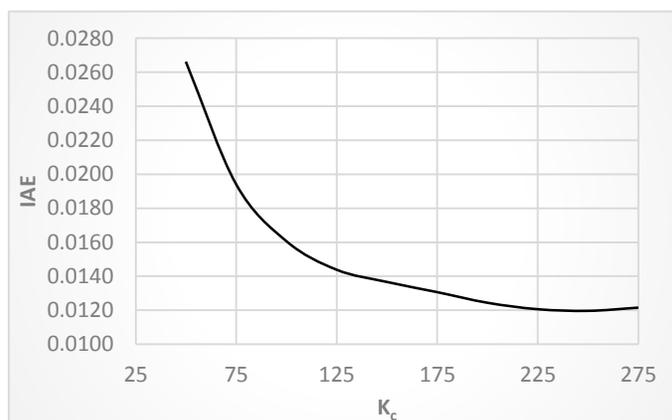


Figura 6.11. Valores de las ganancias graficados contra los IAE mínimos (DWCL) etanol.

## 6.2.6.2 AGUA

La ganancia de 225 obtiene 0.012179141 de IAE, que se representa como el mínimo de la secuencia (Ver Tabla 6.11). Se puede observar en la Figura 6.12 que los valores de IAE son muy cercanos a partir de la ganancia de 150.

Tabla 6.11. Valores mínimos de IAE obtenidos para la DWCL lazo agua.

$K_c$	$T_i$	IAE
10	62.75	0.049210765
50	69.25	0.021068648
75	71.75	0.016282767
100	69.75	0.014344796
125	68.00	0.013333155
150	67.00	0.012760712
175	66.00	0.012418775
200	66.00	0.012276532
225	61.50	0.012179141
250	60.00	0.012277687
300	62.00	0.012535794

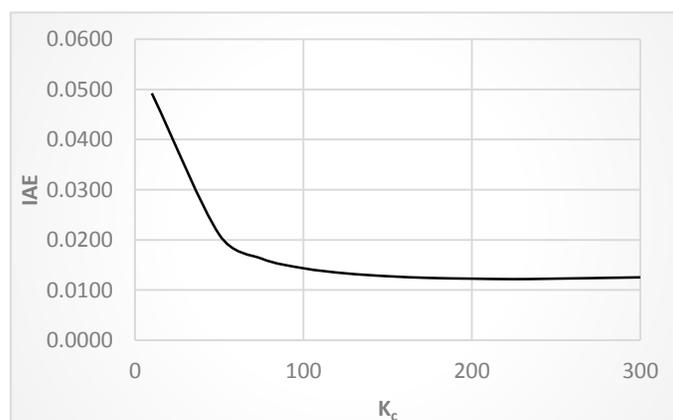


Figura 6.12. Valores de las ganancias graficados contra los IAE mínimos (DWCL) agua.

## 6.2.7 SECUENCIA DE COLUMNA DE PARED DIVISORIA CON RECICLO VAPOR (DWCV)

### 6.2.7.1 ETANOL

En el estudio de este lazo la ganancia de 225 es la que obtiene el mínimo IAE (Ver Tabla 6.12); La Figura 6.13 confirma el comportamiento del IAE con respecto al  $K_c$ .

Tabla 6.12. Valores mínimos de IAE obtenidos para la DWCV lazo etanol.

$K_c$	$T_i$	IAE
10	77.06	0.033495750
25	82.50	0.025288038
50	69.00	0.019413474
75	64.99	0.016586740
100	46.00	0.014540750
125	52.00	0.012983076
150	52.50	0.012048001
175	55.50	0.011213724
200	54.00	0.010647050
225	58.25	0.010521612
250	59.50	0.010705525

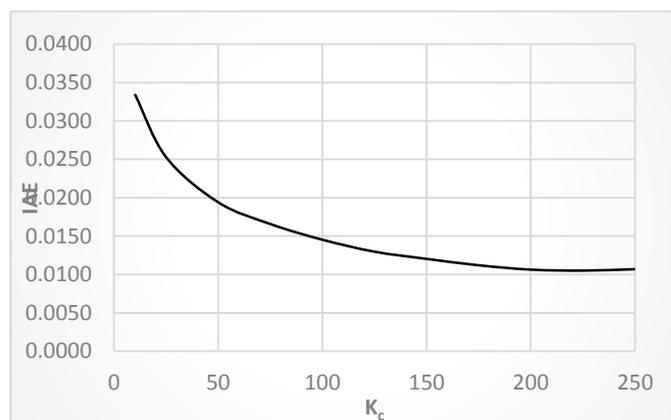


Figura 6.13. Valores de las ganancias graficados contra los IAE mínimos (DWCV) etanol.

### 6.2.7.2 AGUA

Bajo el criterio utilizado en este estudio el cual consiste en la sintonización independiente de los controladores de cada lazo de interés, éste no se logró estabilizar en ningún valor el sistema, se perturbó el sistema con diferentes porcentajes hasta llegar al de 0.1% y ni con este valor se logró la respuesta del sistema.

## 6.3 ANÁLISIS DE SINTONIZACIÓN A LAZO CERRADO MÉTODO HEURÍSTICO

En la Tabla 6.13 se muestra un resumen del estudio realizado de los dos lazos en cuestión, el IAE indica que la secuencia SDC como la óptima dentro del análisis de control; es importante observar que el IAE de la SDC y STCV en el caso del etanol están muy aproximados, pero al conjuntar el estudio con el lazo correspondiente al agua, podemos discriminar a la secuencia STCV, esto puesto que no logra la respuesta estable en el lazo del agua.

También es importante observar el comportamiento dinámico que se genera en la simulación en forma de gráfica, la cual dicta como varía la composición del elemento en análisis con respecto en el tiempo. La oscilación presente en estos gráficos incide en la búsqueda de la secuencia con mejor respuesta de controlabilidad, en conjunto con el indicador IAE. En la Figura 6.14 se ve que existe congruencia con lo mostrado por el indicador, la oscilación que muestra una estabilización más rápida a pesar de ser la que

presenta un sobretiro mayor se puede observar claramente que la respuesta es mucho más rápida que para las demás secuencias esto para el lazo del etanol; ahora para el lazo del agua la Figura 6.15 muestra con más claridad que la respuesta de la secuencia SDC es mucho más veloz con respecto a las demás.

Tabla 6.13. Resultados de sintonización a lazo cerrado método heurístico.

	ETANOL			AGUA		
	Kc	Ti	IAE	Kc	Ti	IAE
SDC	250	25.4	0.008570903	25	3	4.90910E-04
SDCA	20	68.00	0.014097702	175	8.75	0.002797684
STCV	250	22.76	0.008675855	-	-	-
STCVA	250	55	0.010519718	225	61.5	0.012179141
STCL	250	51.25	0.010172300	150	100	0.015901120
DWCV	225	58.25	0.010521612	10	139.75	0.050686177
DWCL	250	52	0.011971880	-	-	-

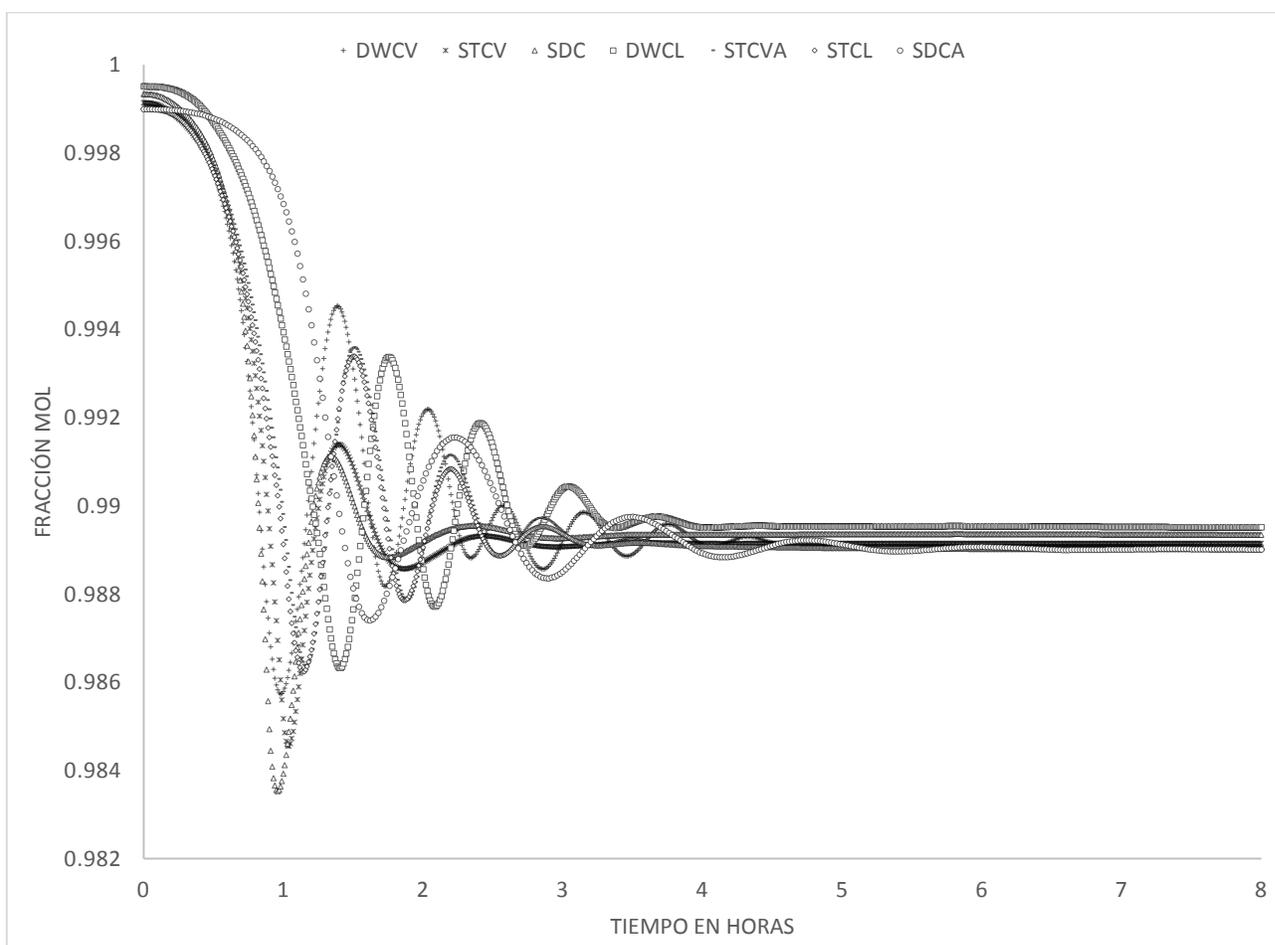


Figura 6.14. Comportamiento de la composición con respecto al tiempo (etanol).

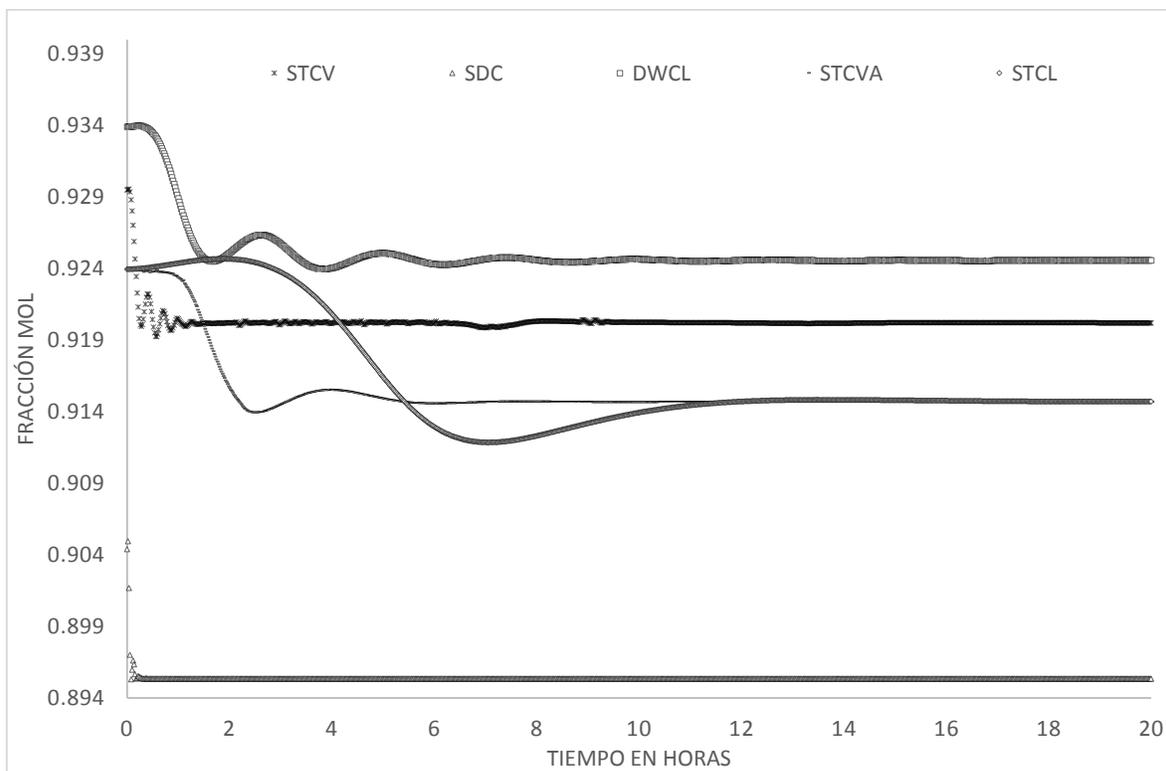


Figura 6.15. Comportamiento de la composición con respecto al tiempo (agua).

Con lo anterior podemos afirmar que para el método heurístico la mejor secuencia es la secuencia de dos columnas con disolvente glicerol (SDC), pero falta completar el análisis haciendo el apareamiento que resulte del método RGA.

### 6.4 SINTONIZACIÓN A LAZO CERRADO APAREAMIENTO MÉTODO RGA

La Tabla 6.14 sintetiza los arreglos que resultaron al realizar el método RGA en la cual podemos apreciar los apareamientos que según el método tienen menos interacciones (en el apéndice A se observa el desarrollo del método). Los lazos de interés son los correspondientes al etanol y agua. La Figura 6.16 muestra claramente la nomenclatura adecuada de cada configuración.

Tabla 6.14. Resultados del apareamiento por el método RGA.

	Método Heurístico				RGA			
	X <sub>Etanol</sub>	X <sub>Agua</sub>	X <sub>Solvente</sub>	X <sub>Water</sub>	X <sub>Etanol</sub>	X <sub>Agua</sub>	X <sub>Solvente</sub>	X <sub>Water</sub>
<b>SDC</b>	R <sub>2</sub>	F <sub>1</sub>	Q <sub>2</sub>	Q <sub>1</sub>	Q <sub>2</sub>	F <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	Q <sub>1</sub>
<b>SDCA</b>	R <sub>2</sub>	F <sub>1</sub>	Q <sub>2</sub>	Q <sub>1</sub>	F <sub>1</sub>	Q <sub>2</sub>	R <sub>2</sub>	Q <sub>1</sub>
<b>STCV</b>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	Q <sub>3</sub>	Q <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	Q <sub>3</sub>	Q <sub>1</sub>
<b>STCVA</b>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	Q <sub>3</sub>	Q <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	Q <sub>3</sub>	Q <sub>1</sub>
<b>STCL</b>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	Q <sub>3</sub>	Q <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	Q <sub>3</sub>	Q <sub>1</sub>
<b>DWCL</b>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	Q <sub>2</sub>	Q <sub>1</sub>	Q <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>2</sub>	Q <sub>1</sub>
<b>DWCV</b>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	Q <sub>2</sub>	Q <sub>1</sub>	R <sub>3</sub>	Q <sub>2</sub>	R <sub>2</sub>	Q <sub>1</sub>

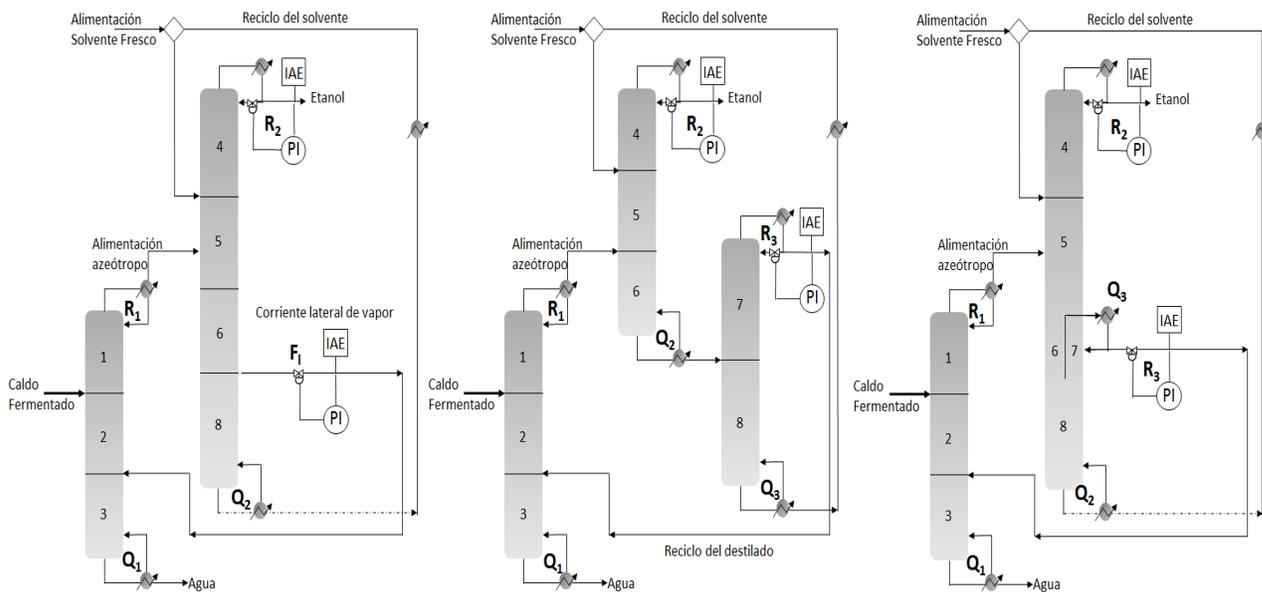


Figura 6.16. Nomenclatura de las variables manipulables.

Las secuencias que presentaron cambios en el apareamiento del lazo de etanol son la SDC, SDCA, DWCL, DWCV. Los resultados que presentaron las cuatro secuencias son similares, la respuesta no se logró estabilizar.

En el caso de los cambios en el apareamiento del lazo del agua, se presenta en las configuraciones SDCA y DWCV que precisamente son las secuencias que no lograron una respuesta estable con el método heurístico; por lo que se llevó a cabo la simulación y se obtuvieron los siguientes resultados (Ver Tabla 6.15).

Tabla 6.15. Resultados lazo agua por el método RGA.

	$K_c$	$T_i$	IAE
SDCA	45.00	0.50	8.48955E-05
DWCV	12.50	40.75	9.63112E-03

Sobre el desempeño de estos lazos se observa en primera instancia que se logró sintonizar el lazo para ambas secuencias, también se puede ver que el valor de IAE de la secuencia SDCA es mucho más bajo comparado con las otras secuencias apareadas con el lazo heurístico, incluso para la secuencia SDC, pero teniendo la particularidad de tener el menor tiempo integral de todas las simulaciones; además la Figura 6.17 confirma la respuesta más veloz comparativamente con respecto a los otros mismos lazos de la misma secuencia.

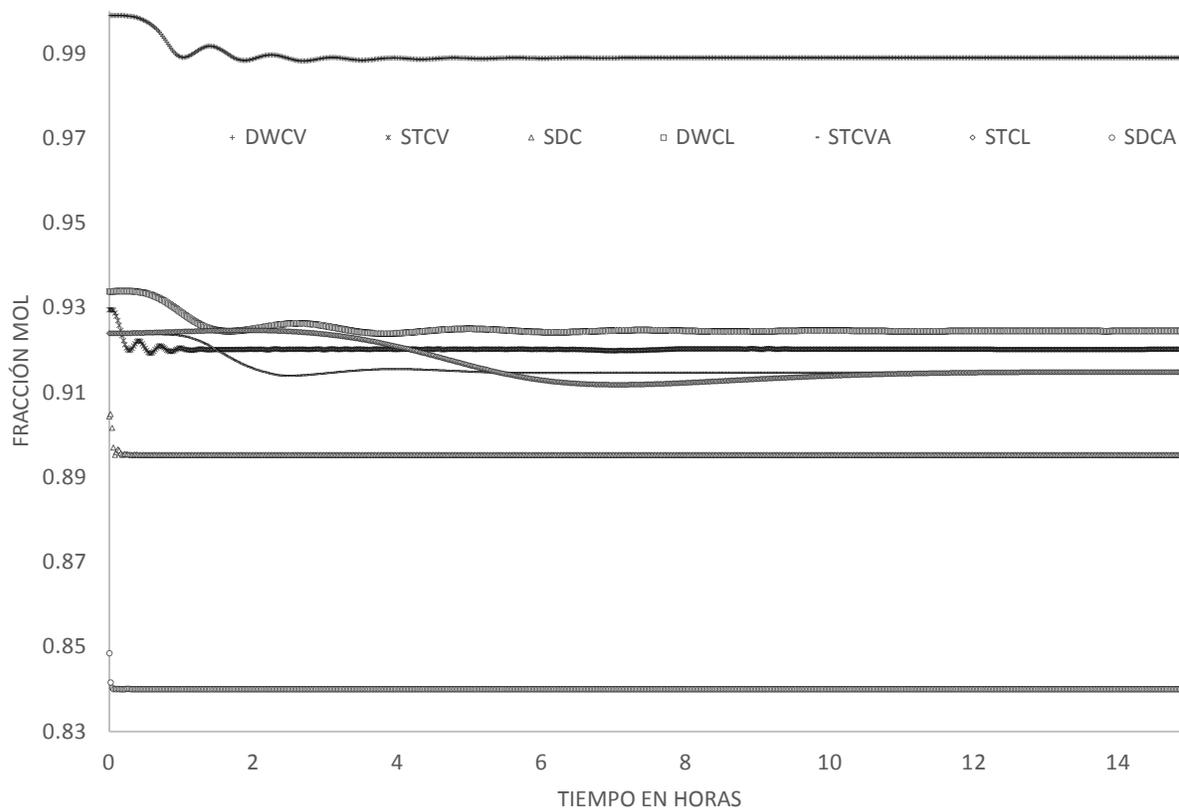


Figura 6.17. Comportamiento de la composición con respecto al tiempo (agua) con método RGA.

### 6.5 SINTONIZACIÓN CON CAMBIOS DE SET POINT SIMULTÁNEOS

Para corroborar la confiabilidad de la secuencia SDC se sometió a un estudio, en el cual el sistema se perturbo continuamente en varias ocasiones esperando que este respondiera y lograra estabilizarse; las perturbaciones que se realizaron en el sistema fueron las siguientes en, primer lugar se perturbo a un porcentaje del 1% en forma negativa de la composición original de la corriente de salida, la segunda etapa sin restablecer el sistema a sus condiciones iniciales se regresó a la composición original, como tercer etapa se perturbo a un 1.5% de forma negativa la composición de la corriente de salida original y por último se regresó a la composición original.

Con este estudio se observó que la secuencia SDC si es capaz de estabilizar el sistema a diferentes perturbaciones en las composiciones (Ver Tabla 6.17), esto nos reafirma la confiabilidad de la secuencia en términos de control es la SDC (Ver Figura 6.18).

Tabla 6.16. Resultados de simulación con perturbaciones continuas.

	$K_c$	$T_i$	IAE 1%	IAE	IAE 1.5%	IAE
SDC	250	25.4	0.008580998	0.019642446	0.031807626	0.042052723
	25	3	4.90625E-04	1.40819E-03	2.95452E-03	0.004501014

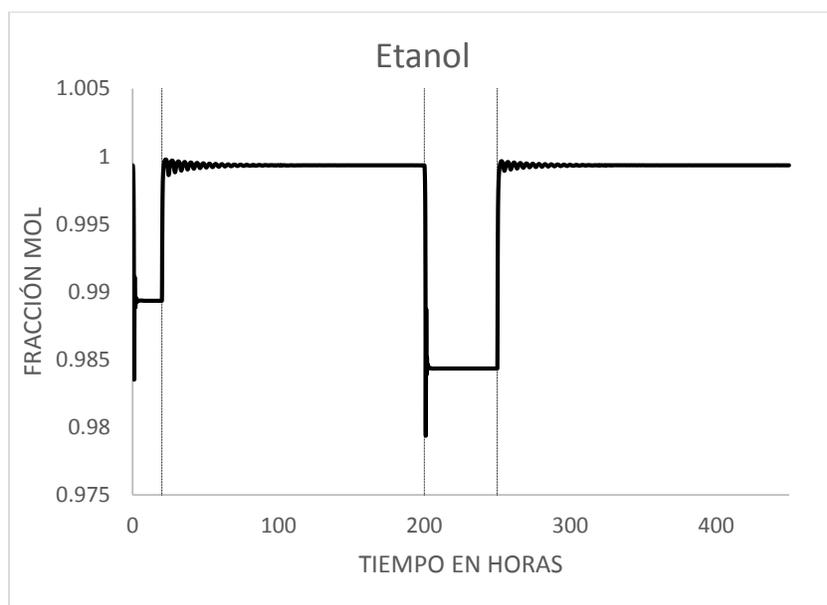


Figura 6.18. Comportamiento al perturbar la composición del etanol.

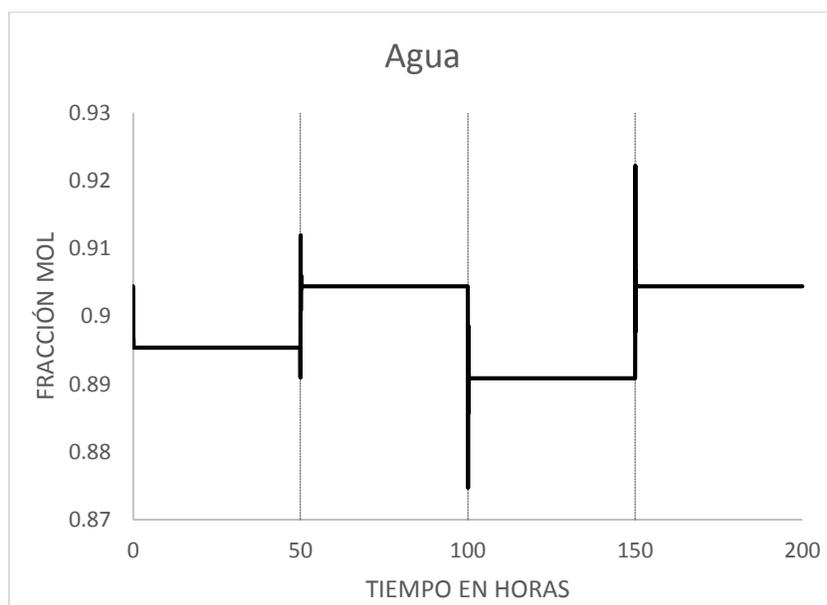


Figura 6.19. Comportamiento al perturbar la composición del agua.

## 6.6 ANÁLISIS DE RESULTADOS

Ya teniendo la simulación completa es necesario hacer el análisis correcto para poder elegir la secuencia con el mejor desempeño en términos de controlabilidad. En la Tabla 6.16 se puede inferir que la mejor secuencia es la SDC, puesto que resulta con el mínimo valor de

IAE para el componente etanol y el segundo mejor valor para el agua; la mejor respuesta en el lazo del agua es para la secuencia SDCA, pero esta tiene máximo valor de IAE para el etanol.

Tabla 6.17. Resultados de simulación de los mejores IAE incluyendo los dos métodos.

Óptimos	IAE Etanol	IAE Agua
SDC	0.008570903	4.90910E-04
STCV	0.008675855	2.79768E-03
DWCV	0.010521612	9.63112E-03
DWCL	0.011971880	1.21791E-02
STCVA	0.010519718	1.59011E-02
STCL	0.010172300	5.06862E-02
SDCA	0.014097702	8.48955E-05

Entre las columnas térmicamente acopladas la de mejor desempeño fue la reciclo en fase vapor (DWCV), pero aun así no resulta las óptima en el desempeño global de las secuencias.

Se podría pensar que las propiedades termodinámicas de la glicerina son responsables de la capacidad de control dinámico superior, Luyben (2008) muestra en su estudio que la capacidad de control del sistema debe ser parte del proceso de selección de disolvente, esto lo alude a la disímil capacidad de cada disolvente para romper el azeótropo y su dependencia con las propiedades de control; por lo que en este estudio se supone ocurre algo semejante.

Es importante mostrar una tabla comparativa de varios aspectos incluyendo el gasto energético, los datos de control, costo del disolvente y las emisiones de CO<sub>2</sub>, esto para poder concluir de manera precisa la mejor secuencia en todos los aspectos (Ver Tabla 6.18).

Se puede ver que en efecto se sigue confirmando por todos estos aspectos que la secuencia SDC es la mejor, teniendo las emisiones y gasto energético más bajo, aunado al costo del disolvente, y el estudio de control que se realizó no deja dudas que esta es la mejor secuencia de las propuestas en este estudio.

Tabla 6.18. Resultados control, gasto energético, emisiones de CO<sub>2</sub> y costo de disolvente.

	Control		Gasto Energético	Emisiones de CO <sub>2</sub>	Costo Solvente
	IAE Etanol	IAE Agua	[cal/s]	[ton/hr]	[Dólar/kg]
SDC	0.008570903 <sup>a</sup>	4.90910E-04 <sup>a</sup>	1145166.4	23.93034	0.825
SDCA	0.014097702 <sup>a</sup>	8.48955E-05 <sup>b</sup>	3240380.18	67.71364	2
STCV	0.008675855 <sup>a</sup>	2.79768E-03 <sup>a</sup>	1153833.7	24.11146	0.825
STCVA	0.010519718 <sup>a</sup>	1.59011E-02 <sup>a</sup>	1197019.48	25.01390	2
STCL	0.010172300 <sup>a</sup>	5.06862E-02 <sup>a</sup>	1247388.46	26.06645	2
DWCV	0.010521612 <sup>a</sup>	9.63112E-03 <sup>b</sup>	1346783.37	28.14349	2
DWCL	0.011971880 <sup>a</sup>	1.21791E-02 <sup>a</sup>	1330864.15	27.81083	2

<sup>a</sup> Lazo por método Heurístico (LV)

<sup>b</sup> Lazo por método RGA.



## CAPÍTULO 7

## CONCLUSIONES

## 7.1 CONCLUSIONES

Se ha presentado un análisis de las respuestas a lazo cerrado de secuencias de destilación extractiva alternativas para la purificación de etanol. Los resultados del control retroalimentado a lazo cerrado indican que, en general, configuraciones con una corriente lateral de vapor, como la secuencia convencional utilizando glicerol como disolvente (SDC) es la mejor opción. También, en general, configuraciones con una corriente lateral y las secuencias convencionales utilizando glicerol como un disolvente superaron el comportamiento dinámico de los esquemas con pared divisoria.

Un número de factores afecta a la selección del disolvente: selectividad, poder del disolvente, el punto de ebullición, y el calor de vaporización; los resultados de este trabajo también sugieren que las respuestas de control se rigen por el tipo de disolvente utilizado. Los mejores rendimientos de las secuencias con glicerol en comparación con el etilenglicol promueven aún más el uso de disolventes sostenibles aumentando también la posibilidad de la integración entre el biodiesel y las plantas de producción de bioetanol.

En general, vale la pena darse cuenta de que la presencia de corrientes laterales en lugar de deteriorar el comportamiento dinámico de los sistemas de destilación extractiva, para este caso de estudio, puede contribuir positivamente a sus propiedades dinámicas.

## RECOMENDACIONES

Como trabajo futuro se propone el estudio de la dinámica cambiando la variable controlada de composición a temperatura, esto por la factibilidad industrial del manejo de esta variable; es mucho más rentable tener equipos como lo son los termopares a un cromatógrafo en una planta.

Para ampliar el análisis de estas secuencias es útil seguir las siguientes recomendaciones que se pueden encontrar útiles en base a la experiencia adquirida durante la realización del trabajo.

Probar el desempeño dinámico fuera del valor óptimo para observar las muy posibles mejoras en dicho aspecto, sacrificando algunos ahorros.

Probar otros tipos de controladores para corroborar si es posible mejorar las respuestas de los lazos no sintonizados incluyendo los de la secuencia convencional y probarlos con el RGA para verificar su posible mejora del IAE para los mismos lazos.

# APÉNDICE A

## APÉNDICE A “ESTUDIO RGA”

El cálculo del RGA se hace para obtener el apareamiento con menor iteración de las variables manipuladas.

### MÉTODO RGA PARA SECUENCIA SDC

De la matriz G, obtenemos su inversa seguidamente de su transpuesta,  $(G^{-1})^T$ .

XEtanol		G <sub>11</sub>	G <sub>12</sub>	G <sub>13</sub>	G <sub>14</sub>	R <sub>2</sub>
XAgua	-	G <sub>21</sub>	G <sub>22</sub>	G <sub>23</sub>	G <sub>24</sub>	F <sub>1</sub>
XGlicerol	-	G <sub>31</sub>	G <sub>32</sub>	G <sub>33</sub>	G <sub>34</sub>	Q <sub>2</sub>
XWater		G <sub>41</sub>	G <sub>42</sub>	G <sub>43</sub>	G <sub>44</sub>	Q <sub>1</sub>

XEtanol		0.071106	0.100372	-0.179276	-0.280222	R <sub>2</sub>
XAgua	-	-0.053916	-1.287604	-0.368394	0.07095	F <sub>1</sub>
XGlicerol	-	-0.137336	0.01571	0.166718	-0.121644	Q <sub>2</sub>
XWater		0	0	0	0.098342	Q <sub>1</sub>

Obtenemos el productor Schur de estas dos matrices  $(G \cdot (G^{-1})^T)$ , para obtener la matriz de ganancias relativas,  $\Lambda$ .

>> F=inv(G)

F =	-9.08887778	-0.850681676	-11.6532329	-39.6991469
	2.59258966	-0.55549899	1.56039905	9.71839595
	-7.73137695	-0.648414266	-3.74837906	-26.1990273
	0	0	0	10.1685953

>> F'

ans =	-9.08887778	2.592589659	-7.73137695	0
	-0.85068168	-0.55549899	-0.64841427	0
	-11.6532329	1.560399049	-3.74837906	0
	-39.6991469	9.718395952	-26.1990273	10.1685953

RGA=

	-0.64627374	0.260223409	1.38605033	0	XEtanol
	0.04586535	0.715262722	0.23887193	0	XAgua
	1.60040839	0.024513869	-0.62492226	0	XGlicerol
	0	0	0	1	XWater
	R <sub>2</sub>	F <sub>1</sub>	Q <sub>2</sub>	Q <sub>1</sub>	

## MÉTODO RGA PARA SECUENCIA SDCA

De la matriz G, obtenemos su inversa seguidamente de su transpuesta,  $(G^{-1})^T$ .

XEtanol		G <sub>11</sub>	G <sub>12</sub>	G <sub>13</sub>	G <sub>14</sub>	R <sub>2</sub>
XAgua	-	G <sub>21</sub>	G <sub>22</sub>	G <sub>23</sub>	G <sub>24</sub>	F <sub>1</sub>
XGlicol	-	G <sub>31</sub>	G <sub>32</sub>	G <sub>33</sub>	G <sub>34</sub>	Q <sub>2</sub>
XWater		G <sub>41</sub>	G <sub>42</sub>	G <sub>43</sub>	G <sub>44</sub>	Q <sub>1</sub>

XEtanol		0.188838	0.179236	-1.156018	0.180882	R <sub>2</sub>
XAgua	-	-1.664244	-0.288658	-4.881812	-0.598226	F <sub>1</sub>
XGlicol	-	-0.49853	0.09349	0.19931	-0.785284	Q <sub>2</sub>
XWater		0	0	0	0.135344	Q <sub>1</sub>

Obtenemos el productor Schur de estas dos matrices  $(G \cdot (G^{-1})^T)$ , para obtener la matriz de ganancias relativas,  $\Lambda$ .

>> F=inv(G)

F =	0.43487232	-0.156779837	-1.31779367	-8.92017846
	3.01505391	-0.58729603	3.10264306	11.3765754
	-0.32652898	-0.116668237	0.26578809	1.46285297
	0	0	0	7.38858021

>> F'

ans =	0.43487232	3.015053912	-0.32652898	0
	-0.15677984	-0.58729603	-0.11666824	0
	-1.31779367	3.102643059	0.26578809	0
	-8.92017846	11.37657536	1.46285297	7.38858021

RGA=

0.08212042	0.540406203	0.37747338	0	XEtanol
0.2609199	0.169527697	0.5695524	0	XAgua
0.65695968	0.2900661	0.05297422	0	XGlicol
0	0	0	1	XWater
R <sub>2</sub>	F <sub>1</sub>	Q <sub>2</sub>	Q <sub>1</sub>	

## MÉTODO RGA PARA SECUENCIA STCV

De la matriz G, obtenemos su inversa seguidamente de su transpuesta,  $(G^{-1})^T$ .

XEtanol		G <sub>11</sub>	G <sub>12</sub>	G <sub>13</sub>	G <sub>14</sub>	R <sub>2</sub>
XAgua	-	G <sub>21</sub>	G <sub>22</sub>	G <sub>23</sub>	G <sub>24</sub>	R <sub>3</sub>
XGlicerol	-	G <sub>31</sub>	G <sub>32</sub>	G <sub>33</sub>	G <sub>34</sub>	Q <sub>3</sub>
XWater		G <sub>41</sub>	G <sub>42</sub>	G <sub>43</sub>	G <sub>44</sub>	Q <sub>1</sub>

XEtanol		0.081696	0	0	-0.277834	R <sub>2</sub>
XAgua	-	-0.163208	-0.016334	0.023808	-0.070748	R <sub>3</sub>
XGlicerol	-	-0.130858	-0.082328	0.120562	-0.108182	Q <sub>3</sub>
XWater		0	0	0	0.099792	Q <sub>1</sub>

Obtenemos el productor Schur de estas dos matrices  $(G \cdot (G^{-1})^T)$ , para obtener la matriz de ganancias relativas,  $\Lambda$ .

>> F=inv(G)

F =	12.2405014	1.74144E-13	0	34.0791592
	-22047.2593	-13112.14175	2589.32226	-67871.3523
	-15042.0945	-8953.86943	1776.46127	-46301.2316
	0	0	0	10.0208434

>> F'

ans =	12.2405014	-22047.25933	-15042.0945	0
	1.7414E-13	-13112.14175	-8953.86943	0
	0	2589.322265	1776.46127	0
	34.0791592	-67871.35234	-46301.2316	10.0208434

RGA=

	1	0	0	0	XEtanol
	-2.8422E-14	214.1737234	-213.173723	0	XAgua
	0	-213.1737234	214.173723	0	XGlicerol
	0	0	0	1	XWater
	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	Q <sub>3</sub>	Q <sub>1</sub>	

## MÉTODO RGA PARA SECUENCIA STCVA

De la matriz G, obtenemos su inversa seguidamente de su transpuesta,  $(G^{-1})^T$ .

XEtanol		G <sub>11</sub>	G <sub>12</sub>	G <sub>13</sub>	G <sub>14</sub>	R <sub>2</sub>
XAgua	-	G <sub>21</sub>	G <sub>22</sub>	G <sub>23</sub>	G <sub>24</sub>	R <sub>3</sub>
XGlicol	-	G <sub>31</sub>	G <sub>32</sub>	G <sub>33</sub>	G <sub>34</sub>	Q <sub>3</sub>
XWater		G <sub>41</sub>	G <sub>42</sub>	G <sub>43</sub>	G <sub>44</sub>	Q <sub>1</sub>

XEtanol		0.02799	0	0	-0.062396	R <sub>2</sub>
XAgua	-	-0.411014	0.071384	-0.119632	0.129004	F <sub>1</sub>
XGlicol	-	-0.097998	-0.001646	0.19847	-0.14006	Q <sub>3</sub>
XWater		0	0	0	0.109166	Q <sub>1</sub>

Obtenemos el productor Schur de estas dos matrices  $(G \cdot (G^{-1})^T)$ , para obtener la matriz de ganancias relativas,  $\Lambda$ .

>> F=inv(G)

F =	35.7270454	3.79854E-17	1.6207E-15	20.4205038
	238.589104	14.20619236	8.56308361	130.569001
	19.619573	0.117818273	5.10956233	17.6302983
	0	0	0	9.16036128

>> F'

ans =	35.7270454	238.5891038	19.619573	0
	3.7985E-17	14.20619236	0.11781827	0
	1.6207E-15	8.563083613	5.10956233	0
	20.4205038	130.5690011	17.6302983	9.16036128

RGA=	1	0	0	0	XEtanol
	-1.5613E-17	1.014094836	-0.01409484	0	XAgua
	-1.5883E-16	-0.014094836	1.01409484	0	XGlicol
	0	0	0	1	XWater
	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	Q <sub>3</sub>	Q <sub>1</sub>	

## MÉTODO RGA PARA SECUENCIA STCVL

De la matriz G, obtenemos su inversa seguidamente de su transpuesta,  $(G^{-1})^T$ .

XEtanol		G <sub>11</sub>	G <sub>12</sub>	G <sub>13</sub>	G <sub>14</sub>	R <sub>2</sub>
XAgua	-	G <sub>21</sub>	G <sub>22</sub>	G <sub>23</sub>	G <sub>24</sub>	R <sub>3</sub>
XGlicol	-	G <sub>31</sub>	G <sub>32</sub>	G <sub>33</sub>	G <sub>34</sub>	Q <sub>3</sub>
XWater		G <sub>41</sub>	G <sub>42</sub>	G <sub>43</sub>	G <sub>44</sub>	Q <sub>1</sub>

XEtanol		0.028768	0	0	-0.067836	R <sub>2</sub>
XAgua	-	-0.310598	0.21101	-0.54069	0.23955	R <sub>3</sub>
XGlicol	-	-0.103154	-0.008538	0.197898	-0.152812	Q <sub>3</sub>
XWater		0	0	0	0.115214	Q <sub>1</sub>

Obtenemos el productor Schur de estas dos matrices  $(G \cdot (G^{-1})^T)$ , para obtener la matriz de ganancias relativas,  $\Lambda$ .

>> F=inv(G)

F =	34.7608454	-3.12766E-16	-2.85958E-15	20.4665814
	109.72466	5.32813947	14.55735647	72.8337265
	22.8529313	0.229874252	5.681162566	20.5125669
	0	0	0	8.67950076

>> F'

ans =	34.7608454	109.7246598	22.85293126	0
	-3.1277E-16	5.32813947	0.229874252	0
	-2.8596E-15	14.55735647	5.681162566	0
	20.4665814	72.83372651	20.51256689	8.67950076

RGA=	1	0	0	0	XEtanol
	9.7145E-17	1.12429071	-0.12429071	0	XAgua
	2.9498E-16	-0.12429071	1.12429071	0	XGlicol
	0	0	0	1	XWater
	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	Q <sub>3</sub>	Q <sub>1</sub>	

## MÉTODO RGA PARA SECUENCIA DWCV

De la matriz G, obtenemos su inversa seguidamente de su transpuesta,  $(G^{-1})^T$ .

XEtanol		G <sub>11</sub>	G <sub>12</sub>	G <sub>13</sub>	G <sub>14</sub>	R <sub>2</sub>
XAgua	-	G <sub>21</sub>	G <sub>22</sub>	G <sub>23</sub>	G <sub>24</sub>	R <sub>3</sub>
XGlicol	-	G <sub>31</sub>	G <sub>32</sub>	G <sub>33</sub>	G <sub>34</sub>	Q <sub>2</sub>
XWater		G <sub>41</sub>	G <sub>42</sub>	G <sub>43</sub>	G <sub>44</sub>	Q <sub>1</sub>

XEtanol		0.044962	-0.055006	-1.189186	-1.35249	R <sub>2</sub>
XAgua	-	-0.00398	0.014086	-1.507058	0.05284	R <sub>3</sub>
XGlicol	-	-0.16637	-0.018838	0.065688	-0.225864	Q <sub>2</sub>
XWater		0	0	0	0.06185	Q <sub>1</sub>

Obtenemos el productor Schur de estas dos matrices  $(G \cdot (G^{-1})^T)$ , para obtener la matriz de ganancias relativas,  $\Lambda$ .

>> F=inv(G)

F =	1.53289548	-1.45199083	-5.561694	14.4504858
	-14.0086289	10.87754128	-4.04609358	-330.398815
	-0.13498251	-0.558040918	-0.02312966	-2.55941421
	0	0	0	16.1681487

>> F'

ans =	1.53289548	-14.00862893	-0.13498251	0
	-1.45199083	10.87754128	-0.55804092	0
	-5.561694	-4.046093575	-0.02312966	0
	14.4504858	-330.3988148	-2.55941421	16.1681487

RGA=

0.06892205	0.770558643	0.16051931	0	XEtanol
0.00577892	0.153221046	0.84100003	0	XAgua
0.92529903	0.076220311	-0.00151934	0	XGlicol
0	0	0	1	XWater
R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	Q <sub>2</sub>	Q <sub>1</sub>	

## MÉTODO RGA PARA SECUENCIA DWCL

De la matriz G, obtenemos su inversa seguidamente de su transpuesta,  $(G^{-1})^T$ .

XEtanol		G <sub>11</sub>	G <sub>12</sub>	G <sub>13</sub>	G <sub>14</sub>	R <sub>2</sub>
XAgua	-	G <sub>21</sub>	G <sub>22</sub>	G <sub>23</sub>	G <sub>24</sub>	R <sub>3</sub>
XGlicol	-	G <sub>31</sub>	G <sub>32</sub>	G <sub>33</sub>	G <sub>34</sub>	Q <sub>2</sub>
XWater		G <sub>41</sub>	G <sub>42</sub>	G <sub>43</sub>	G <sub>44</sub>	Q <sub>1</sub>

XEtanol		0.006042	-4E-06	-0.011368	-0.016346	R <sub>2</sub>
XAgua	-	-0.451178	0.099046	0.918902	1.685642	R <sub>3</sub>
XGlicol	-	-0.076176	-0.002186	0.103208	-0.108236	Q <sub>2</sub>
XWater		0	0	0	0.108998	Q <sub>1</sub>

Obtenemos el productor Schur de estas dos matrices  $(G \cdot (G^{-1})^T)$ , para obtener la matriz de ganancias relativas,  $\Lambda$ .

>> F=inv(G)

F =	-532.041376	-1.098932634	-48.8182599	-111.270248
	1019.32124	10.54360006	18.4007899	8.08012859
	-371.10057	-0.587783724	-25.9529846	-72.3340266
	0	0	0	9.17448027

>> F'

ans =	-532.041376	1019.321244	-371.10057	0
	-1.09893263	10.54360006	-0.58778372	0
	-48.8182599	18.40078987	-25.9529846	0
	-111.270248	8.080128593	-72.3340266	9.17448027

RGA=

	-3.21459399	-0.004077285	4.21867128	0	XEtanol
	0.49581423	1.044301412	-0.54011564	0	XAgua
	3.71877977	-0.040224127	-2.67855564	0	XGlicol
	0	0	0	1	XWater
	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	Q <sub>2</sub>	Q <sub>1</sub>	



## CAPÍTULO 8

## REFERENCIAS

## 8.1 REFERENCIAS

- *Abu-Eishah, S. I., Luyben (1985)*. W. L. Design and Control of a Two- Column Azeotropic Distillation System. *Ind. Eng. Chem. Process Des. Dev.*, pags. 132–140.
- *Al-Asheh S., Ganat F., Al-Lagtah N., (2004)*. Separation of ethanol–water mixtures using molecular sieves and biobased adsorbents, *Chem. Eng. Res. Des.* 82 (A7), pags. 855–864.
- *Alcántara–Ávila, R., Cabrera–Ruiz, J., Tamayo–Galván, V.E., Segovia–Hernández, J.G., Hernández, S. (2006)*. Control properties of alternative schemes to thermally coupled distillation columns for ternary mixtures separation, in distillation and absorption '06. *ICHEME Symposium Series No. 152*, UK, pags. 610–618.
- *Arifin, S., Chien, I.-L (2008)*. Design and Control of an Isopropyl Alcohol Dehydration Process via Extractive Distillation Using Dimethyl Sulfoxide as an Entrainer. *Ind. Eng. Chem. Res.*, 47, pags.790–803.
- *Arlt M., Seiler M., Jork C., (2001)*. Schneider T., DE Patent No. 10114734.
- *Barba D., Brandani V., Giacomo G., Hyperazeotropic, (1985)*. Ethanol salted-out by extractive distillation, Theoretical evaluation and experimental check, *Chem. Eng. Sci.* 40, pags. 2287–2292.
- *Barreto, A. A., Rodriguez-Donis, I., Gerbaud, V., Joulia (2011)*. X. Optimization of Heterogeneous Batch Extractive Distillation. *Ind. Eng. Chem. Res.*, 50, pags. 5204–5217.
- *Beery K.E., Ladisch M.R., (2001a)*. Adsorption of water from liquid-phase ethanol–water mixtures at room temperature using starch-based adsorbents, *Ind. Eng. Chem. Res.* 40, pags. 2112–2115.
- *Beery K.E., Ladisch M.R., (2001b)*. Chemistry and properties of starch based desiccants, *Enzyme Microb. Technol.* 28, pags. 573–581.
- *Black C., (1972)*. Azeotropic distillation results from automatic computer calculations, in: R.F. Gould (Ed.), *Extractive and Azeotropic Distillation*.
- *Black C., (1980)*. Distillation modeling of ethanol recovery and dehydration processes for ethanol and gasohol, *Chem. Eng. Prog.* 76, pags. 78–85.
- *Boluda N., Gomis V., Ruiz F., Bailador H., (2005)*. The influence of temperature on the liquid–liquid–solid equilibria of the ternary system water + ethanol + 1-dodecanol, *Fluid Phase Equilibria* 235, pags. 99–103.
- *Boudreau T.M., Hill G.A., (2006)*. Improved ethanol–water separation using fatty acids, *Process Biochem.* 41, pags. 980–983.
- *Bravo Bravo C., (2009)*. Diseño y optimización de columnas de pared dividida extractivas utilizando algoritmos genéticos, Tesis de grado de Licenciado en Ingeniería Química, DCNyE, Universidad de Guanajuato, 2009.
- *Bristol E. H., (1966)*. On a new measure of interactions for multivariable process control. *IEEE Trans Autom Control*, AC-11, pags. 133-134.
- *Cabrera Ruiz Julián, (2006)*. “Desempeño Dinámico de Columnas Térmicamente Acopladas para la Separación de Mezclas Cuaternarias”, tesis para obtener el título de ingeniero químico, Universidad de Guanajuato, Guanajuato, México, pags. 69-78.
- *Carmo M.J., Gubulin J.C., (1997)*. Ethanol–water adsorption on commercial 3a zeolites: kinetic and thermodynamic data, *Braz. J. Chem. Eng.* 14 (3), pags. 1–10.
- *Chianese A., Zinamosca F., (1990)*. Ethanol dehydration by azeotropic distillation with a mixed-solvent entrainer, *Chem. Eng. J.* 43, pags. 59–65.
- *Cook R.A., Furter W.F, (1968)*. Extractive distillation employing a dissolved salt as separating agent, *Can. J. Chem. Eng.* 46, pags. 119–123.

- *Crawshaw J.P., Hills J.H., (1990)*. Sorption of ethanol and water by starchy materials, *Ind. Eng. Chem. Res.* 29, pags. 307–309.
- *Dirk-Faitakis C.B., An Lin W., T.B., Chuang K.T., (2009)*. Catalytic distillation for simultaneous hydrolysis of methyl acetate and etherification of methanol, *Chem. Eng. Process.* 48, pags. 1080–1087.
- *Dong Y.Q., Zhang L., Shen J.N., Song M.Y., Chen H.L., (2006)*. Preparation of poly(vinyl alcohol)-sodium alginate hollow-fiber composite membranes and pervaporation dehydration characterization of aqueous alcohol mixtures, *Desalination* 193, pags. 202–210.
- *Duan Z.T., Lei L.H., Zhou R.Q. (1980)*. Study on extractive distillation with salt (I), *Petrochem. Technol. (China)* 9, pags. 350–353.
- *Dünnebieber, G., y Pantelides, C., (1999)*. Optimal Design of Thermally Coupled Distillation Columns. *Ind. Eng. Chem. Res.*, pags. 38, 162.
- *FAO (Organización de las Naciones Unidas para la agricultura y la alimentación), (2008)*. El estado mundial de la agricultura y la alimentación. Biocombustibles: perspectivas, riesgos y oportunidades. Viale delle Terme di Caracalla 00153 Roma Italia. Disponible desde [www.fao.org](http://www.fao.org). ISSN 0251-1371.
- *Feng G., Fan L.T., Friedler F., (2000)*. Synthesizing alternative sequences via a P-graph-based approach in azeotropic distillation systems, *Waste Manag.* 20, pags. 639–643.
- *Finn, A.J., (1993)*. Consider Thermally Coupled Distillation. *Chem. Eng. Progress*, October 41.
- *Furter W.F., (1972)*. Extractive distillation by salt effect, in: R.F. Gould (Ed.), *Extractive and Azeotropic Distillation*, *Advances in Chemistry Series*, vol. 115, pags. 35–45.
- *Furter W.F., (1992)*. Extractive distillation by salt effect, *Chem. Eng. Commun.* 116 pags. 35–40.
- *Ghaee, A., Gharebagh, R. S., Mostoufi (2008)*. N. Dynamic Optimization of the Benzene Extractive Distillation Unit. *Braz. J. Chem. Eng.*, pags. 765–776.
- *Gil, I. D., Gómez, J. M., Rodríguez (2011)*. G. Control of an Extractive Distillation Process to Dehydrate Ethanol Using Glycerol as Entrainer. *Comput. Chem. Eng.*, pags. 129–142.
- *Gilles, E. D., Retzbach, D., Silberberger (1980)*. F. Modeling, Simulation and Control of an Extractive Distillation Column. In *Computer Applications to Chemical Engineering*; ACS Symposium Series; American Chemical Society: Washington, DC; Vol. 124, pags. 481–492.
- *Glinos, K., y Malone, M.F., (1988)*. Optimality Regions for Complex Column Alternatives in Distillation Systems. *Chem. Eng. Res. Des.*, 66, pags. 229–240.
- *Gomis V., Font A., Pedraza R., M.D. Saquete, (2005)*. Isobaric vapor–Liquid and vapor–liquid–liquid equilibrium data for the system water + ethanol + cyclohexane, *Fluid Phase Equilibria* 235, pags. 7–10.
- *Grosdidier, P., M. Morari, and B.R. Holt, (1985)*. Closed loop properties from steady state gain in formation. *Ind Eng Chem Fundam.*, 24, pags. 221–235.
- *Gutiérrez-Guerra, R., Segovia-Hernández, J.G. and Hernández, S., (2009)*. Reducing energy consumption and CO<sub>2</sub> emissions in extractive distillation. *Chem Eng Res Des*, pags. 87–145.
- *Gyamerah M., Glover J., (1996)*. Production of ethanol by continuous fermentation and liquid–liquid extraction, *J. Chem. Tech. Biotechnol.* 66, pags. 145–152.
- *Hamelinck, C.N., Van Hooijdonk, G., Faaij, A.P.C., (2005)*. Ethanol from lignocellulosic biomass: techno-economic performance in short-, middle- and long-term. *Biomass and Bioenergy* 28, pags. 384–410.
- *Hernández Nodarse María Teresa, (2007)*. Tendencias actuales en la producción de bioetanol, Conferencia dictada en la Facultad de Ingeniería - TEC Landívar, Universidad Rafael Landívar, pags. 1-17

- *Hernández, S. y Jiménez, A. (1999a)*. Design of Energy-Efficient Petlyuk Systems, *Computational Chemical Engineering*, 23, pags. 1005 - 1010.
- *Hernández, S. y Jiménez, A., (1996)*. Design of Optimal Thermally – Coupled Distillation Systems Using a Dynamic Model, *Transactions of the Institute of Chemical Engineers*, 74, pags. 357 – 362.
- *Hernández, S. y Jiménez, A., (1999)*. Controllability Analysis of Thermally Coupled Distillation Systems, *Industrial Engineering Chemical Research*, 38, pags. 3957 – 3963.
- *Huang Hua-Jiang, Ramaswamy Shri, Tschirner U.W., Ramarao B.V., (2008)*. A review of separation technologies in current and future biorefineries. *Separation and Purification Technology* 62, pags. 1–21.
- *Jimenez, A., Hernández, S., Montoy, F. A. y Zavala-Garcia, M., (2001)*. Analysis of Control Properties of Conventional and Nonconventional Distillations Sequences, *Industrial Engineering Chemical Research*, 40, pags. 3757 – 3761.
- *Kaibel, G., Schoenmakers, H, (2002)*. Process synthesis and design in industrial practice, In *Proceedings of ESCAPE–12*, Elsevier; Amsterdam. The Netherlands, pags. 9–20.
- *Kondo M., Komori M., Kita H., Okamoto K., (1997)*. Tubular type pervaporation module with zeolite NaA membrane, *J. Membr. Sci.* 133, pags. 133–141.
- *Koullas D.P., Umealu O.S., Koukios E.G., (1999)*. Solvent selection for the extraction of ethanol from aqueous solutions, *Sep. Sci. Technol.* 34 (11), pags.2153–2163.
- *Kovach III J.W., Seider W.D., (1987)*. Heterogenous azeotropic distillation homotopy-continuation methods, *Comput. Chem. Engng.* 11 (6), pags. 593–605.
- *Lee F.-M., Pahl R.H., (1985)*. Solvent screening study and conceptual extractive distillation process to produce anhydrous ethanol from fermentation broth, *Ind. Eng. Chem. Process Des. Dev.* 24, pags. 168–172.
- *Lei L.H., Duan Z.T., Xu Y.F., (1982)*. Study on extractive distillation with salt (II), *Petrochem. Technol. (China)* 11, pags. 404–409.
- *Lei Z., Chen B., Ding Z., (2005)*. *Special Distillation Processes*, first ed., Elsevier, Amsterdam.
- *Lei Z., Wang H., Zhou R., Duan Z., (2002)*. Influence of salt added to solvent on extractive distillation, *Chem. Eng. J.* 87, pags.149–156.
- *Llano-Restrepo M., Aguilar-Arias J., (2003)*. Modeling and simulation of saline extractive distillation columns for the production of absolute ethanol, *Comput. Chem. Eng* 27, pags. 527–549.
- *Luyben William L., (2008)*. Effect of Solvent on Controllability in Extractive Distillation, *Ind. Eng. Chem. Res*, 47, pags. 4425–4439.
- *Lynd L.R., Grethlein H.E., (1984)*. IHOSR/Extractive distillation for ethanol separation, *Chem. Eng. Prog.* 80, pags. 59–62.
- *Maciel, M. R. W., Brito (1995)*. R. P. Evaluation of the Dynamic Behavior of an Extractive Distillation Column for Dehydration of Aqueous Ethanol Mixtures. *Comput. Chem. Eng. (Suppl. 1)*, pags. 405–408.
- *Madson, P. y Monceaux D. (1995)*. Fuel ethanol production. Kelsall D.R., Murtagh J.E. *The Alcohol Textbook*. Nottingham: University Press, Lyons T.P., pags. 257-268.
- *MADTR (Ministerio de Ambiente y Desarrollo Territorial Resolución No.0447), (2003)*. Bogotá, Colombia; <http://www.alcaldiabogota.gov.co/sisjur/normas/Norma1.jsp?i=15720> (acceso Agosto 2013).
- Massimiliano Errico, Ben-Guang Rong, Giuseppe Tola, and Maurizio Spano, (2012). Optimal Synthesis of Distillation Systems for Bioethanol Separation. Part 1: Extractive Distillation with Simple Columns. *Ind. Eng. Chem. Res*, pags. A-H

- *Meirelles S., Weiss H., Herfurth, (1992)*. Ethanol dehydration by extractive distillation, J. Chem. Tech. Biotechnol, pags. 53-268.
- *Moritz J.W., Duff S.J.B., (1996)*. Simultaneous saccharification and extractive fermentation of cellulosic substrates, Biotechnol. Bioeng. 49, pags. 504–511.
- *Niederlinski, A., (1971)*. A heuristic approach to the design of linear multivariable control systems. Automatic, 7, pags. 691-701.
- *Noeres C., Kenig E.Y., Gorak A., (2003)*. Modeling of reactive separation processes: reactive absorption and reactive distillation, Chem. Eng. Process. 42, pags. 157-178.
- *Partin L.R., (1996)*. A case study in applying pc software: Fowsheet synthesis, in: Proceedings of Chemputers 4: Computer Tools for the Chemical Process Industries, Houston, Texas, pags. 11–13.
- *Pavan Kumar M.V., Kaistha N., (2008)*. Role of multiplicity in reactive distillation control system design, J. Process. Control. 18, pags. 692–706.
- *Ramos Manuel A., García-Herreros Pablo y Gómez Jorge M. (2013)* “Optimal Control of the Extractive Distillation for the Production of Fuel-Grade Ethanol”, I&EC research, pags. A-Q
- *Rong, B.-G. y Kraslawski, A., (2002)*. “Optimal Design of Distillation Flowsheets with a Lower Number of Thermal Couplings for Multicomponent Separations”, Ind. Eng. Chem. Res., Vol. 41, No. 23, pags. 5716-5726.
- *Rotha Tim, Kreis Peter, Górak Andrzej , (2013)*. Process analysis and optimisation of hybrid processes for the dehydration of ethanol, Chemical engineering research and design 91, pags. 1171–1185.
- *Rovaglio, M., Doherty, M. F (1990)*. Dynamics of Heterogeneous Azeotropic Distillation Columns. AIChE J., 36, pags. 39–52.
- *RPEEUS (Real Prospects for Energy Efficiency in the United States), (2010)*. The National Academies Press: Washington, DC.
- *Ruthven D.M., (1984)*. Principles of Adsorption and Adsorption Processes, John Wiley, New York.
- *Segovia - Hernández, J.G. , Alcántara – Ávila, J.R., Cabrera – Ruiz J., Hernández, S., Rong, B.G., (2007a)*. Design and Control Analysis of Thermally Coupled Configurations for Quaternary Distillations, In the Proceedings of European Symposium on Computer Aided Process Engineering - 17 (ESCAPE) , Edited by Valentin Plesu and Paul Serban Agachi, Elsevier (ISBN: 978-0-444-53157-5), Rumania, pags. 871 - 876.
- *Segovia - Hernández, J.G. , Bonilla - Petriciolet, A., Salcedo - Estrada, L.I., (2006a)*. Dynamic Analysis of Thermally Coupled Distillation Sequences with Unidirectional flows for the Separation of Ternary Mixtures , Korean J. Chem. Eng. , 23 (5), pags. 689 – 698.
- *Segovia - Hernández, J.G. , Hernández – Vargas, E.A., Márquez – Muñoz, J.A., Hernández, S., Jiménez, A., (2005a)*. Control Properties and Thermodynamic Analysis of Two Alternatives to Thermally Coupled Distillation Systems with Side Columns, Chem. Biochem. Eng. Q. J., 19 (4), pags. 325 - 332.
- *Segovia - Hernández, J.G. , Hernández, S., (2006b)*. Dynamic Behavior of Thermally Coupled Distillation Configurations for the Separation of Multicomponent Mixtures , Chem. Biochem. Eng. Q. J. , 20 (2), pags. 107 - 115.
- *Segovia - Hernández, J.G. , Hernández, S., Jiménez, A., (2002b)*. Análisis Dinámico de Secuencias de Destilación Térmicamente Acopladas, Información Tecnológica (Chile), 13 (2), pags. 103 – 108.
- *Segovia - Hernández, J.G. , Hernández, S., Jiménez, A., (2005c)*. Analysis of Dynamic Properties of Alternative Sequences to the Petlyuk Column , Comput. Chem. Eng. , 29, pags. 1389 – 1399.

- *Segovia - Hernández, J.G. , Hernández, S., Jiménez, A., Femat, R., (2005b)*. Dynamic Behaviour and Control of the Petlyuk Scheme Via a Proportional – Integral Controller with Disturbance Estimation, *Chem. Biochem. Eng. Q. J.* , 19 (3), pags. 243 -253.
- *Segovia - Hernández, J.G. , Hernández, S., Rico – Ramírez V., Jiménez, A., (2004)*. A Comparison of the Feedback Control Behavior between Thermally Coupled and Conventional Distillation Schemes, *Comput. Chem. Eng.* , 28, pags. 811 – 819.
- *Segovia - Hernández, J.G. , Hernández, S., Jiménez, A., (2002a)*. Control Behaviour of Thermally Coupled Distillation Sequences, *Trans IchemE Part A , (Chemical Engineering Research and Design)*, 80, pags. 783 - 789.
- *Segovia - Hernández, J.G., Hernández – Vargas, E.A., Márquez – Muñoz, J.A., (2007b)*. Control Properties of Thermally Coupled Distillation Sequences for Different Operating Conditions, *Comput. Chem. Eng.* , 31, pags. 867 – 874.
- *Seiler M., Jork C., Kavarnou A., Arlt W., Hirsch R., (2004)*. Separation of azeotropic mixtures using hyperbranched polymers or ionic liquids, *AIChE J.* 50 (10), pags. 2439–2454.
- *Stephanopoulos George, (1984)*. Chemical Process Control. An Introduction to Theory and Practice. 1ª Ed., Prentice Hall, New Jersey, EEUU., pags. 241-316.
- *Subramanian KA, Singal SK, Saxena M, Singhal S (2005)*. Utilization of liquid biofuels in automotive diesel engines: An Indian perspective. *Biomass Bioenergy* 29, pags. 65-72.
- *Szitkai, Z. et al., (2002)*. Optimization of hybrid ethanol dehydration systems. *Chemical Engineering and Processing*, Vol. 41, pags. 631.646.
- *Tavan Y., Hosseini S.H., (2013)*. Design and simulation of a reactive distillation process to produce high-purity ethyl Acetate. *J. Taiwan. Inst. Chem. Eng.* 44, pags. 577-585.
- *Tavan Yadollah, Hossein Hosseini Seyyed, (2013)*. A novel integrated process to break the ethanol/water azeotrope using reactive distillation- Part I: Parametric study. *Separation and Purification Technology*, pags 1-38.
- *Tedder, D. W., Rudd, D. F., (1978)*. Parametric Studies in Industrial Distillation, *AIChE*, 24, 2, pags. 303-315.
- *Triantafyllou, C., y Smith, R., (1992)*. The Design and Optimization of Fully Thermally Coupled Distillation Columns, *Trans. Inst. Chem. Eng.*, 70, pags. 118-132.
- *Vaca M., Jiménez-Gutiérrez A. y Monroy-Loperena R., (2007)*. Design of Petlyuk Distillation Columns Aided with Collocation Techniques, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 46, pag. 5365.
- *Wang S.J., Wong D.S.H., (2006)*. Control of reactive distillation production of high-purity isopropanol, *J. Process. Control.* 16, pags. 385–394.
- *Wang S.J., Wong D.S.H., Lee E.K., (2003)*. Effect of interaction multiplicity on control system design for a MTBE reactive distillation column, *J. Process. Control.* 13, pags. 503–515.
- *Wasylkiewicz S.K., Kobyłka L.C., Castillo F.J.L., (2003)*. Synthesis and design of heterogeneous separation systems with recycle streams, *Chem. Eng. J.* 92, pags. 201–208.
- *Wayman M, Parekh SR, (1990)*. Biotechnology of biomass conversion; Fuels and chemicals from renewable resources. Open University Press Milton Keynes.
- *Weilhammer C., Blass E., (1994)*. Continuous fermentation with product recovery by in-situ extraction, *Chem. Eng. Technol.* 17, pags. 365–373.
- *Zhang Q.K., Qian W.C., Jian W.J., (1984)*. Study on extractive distillation with salt (III), *Petrochem. Technol. (China)* 13, pags. 1–9.