



DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

OPCIÓN I.- TESIS

TRABAJO PROFESIONAL

**“EFECTO DEL DISEÑO DE CONTROL
SOBRE EL RENDIMIENTO Y
SELECTIVIDAD PARA REACCIONES
MÚLTIPLES REALIZADAS EN UN
REACTOR DE TIPO TUBULAR”.**

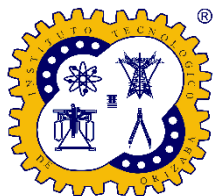
**QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:
MAESTRA EN CIENCIAS
EN INGENIERÍA QUÍMICA**

PRESENTA:

I.Q. MAGDALENA MANICA JAUREGUI

DIRECTOR DE TESIS:

DR. GALO RAFAEL URREA GARCÍA



DEDICATORIA

Dedico este trabajo a Dios por darme la paciencia y la sabiduría para terminarlo, también quiero dedicar mi tesis a mi querido novio Isai Garcia Rojas, este trabajo no hubiera sido posible sin tu apoyo, los ánimos que me brindaste en cada obstáculo que se presentaba eran la fuerza que tomaba para poder seguir adelante, gracias por compartirme tu conocimiento y experiencia, por explicarme tantas veces y ver las cosas desde otra perspectiva. Sin duda la maestría fue un reto pero tenerte de compañero lo convirtió en toda una aventura inolvidable, no hubiera podido elegir mejor compañero en esta etapa, gracias por tu apoyo inquebrantable y amor. A mi adorada familia quien es un pilar importante durante toda mi vida, a mi mamá Libia por siempre creer en mí y apoyarme en todas las decisiones que tomo, por aplaudir mis logros y consolar mis fracasos. Agradezco especialmente tu paciencia infinita durante las largas horas de estudio y tu comprensión durante los momentos de presión. Tu sabiduría y consejos han sido una guía invaluable que ha iluminado mi camino en los momentos de duda y confusión. Tu amor y motivación son y serán siempre la fuerza de mi vida. A mi padre por sus enseñanzas y sacrificios por siempre darnos todo lo necesario, por creer en mí, por confiar en mis decisiones y apoyarlas. A mi hermano por sus ocurrencias, compañerismo, apoyo y amor, mis logros y conocimientos te los debo también a ti, esperando que de alguna forma mi experiencia pueda servirte de ayuda en un futuro. A el resto de mi familia, especialmente mis tíos, quienes siempre han estado presente en toda mi vida, apoyando cada etapa y orando por mí. Familia su dedicación y sacrificio han sido la inspiración detrás de cada página escrita. A mis queridas amigas Arely, Ary y Charito, esta tesis se las dedico a ustedes también, por su valiosa amistad durante todos estos largos años, su apoyo incondicional, palabras de aliento y paciencia han sido mi roca en los momentos de desafío. A todos y cada uno de ustedes en esta dedicatoria han sido un pilar en el que me he apoyado, y su contribución va más allá de las palabras en una página. A medida que concluyó este proyecto, quiero que sepan que su compañía ha sido esencial en este logro y mi existencia.

RECONOCIMIENTOS

Deseo expresa mi más sincero agradecimiento a mi asesor de tesis el Dr. Galo Rafael Urrea García, por su paciencia durante estos dos años, por compartirme sus conocimientos para la realización de este proyecto, por brindarme de su tiempo y dedicación en todo momento, por impulsarnos a dar más de nosotros mismos e impulsarnos a buscar oportunidades más allá de lo que nosotros nos creemos capaces de hacer.

Quiero agradecer a todos los profesores que me ilustraron durante esta etapa y en especial a la Dra. Ofelia Landeta Escamilla por su entusiasmo, amabilidad y comprensión que siempre brinda a todos sus estudiantes.

Gracias al Instituto Tecnológico de Orizaba por abrirme las puertas nuevamente, por ser no solo una institución educativa excepcional, sino también un hogar donde he forjado amistades duraderas y recuerdos inolvidables.

Por ultimo y no menos importante quiero agradecer a CONAHCYT por la beca otorgada (1179911), por todas las oportunidades que brinda a nosotros los estudiantes de este país que desean continuar con un estudio de posgrado y por fomentar el desarrollo de la Ciencia y la Tecnología.

PRESENTACIÓN EN CONGRESOS

- 2023 Ponencia Effect of Control Design on Yield and Selectivity for Multiple Reactions in a Tubular Type Reactor. 9th International Conference on Control, Decision and Information Technologies (CoDIT). 3-6 Julio, Roma, Italia, 2023. (Manica et al., 2023).
- 2023 Ponencia Effect of Control Design on Yield and Selectivity for the Oxidation of O-Xylene to Phthalic Anhydride Carried Out in a Tubular Type Reactor. 7th World Conference on Smart Trends in Systems, Security and Sustainability (WorldS4 2023). 21-24 Agosto. London, UK (Manica et al., 2023).

PUBLICACIÓN EN REVISTAS

Manica, Jauregui, M., Luna, Solano, G., Cantú, Lozano, D., Urrea, García, G.R. (2023). Effect of Control Design on Yield and Selectivity for Multiple Reactions in a Tubular Type Reactor, 2023 9th International Conference on Control, Decision and Information Technologies (CoDIT), Rome, Italy, 2023, pp. 1500-1505, doi: 10.1109/CoDIT58514.2023.10284467.

PUBLICACIÓN EN LIBROS

Manica, Jauregui, M., Urrea, García, G.R., Cantú, Lozano, D., Luna, Solano, G. (2024). Effect of Control Design on Yield and Selectivity for the Oxidation of O-Xylene to Phthalic Anhydride Carried Out in a Tubular Type Reactor. In: Nagar, A.K., Jat, D.S., Mishra, D., Joshi, A. (eds) Intelligent Sustainable Systems. WorldS4 2023. Lecture Notes in Networks and Systems, vol 803. Springer, Singapore. ISBN 978-981-99-7568-6.



EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO

Instituto Tecnológico de Orizaba
División de Estudios de Posgrado e Investigación

Orizaba, Veracruz, **20/febrero/2024**

Dependencia: División de Estudios de
Posgrado e Investigación
Asunto: Autorización de Impresión
Opción: I

C. Magdalena Manica Jauregui
Candidata a Grado de Maestra en
Ciencias en Ingeniería Química
P R E S E N T E.-

De acuerdo con el Reglamento de Titulación vigente de los Centros de Enseñanza Técnica Superior, dependiente de la Dirección General de Institutos Tecnológicos de la Secretaría de Educación Pública y habiendo cumplido con todas las indicaciones que la Comisión Revisora le hizo respecto a su Trabajo Profesional titulado:

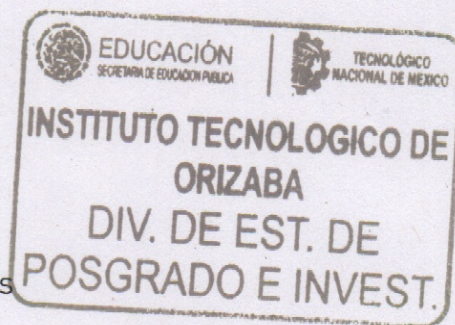
"Efecto del diseño de control sobre el rendimiento y selectividad para reacciones múltiples realizadas en un reactor de tipo tubular".

Comunico a usted que este Departamento concede su autorización para que proceda a la impresión del mismo.

ATENTAMENTE

Excelencia en Educación Tecnológica®
CIENCIA - TÉCNICA - CULTURA®

Dra. Ofelia Landeta Escamilla
Encargada de la División de Estudios
de Posgrado e Investigación



OLE/NAVC

OC-13-F06



Av. Oriente 9 Núm.852, Colonia Emiliano Zapata. C.P. 94320 Orizaba, Veracruz.
Tel. 01 (272)1105360 e-mail: dir_orizaba@tecnm.mx tecnm.mx | orizaba.tecnm.mx





EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO

Instituto Tecnológico de Orizaba
División de Estudios de Posgrado e Investigación

Orizaba, Veracruz, 29/enero/2024
Asunto: Revisión de trabajo escrito

C. CUAUHTÉMOC SÁNCHEZ RAMÍREZ
JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS
DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN
P R E S E N T E.-

Los que suscriben, miembros del jurado, han realizado la revisión de la Tesis del (la) C.

MAGDALENA MANICA JAUREGUI

La cual lleva el título de:

**EFFECTO DEL DISEÑO DE CONTROL SOBRE EL RENDIMIENTO Y SELECTIVIDAD PARA
REACCIONES MÚLTIPLES REALIZADAS EN UN REACTOR DE TIPO TUBULAR**

Y concluyen que se acepta.

ATENTAMENTE

Excelencia en Educación Tecnológica®
CIENCIA - TÉCNICA - CULTURA®

PRESIDENTE: DR. GALO RAFAEL URREA GARCÍA

SECRETARIO: DR. DENIS CANTÚ LOZANO

VOCAL: DRA. GUADALUPE LUNA SOLANO

VOCAL SUP.: DRA. ROSALÍA CERECERO ENRÍQUEZ

FIRMA

FIRMA

FIRMA

FIRMA

TA-09-18



Av. Oriente 9 Núm.852, Colonia Emiliano Zapata. C.P. 94320 Orizaba, Veracruz.
Tel. 01 (272)1105360 e-mail: dir_orizaba@tecnm.mx tecnm.mx | orizaba.tecnm.mx



2024
Felipe Carrillo
PUERTO
GOBIERNO DEL ESTADO DE VERACRUZ
GOBIERNO DEL INSTITUTO TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO

Declaración de originalidad y cesión de derechos

Orizaba, Veracruz, el día 20 del mes de Febrero del año 2024.

El(la) que suscribe

C. Magdalena Manica Jauregui

Declaro que esta tesis, que tiene una extensión de 104 cuartillas, ha sido escrita por mí y constituye el registro escrito del trabajo de la tesis titulada

"Efecto del diseño de control sobre el rendimiento y selectividad para reacciones múltiples realizadas en un reactor de tipo tubular"

del programa: Maestría en Ciencias en Ingeniería Química bajo la asesoría y dirección del (la) Dr. Galo Rafael Urrea García y no ha sido sometida en ninguna otra institución previamente.

Todos los datos y las referencias a materiales ya publicados están debidamente identificados con su respectivo crédito e incluidos en las notas bibliográficas y en las citas que se destacan como tal y, en los casos que así lo requieran, cuento con las debidas autorizaciones de quienes poseen los derechos patrimoniales. Por lo tanto, me hago responsable de cualquier litigio o reclamación relacionada con derechos de propiedad intelectual, exonerando de toda responsabilidad al Tecnológico Nacional de México campus Orizaba.

También declaro que, al presentar esta tesis, cedo los derechos del trabajo al Tecnológico Nacional de México campus Orizaba para su difusión, con fines académicos y de investigación, bajo las regulaciones propias de la institución y que si existe algún acuerdo de confidencialidad de la información lo haré saber en forma escrita para que se omitan las secciones correspondientes.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso del autor y del director del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a la siguiente dirección: depi_orizaba@tecnm.mx. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente de este.



Magdalena Manica Jauregui

RESUMEN

“Efecto del diseño de control sobre el rendimiento y la selectividad para reacciones múltiples realizadas en un reactor de tipo tubular”

Elaborado por: I.Q. Magdalena Manica Jauregui

Dirigida por: Dr. Galo Rafael Urrea García

La implementación de estructuras de control es de relevancia para la seguridad y eficiencia de los procesos aunando si la reacción que se emplea es de tipo múltiple consecutiva, donde juega un papel importante el control de las condiciones de operación para evitar la formación de productos no deseados, con ello obtener mejores valores de selectividad y rendimiento. Para ello se buscó analizar dos casos de estudio comprendidos dentro de las reacciones múltiples consecutivas, seguido de los modelos que describen el proceso para su posterior solución e implementación de un cambio escalón en la variable manipulada que permitió obtener los parámetros para construir el modelo de primer orden más tiempo muerto y con ello sintonizar el sistema de control. El sistema de control implementado fue un control de tipo cascada de dos lazos, el primario conformado por un control Proporcional Integral y un lazo secundario conformado por un control Proporcional. Por último se llevó a cabo la evaluación del sistema de control analizando las respuestas de la selectividad y el rendimiento. El análisis se realizó en 11 puntos de medición ubicados a lo largo del reactor, se obtuvo que la posición del sensor de medición no afecta los porcentajes obtenidos de selectividad y rendimiento, sin embargo estos parámetros si son afectados por el sistema de control, puesto que los porcentajes tienden a modificarse depende el tipo de perturbación inducida tendiendo a favorecer la obtención del producto deseado o no, según sea el caso. Dentro de la bibliografía se puede analizar el nivel de selectividad y rendimiento esperado para cada tipo de reacción, sin embargo no existe información detallada sí al implementar un sistema de control en la operación de reacciones consecutivas en un reactor tubular puede afectar el comportamiento de la selectividad y el rendimiento, de ahí la importancia de este trabajo.

ABSTRACT

"Effect of control design on yield and selectivity for multiple reactions in a tubular type reactor"

By: I.Q. Magdalena Manica Jauregui

Advisor(s): Dr. Galo Rafael Urrea García

The implementation of control structures is relevant for the safety and efficiency of the processes adding to this, if the reaction used is of consecutive multiple type, where control of operating conditions plays an important role to prevent formation of unwanted products, thereby obtaining better selectivity and yield values. To achieve this, we sought to analyze two study cases comprised of multiple consecutive reactions, from the models that describe the process for its subsequent solution and implementation of a step change in the manipulated variable that allowed to obtain the parameters to build the first order model more downtime and thus tune the control system. The control system implemented was a two-loop cascade control, the primary one consisting of an Proportional Integral control and a secondary loop formed by a Proportional control. Finally, the evaluation of the control system was carried out by analyzing selectivity and performance responses. The analysis was carried out at 11 measuring points located along the reactor, it was obtained that the position of the measuring sensor does not affect the percentages obtained of selectivity and yield, however these parameters if affected by the control system, as the percentages tend to change depending on the type of induced disturbance tending to favor the obtaining of the desired product or not, as the case may be. Within the literature, the level of selectivity and yield expected for each type of reaction can be analyzed, However there is no detailed information if implementing a control system in the operation of consecutive reactions in a tubular reactor can affect the behavior of selectivity and yield, hence the importance of this work.

ÍNDICE

LISTA DE FIGURAS.....	xii
LISTA DE TABLAS	xv
NOMENCLATURA	xvi
INTRODUCCIÓN	17
OBJETIVOS.....	19
CAPÍTULO 1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS	21
1.1. Reacciones químicas	21
1.2. Selectividad de una reacción	22
1.3. Rendimiento de una reacción.....	23
1.4. Influencia de la temperatura en la constante de velocidad	24
1.5. Reactores.....	24
1.5.1 Tipos de reactores	25
1.5.2 Reactores tubulares.....	27
1.6. Balances de materia y energía para el diseño de reactores	28
1.7. Sistema de control	30
1.8. Sistemas de control robustos	31
1.9. Sistemas de control en lazo abierto y lazo cerrado	31
1.10. Diagrama de bloques para un sistema de lazo cerrado	33
1.11. Efecto de las acciones de control.....	34
1.11.1 Efecto del control Proporcional (P)	34
1.11.2 El efecto del control Proporcional Integral (PI).....	35
1.11.3 Efecto del control Proporcional Integral Derivativo (PID)	36
1.12. Estructura de control en cascada.....	37
1.13. Sistemas de control para reacciones múltiples en reactores tubulares	38
1.14. Oxidación del benceno a anhídrido maleico	41
1.15. Oxidación del O-xileno a anhídrido ftálico	41
1.16. Antecedentes.....	42
1.17. Avances	44
CAPÍTULO 2. MATERIALES Y MÉTODOS.....	47
2.1. Selección de los casos de estudio y planteamiento del modelo matemático	48
2.2. Resolver numéricamente los modelos con los parámetros.....	52

2.2.1 Método de diferencias finitas	52
2.2.2 Método Runge-Kutta de cuarto orden	54
2.3. Caracterización del proceso	55
2.3.1 Aproximación de los numeradores de las constantes de tiempo.....	58
2.4. Diseño del control	59
2.5. Evaluación de la estructura de control	61
2.5.1 Integral Absoluta del Error (IAE)	61
2.5.2 Selectividad y rendimiento	62
CAPÍTULO 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	65
3.1. División del reactor	65
3.2 Perfiles de composición y temperatura	66
3.3 Caracterización del proceso.....	68
3.4 Parámetros de las funciones de transferencia que caracterizan el proceso	69
3.5 Diseño del control Proporcional (P).....	71
3.6 Diseño del control Proporcional Integral (PI)	72
3.7 Respuesta del sistema del sistema ante la implementación de perturbaciones	78
3.7.1 Respuesta del primer caso de estudio, oxidación del benceno a anhidrido maleico.	79
3.7.2 Respuesta del sistema, oxidación del benceno a anhidrido maleico evaluando con perturbaciones negativas.....	83
3.7.3 Respuesta del segundo caso de estudio, oxidación del o-xileno a anhidrido ftálico.	89
3.8 Evaluación del sistema de control en la oxidación del o-xileno a anhidrido ftálico con la velocidad de flujo como variable manipulada	94
3.8.1 Diseño del control Proporcional (P)	96
3.8.2 Diseño del control Proporcional Integral (PI).....	97
3.8.3 Evaluación del sistema ante la implementación de perturbaciones.....	99
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	110
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	112
ANEXOS.....	116

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1	Tipos de reactores de tanque (Charles y Thatcher, 2014).....	25
Figura 1.2	Tipos de reactores de tanque agitado de flujo continuo: a) tres reactores continuos en cascada; b) Cascada escalonada en forma vertical de tres reactores de tanque agitado (Charles y Thatcher, 2014).....	27
Figura 1.3	Reactor tubular de flujo tapón (Fogler, 2008).....	28
Figura 1.4	Balance de materia en la especie reactante de interés para un elemento de volumen (Charles y Thatcher, 2014).....	29
Figura 1.5	Balance de energía para un elemento de volumen (Charles y Thatcher, 2014).....	30
Figura 1.6	Diagrama de bloques para un sistema de control en lazo cerrado (Ogata, 2010).....	33
Figura 1.7	Efecto de la ganancia del controlador sobre la salida del controlador. (a) Controlador de acción directa. (b) Controlador de acción inversa (Smith y Corripio, 2014).....	35
Figura 1.8	Efecto de la ganancia en una respuesta de lazo cerrado para un sistema de primer orden con un control PID (Stephanopoulos, 1984).....	37
Figura 1.9	Estructura de control en cascada (Seborg <i>et al.</i> , 2016).....	38
Figura 1.10	Oxidación del benceno a anhídrido maleico (Chang R, 2002)....	41
Figura 1.11	Oxidación del O-xileno a anhídrido ftálico (Levenspiel, 2005)....	42
Figura 2.1	Diagrama de flujo a seguir para la elaboración del proyecto....	47
Figura 2.2	Reacción de oxidación del benceno a anhídrido maleico.....	48
Figura 2.3	Reacción de oxidación del o-xileno a anhídrido ftálico.....	50
Figura 2.4	Pendientes estimadas empleadas en el método de Runge-Kutta de cuarto orden (Chapra y Canale, 2007).....	55
Figura 2.5	Parámetros del modelo POMTM (Smith y Corripio, 1991).....	57
Figura 2.6	Esquema de control en cascada P/PI para una reacción en un reactor tubular.....	60
Figura 2.7	Integral Absoluta del Error (IAE) (Smith y Corripio, 1991).....	62
Figura 3.1	Ubicación de los puntos de medición.....	65
Figura 3.2	Perfil de (a) composición del anhídrido maleico, (b) temperatura de la fase líquida, (c) composición del benceno, (d) temperatura de la fase sólida.....	66
Figura 3.3	Perfiles de (a) concentración del anhídrido ftálico, (b) concentración del o-xileno y (c) temperatura de la fase líquida.....	67
Figura 3.4	Respuesta de la composición de anhídrido maleico (a) ante un cambio escalón del 5% en la temperatura de la chaqueta en el punto de medición 20% de la longitud del reactor y respuesta de la temperatura del reactor (b) ante la misma perturbación en el punto de medición seleccionado.....	68

Figura 3.5	Respuesta de la concentración del anhídrido ftálico (a) y la temperatura del reactor (b) ante un cambio escalón del -20% en la temperatura de la chaqueta en el punto de medición al 10% de la longitud del reactor (0.4 m).....	69
Figura 3.6	Respuesta de la composición del anhídrido maleico (a) y la temperatura de la chaqueta (b) ante una perturbación del 5% en la composición del benceno	79
Figura 3.7	Respuesta de la selectividad (a) y rendimiento (b) ante una perturbación del 5% en la temperatura de alimentación	80
Figura 3.8	Respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante una perturbación del 5% en la composición de alimentación del benceno.....	80
Figura 3.9	Respuesta de la composición del anhídrido maleico (a) y la temperatura de la chaqueta (b) ante una perturbación del 5% en la temperatura de alimentación.....	81
Figura 3.10	Respuesta de la selectividad (a) y rendimiento (b) ante una perturbación del 5% en la temperatura de alimentación.....	82
Figura 3.11	Respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante una perturbación del -5% en la temperatura de alimentación.....	82
Figura 3.12	Respuesta de la composición del anhídrido maleico (a) y la temperatura de la chaqueta (b) ante una perturbación del -5% en la composición del benceno.....	84
Figura 3.13	Respuesta de la selectividad (a) y rendimiento (b) ante una perturbación del -5% en la temperatura de alimentación.....	85
Figura 3.14	Respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante una perturbación del -5% en la composición de alimentación del benceno.....	85
Figura 3.15	Respuesta de la composición del anhídrido maleico (a) y la temperatura de la chaqueta (b) ante una perturbación del -5% en la temperatura de alimenta.....	86
Figura 3.16	Respuesta de la selectividad (a) y rendimiento (b) ante una perturbación del -5% en la temperatura de alimentación.....	87
Figura 3.17	Respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante una perturbación del -5% en la temperatura de alimentación.....	87
Figura 3.18	Respuesta de la composición del anhídrido ftálico (a) y la temperatura de la chaqueta (b) ante una perturbación del 10% en la concentración de alimentación del o-xileno.....	89
Figura 3.19	Respuesta de la selectividad (a) y rendimiento (b) ante una perturbación del 10% en la concentración de alimentación del o-xileno.....	90
Figura 3.20	Respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante una perturbación del 10% en la concentración de alimentación del o-xileno.....	90
Figura 3.21	Respuesta de la composición del anhídrido ftálico (a) y la temperatura de la chaqueta (b) ante una perturbación del 10% en la temperatura de alimentación.....	91

Figura 3.22	Respuesta de la selectividad (a) y rendimiento (b) ante una perturbación del 10% en la temperatura de alimentación.....	92
Figura 3.23	Respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante una perturbación del 10% en la temperatura de alimentación.....	92
Figura 3.24	Sistema implementado al proceso de oxidación de o-xileno a anhídrido ftálico, con la velocidad de flujo como variable manipulada.....	94
Figura 3.25	Respuesta de la concentración del anhídrido ftálico (a) y la temperatura del reactor (b) ante un cambio escalón del 10% en la velocidad de flujo en el punto de medición al 10% de la longitud del reactor (0.4 m).....	95
Figura 3.26	Respuesta de la composición del anhídrido ftálico (a) y la velocidad de flujo (b) ante una perturbación del 10% en la concentración de alimentación del o-xileno.	100
Figura 3.27	Respuesta de la selectividad (a) y rendimiento (b) ante una perturbación del 10% en la concentración de alimentación del o-xileno.....	101
Figura 3.28	Respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante una perturbación del 10% en la concentración de alimentación del o-xileno.....	101
Figura 3.29	Respuesta de la composición del anhídrido ftálico (a) y la velocidad de flujo (b) ante una perturbación del 10% en la temperatura de alimentación.....	102
Figura 3.30	Respuesta de la selectividad (a) y rendimiento (b) ante una perturbación del 10% en la temperatura de alimentación.	103
Figura 3.31	Respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante una perturbación del 10% en la temperatura de alimentación.....	103

LISTA DE TABLAS

Tabla 2.1	Parámetros para calcular la velocidad de reacción (Urrea y col. 2015).....	48
Tabla 2.2	Parámetros para los balances de materia y energía (Urrea y col. 2015).....	49
Tabla 2.3	Parámetros del proceso y condiciones de operación (Wu y Chen 2007).....	52
Tabla 3.1	Parámetros del modelo de primer orden de tiempo muerto para el primer caso de estudio.	70
Tabla 3.2	Parámetros del modelo de primer orden de tiempo muerto para el segundo caso de estudio.....	71
Tabla 3.3	Parámetros para el control Proporcional Integral, punto de medición al 20% de la longitud del reactor.....	74
Tabla 3.4	Parámetros del diseño de la estructura de control para los 11 puntos de medición, primer caso de estudio.....	75
Tabla 3.5	Parámetros para el control Proporcional Integral, punto de medición al 10% de la longitud del reactor.....	77
Tabla 3.6	Parámetros del diseño de la estructura de control para los 11 puntos de medición, segundo caso de estudio.....	78
Tabla 3.7	Valores de selectividad, rendimiento e Integral Absoluta de Error (IAE).....	83
Tabla 3.8	Valores de selectividad, rendimiento e Integral Absoluta de Error (IAE).....	88
Tabla 3.9	Valores de selectividad, rendimiento e Integral Absoluta de Error (IAE) para la oxidación del o-xileno a anhídrido ftálico.....	93
Tabla 3.10	Parámetros para la construcción del modelo de primer orden más tiempo muerto.....	96
Tabla 3.11	Parámetros para el control Proporcional Integral, punto de medición al 10% de la longitud del reactor.....	98
Tabla 3.12	Parámetros del diseño de la estructura de control para los 11 puntos de medición, oxidación del o-xileno a anhídrido ftálico... ..	99
Tabla 3.13	Valores de selectividad, rendimiento y IAE obtenidos en los 11 puntos de medición, para la oxidación de o-xileno a anhídrido maleico con la velocidad de flujo como variable manipulada.....	104
Tabla 3.14	Parámetros de los modelos.....	107

NOMENCLATURA

Símbolo	Descripción	Unidades
A_i	Factor exponencial	(s^{-1})
AM	Anhidrido maleico	
B	Benceno	
C_i	Concentración de la especie i	
E_i	Energía de activación	$(J\ mol^{-1})$
F_i	Flujo de la especie i	$(mol\ s^{-1})$
k	Ganancia del controlador	
k_i	Constante de velocidad de reacción	
R	Constante de los gases ideales	
S_B	Selectividad total de la especie B	
S_p	Selectividad de punto	
T	Temperatura	(K)
t	Tiempo	(s)
T_c	Temperatura de la chaqueta	(K)
T_f	Temperatura de la fase líquida	(K)
T_s	Temperatura de la fase sólida	(K)
V	Volumen	
Y_D	Rendimiento instantáneo	
z	Longitud del reactor	(m)
θ	Tiempo muerto	(s)
ΔH_i	Entalpia	$(J\ mol^{-1})$
τ_i	Tiempo integral	(s)
τ_D	Tiempo derivativo	(s)

INTRODUCCIÓN

Las transformaciones químicas de la materia son procesos que necesitan de condiciones controladas como concentración y temperatura, tales procesos se llevan a cabo en equipos llamados reactores, de los diferentes tipos de reactores el estudio del presente trabajo se centra en el tipo tubular, cuya característica principal es un cilindro por el cual la concentración de los materiales varían a lo largo del equipo de forma axial. Por ser equipos de amplio interés en la industria se tiene una gran inclinación en el estudio, diseño y evaluación de ellos; sin embargo, es importante considerar que en la vida real los equipos no operan de forma ideal es decir, existen variables que afectan la estabilidad del equipo, tales variables conocidas como perturbaciones pueden conducir a problemas que comprometen la seguridad del proceso. La implementación de un controlador ayudará a corregir tales perturbaciones, existen diferentes tipos de compensadores, no obstante el controlador proporcional integral es un elemento de control mayormente utilizado en la industria debido a que su acción integral crea un reajuste, de este modo elimina el corrimiento mejorando la respuesta de regulación. Por otro lado, el control proporcional permite ejecutar las acciones de control de forma más rápida para anticipar la corrección a las perturbaciones.

El control en cascada es una técnica de control de procesos la cual permitirá anticipar las perturbaciones mediante la medida de un punto secundario con un respectivo controlador, gracias a las diferentes estrategias de control se puede gozar de procesos más seguros; sin embargo, cada una de ellas se ve reflejada de forma diferente con base al comportamiento del proceso, característica que depende mucho del tipo de reacción que se esté considerando. El objetivo del actual trabajo es la evaluación de un sistema de control en reacciones múltiples, este tipo de reacciones puede tener otras transformaciones de los reactantes, generando componentes impuros no deseados, este factor influye en el desempeño de los reactores, como estos se deben operar al igual que como deben ser controlados para disminuir la obtención de productos no deseados, evaluar la selectividad y el rendimiento permitirá caracterizar

el funcionamiento de la reacción, el análisis de estos parámetros será de utilidad para definir como operar y controlar el proceso, así disminuir la obtención de productos no deseados, alcanzando una óptima conversión.

OBJETIVOS

Objetivo general

Evaluar el efecto del diseño de control sobre el rendimiento y selectividad de reacciones múltiples realizadas en un reactor tubular.

Objetivos específicos

- Seleccionar dos casos de estudio comprendidos dentro de las reacciones químicas múltiples de tipo consecutiva.
- Resolver el modelo dinámico del reactor tubular bajo las condiciones del caso de estudio seleccionado.
- Diseñar un sistema de control del tipo proporcional integral en cascada para un reactor tubular.
- Evaluar el efecto del diseño del controlador en el rendimiento y selectividad del caso de estudio.

CAPÍTULO 1

FUNDAMENTOS TEÓRICOS

CAPÍTULO 1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

1.1. Reacciones químicas

Una reacción química da lugar cuando existe una reordenación o redistribución de los átomos, teniendo las condiciones apropiadas se forman nuevas moléculas, efectuándose así una reacción química. La velocidad de reacción y todo lo relacionado a ella es analizada por la cinética, entendiendo como los enlaces se comportan, es decir como estos se forman o se rompen al igual que el cálculo de la energía y estabilidad. En ingeniería conocer de cinética es importante para hacer diseños satisfactorios de los equipos en los que se realizan a escala técnica.

Las reacciones que se escriben en una sola ecuación se les llama reacciones simples, sin embargo, existen reacciones en las que se precisa de más ecuaciones estequiométricas y se denominan múltiples, esto debido a que una sola ecuación no es suficiente para representar las variaciones de cada uno de los componentes.

Este tipo de reacciones múltiples se clasifican en serie como se muestra en la Ecuación 1.1 y en paralelo las cuales se pueden dividir en competitiva y simultanea como se observa en Ecuación 1.2 y 1.3 respectivamente.

Serie



Paralelo





Simultaneas

Esquemas más complicados como la ecuación 1.4



Donde la reacción anterior se encuentra en paralelo con respecto a B y en serie con respecto a A, R y S (Levenspiel, 2004).

Las reacciones en paralelo son un tipo de reacción donde no solo se forman los productos deseados, también otros productos no deseados en paralelo con la reacción principal, por otro lado, las reacciones en serie son un tipo de reacciones donde, los productos sufren una reacción adicional en serie a la reacción principal (Luyben, 2007).

1.2. Selectividad de una reacción

En una reacción química múltiple puede existir la producción de reactivos que no son deseados, al igual que aquellos que sí lo son. Existen dos parámetros importantes que ayudan a caracterizar el funcionamiento de la reacción, estos parámetros son la selectividad y el rendimiento.

La selectividad total o también denominada selectividad integrada es un parámetro que relaciona la cantidad formada de un producto con la formada de otro producto. Tanto la selectividad como el rendimiento es un parámetro relacionado por la conversión total o visto de otra forma es un parámetro relacionado por la fracción del reactante convertido en todos los productos (Smith, 1991).

Tomando la reacción que se muestra en la Ecuación 1.5:



La selectividad total de B será calculada mediante la relación de los rendimientos de B y C, como se muestra en la Ecuación 1.6.

$$S_B = \frac{x_B}{x_C} \quad (1.6)$$

La selectividad de punto se puede expresar de la siguiente forma (Ecuación 1.7), tomando en cuenta en que ambas reacciones son de primer orden e irreversibles:

$$S_p = \frac{\frac{dC_B}{dt}}{\frac{dC_C}{dt}} = \frac{k_1 C_A}{k_2 C_A} = \frac{k_1}{k_2} \quad (1.7)$$

la formación del producto es proporcional a la concentración de este si se toma como restricción que la densidad es constante, se puede definir la Ecuación 1.8 como la selectividad de punto (Smith, 1991):

$$S_o = \frac{C_B}{C_C} \quad (1.8)$$

1.3. Rendimiento de una reacción

El rendimiento se puede expresar mediante dos definiciones, donde la primera relaciona los flujos molares de reacción de un producto determinado y el de reacción del reactivo limitante, esta definición se denomina como rendimiento instantáneo y se expresa como la Ecuación 1.9:

$$Y_D = \frac{r_D}{-r_A} \quad (1.9)$$

La segunda definición corresponde a una relación de los moles del producto que se forma al final de la reacción y el número de moles del reactivo limitante que se consume, expresándose de la forma de la Ecuación 1.10 (Fogler, 2008):

$$\widetilde{Y}_D = \frac{N_D}{N_{A0} - N_A} \quad (1.10)$$

1.4. Influencia de la temperatura en la constante de velocidad

La forma funcional de la relación de la constante de velocidad fue proporcionada por Arrhenius en 1889 y es dependiente de la temperatura como se muestra en la Ecuación 1.11:

$$k = \bar{A} \exp \left[-\frac{E}{R T} \right] \quad (1.11)$$

Donde T es la temperatura en Kelvin, E significa la energía de activación y el factor pre exponencial $\bar{A}$, ambos factores no dependen en la temperatura absoluta. R es la constante de los gases ideales. La forma de Arrhenius de la constante de velocidad de reacción es una relación empírica, es decir está basada en la experimentación. La ley de Arrhenius presenta una relación lineal entre $\ln K$ y T^{-1} (Davis y Davis, 2003).

1.5. Reactores

Las fronteras en donde ocurre una reacción son llamadas reactores, en la práctica los reactores se comportan de forma diferente a la idealidad, en un sistema cerrado la composición de los materiales que reacción cambia con respecto al tiempo, si el sistema interacciona con el entorno intercambiando masa el sistema se maneja por lotes y la composición cambia con respecto a un elemento diferencial de volumen, si el reactor intercambia o no calor con el entorno o este puede mantener su temperatura

constante. Cada una de estas características da lugar a las diferentes clasificaciones de los reactores (Davis y Davis, 2003).

1.5.1 Tipos de reactores

En la industria se pueden encontrar dos tipos de reactores, clasificados en términos de configuración física, el reactor de tanque y el de tubo. En la Figura 1.1 se puede observar diferentes tipos de reactores de tanque, donde a continuación se van a describir. El reactor ideal de tanque es uno aquel en cual la agitación es tan eficiente que el contenido es uniforme en composición y temperatura a lo largo de todo el reactor. El reactor de tanque opera en diversos modos como; batch, semibatch y de flujo continuo, un reactor de tanque agitado puede ser operado en forma semibatch. En este modo el tanque esta parcialmente lleno con reactivo y reactivos adicionales se añaden progresivamente hasta la composición final deseada y constantemente se remueven productos, así como se van formando.

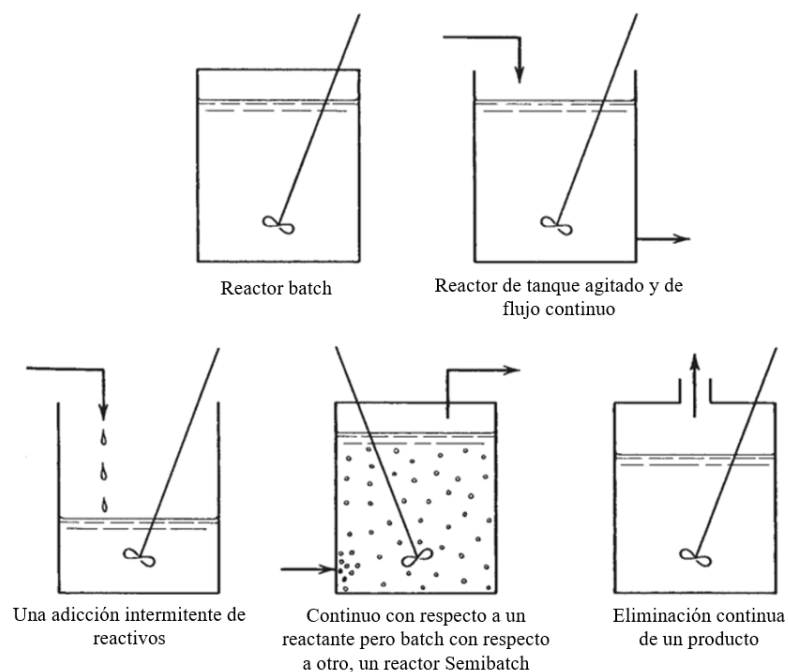


Figura 1.1 Tipos de reactores de tanque (Charles y Thatcher, 2014).

El reactor tubular ideal es aquel en el cual los elementos de la corriente homogénea del fluido reactante se mueven a través del tubo como un tapón que avanza de forma paralela al eje del tubo. Este patrón de flujo es referido como un flujo pistón. El perfil de velocidad es plano y se asume que no hay difusión axial.

Los reactores batch usualmente son utilizados para reacciones cuyos componentes se encuentran en estado líquida, especialmente cuando se requiere un nivel de producción bajo. Raramente son utilizados en escala industrial para reacciones en fase gaseosa, esto es debido a que los niveles de producción en reactores de tamaños razonables son pequeños. Este tipo de reactores son utilizados para producir pequeñas cantidades de materia, para producir varios productos diferentes de una pieza de equipo, y para situaciones en las que las consideraciones sanitarias son primordiales.

Los reactores agitados de flujo continuo son extensamente usados en procesos de la industria química. Es posible emplear múltiples tanques individuales en serie o unidades que contengan múltiples etapas dentro de un solo caparazón. Tener múltiples tanques es más caro, pero prevé más flexibilidad de uso, ya que se pueden modificar fácilmente si las características del proceso son modificadas. Para minimizar los requisitos y el mantenimiento de la bomba, los ingenieros a menudo eligen que el flujo opere por gravedad entre las etapas. Cuando los reactivos son de miscibilidad limitada, pero difieren en densidad la carcasa escalonada vertical se presta a la operación a contracorriente. Este enfoque es útil cuando se trata de reacciones reversibles entre fluidos inmiscibles. En la Figura 1.2 se muestran dos configuraciones de reactores agitados de flujo continuo (Charles y Thatcher, 2014).

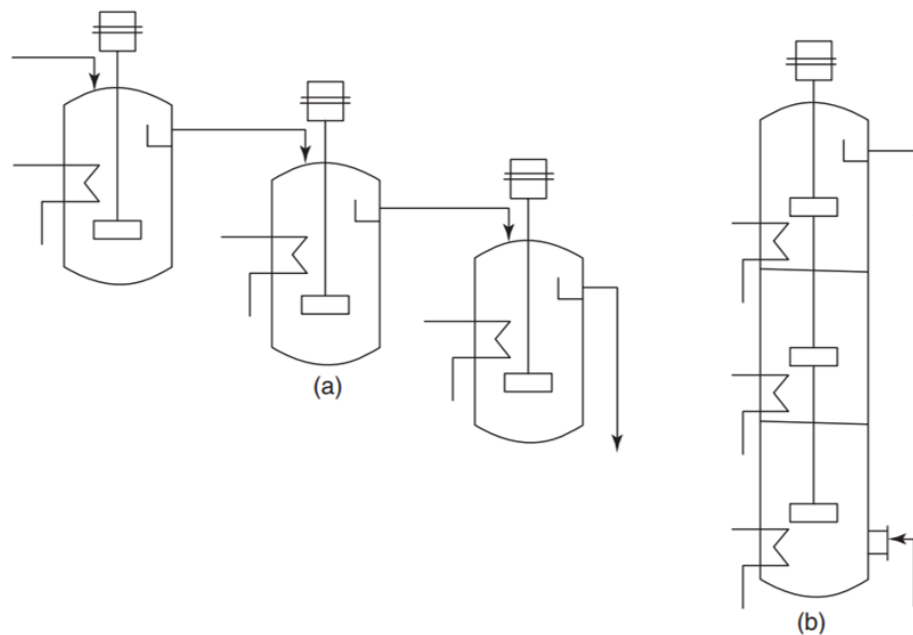


Figura 1.2 Tipos de reactores de flujo continuo en tanque agitado: a) tres reactores continuos en cascada; b) Cascada escalonada en forma vertical de tres reactores de tanque agitado (Charles y Thatcher, 2014).

1.5.2 Reactores tubulares

Los reactores tubulares son equipos muy empleados en la industria para reacciones que se encuentran en fase gaseosa, se distinguen por ser un cilindro que opera en estado estacionario y continuo, los reactivos son consumidos de forma continua conforme estos avanzan a lo largo de todo el reactor. El balance de moles en este tipo de reactores viene dado por la Ecuación 1.12, (Fogler, 2008):

$$F_{j0} - F_j + \int_V r_j dV = \frac{dN_j}{dt} \quad (1.12)$$

Es característico que este tipo de reactores cuente con una serie de tubos que lleven de forma continua los reactivos y por el otro lado se recogen de forma continua los productos. Debido a que alcanzan un estado estacionario son equipos aptos para llevar a cabo un control automático. Algunas de las configuraciones en las que se pueden encontrar los reactores tubulares son: de flujo axial, de flujo radial, de carcasa múltiple, con cambiadores de calor incorporados, horizontales, verticales.

Los reactores tubulares son conocidos como reactores de flujo tapón, debido a la aparición de gradientes de concentración en la dirección del flujo, lo que asemeja al flujo de un tapón en dirección del fluido como se puede ver en la Figura 1.3 (Perry, 2001).

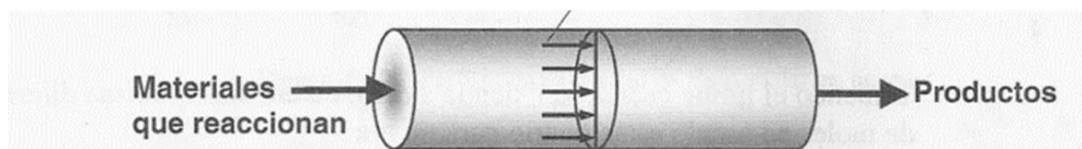


Figura 1.3 Reactor tubular de flujo tapón (Fogler, 2008).

1.6. Balances de materia y energía para el diseño de reactores

El análisis de los reactores en términos de balances de materia y energía difieren del análisis de otros procesos en que muchos toman en cuenta la tasa la velocidad a la que las que las especies moleculares se convierten de una forma química a otra y la velocidad a la que el proceso transforma la energía.

Cuando se combinan los balances de materia y energía en el reactor, las expresiones de las tasas de la reacción proporcionan un medio para determinar la tasa de producción y la composición del flujo de productos en función del tiempo. El estado estable y las variaciones del tiempo deben ser analizadas usando las relaciones fundamentales. Las diferencias en los análisis se deben a la retención de diferentes términos en las ecuaciones de los balances básicos.

Un balance de materia en la especie reactante de interés para un elemento de volumen puede ser escrito como se observa en la Figura 1.4.

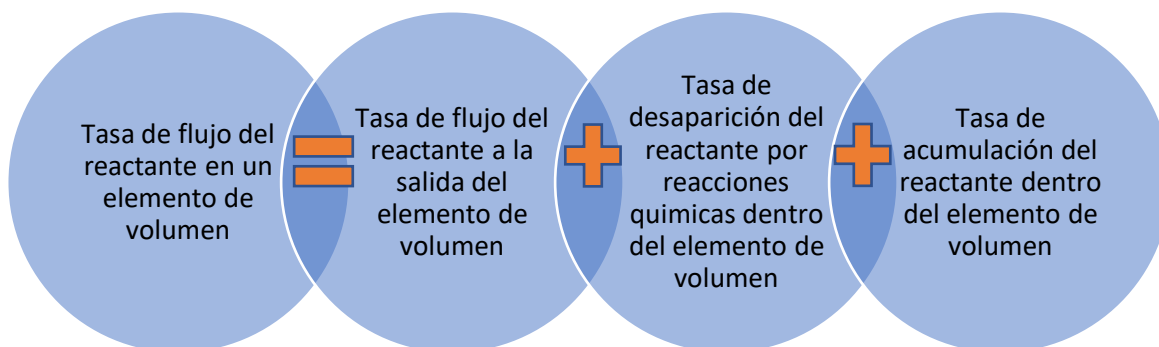


Figura 1.4 Balance de materia en la especie reactante de interés para un elemento de volumen (Charles y Thatcher, 2014).

O de forma resumida $\text{entradas} = \text{salidas} + \text{desaparición por reacción} + \text{acumulación}$.

Los términos de flujo representan el transporte convectivo y difusión dentro y fuera del elemento de volumen. El tercer término es el producto del tamaño del elemento de volumen y la tasa de reacción por unidad de volumen evaluado, usando las propiedades apropiadas para el elemento. El término final representa la tasa de cambio, resultante de los efectos de los otros tres términos.

Para los balances de energía cuando hay un gradiente de temperatura dentro del reactor es necesario utilizar un balance de energía en conjunto con el balance de masa para determinar la temperatura y la composición prevaleciente en cada punto del reactor en un tiempo en particular. El balance general para cada elemento de volumen sobre un incremento de tiempo puede ser escrito como se muestra en la Figura 1.5. Los términos correspondientes a la entrada de material al elemento de volumen y a la salida del mismo deben contener, además de la entalpía ordinaria de la materia, su energía cinética y potencial. Sin embargo, para todos los casos de interés en el diseño de reactores químicos, sólo el término de entalpía es significativo. Esto es debido a que sólo los cambios en la energía interna o entalpía pueden

evaluarse, las condiciones de referencia para el primer, tercero y cuarto término deben ser idénticos para poder lograr una ecuación internamente consistente.

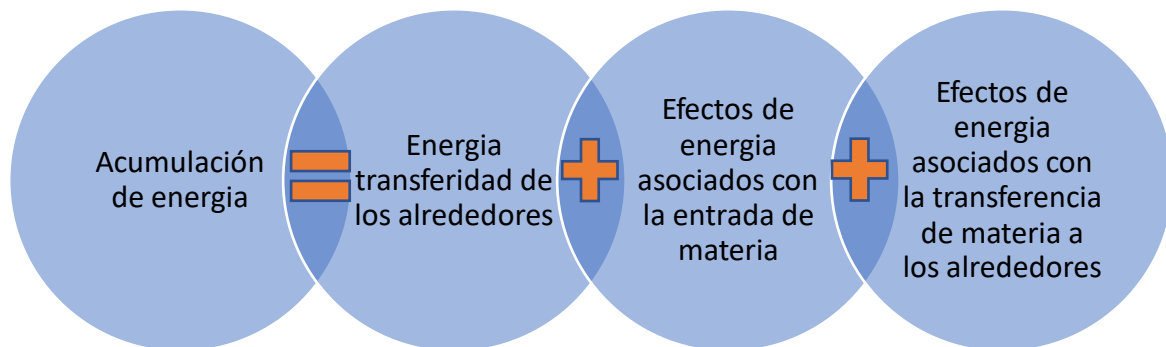


Figura 1.5 Balance de energía para un elemento de volumen (Charles y Thatcher, 2014).

1.7. Sistema de control

En la industria existen cientos de variables que intervienen en los procesos, las cuales es importante mantenerlas en determinados valores para que el proceso permanezca estable, tener operadores que las regulen no es una solución lógica debido a que se necesitan demasiados, la aplicación del control automático de procesos es preferible, por control automático de procesos se refiere a una serie de instrumentos que controlan el proceso de forma automática, implementando un sistema de control, cuyos componentes básicos son; el sensor, transmisor, controlador y el elemento final de control (válvula, bomba, motores o transportadores) (Smith y Corripio, 1991).

Los componentes antes mencionados tienen la importancia de realizar tres operaciones elementales en un sistema de control:

Medición: la acción que se ejecuta sobre la variable a controlar en el proceso, esta operación es posible mediante un sensor y transmisor.

Decisión: una vez realizada la medición, se debe hacer que la variable permanezca en el valor deseado, el controlador decide que hacer para lograrlo.

Acción: para modificar la variable al valor deseado se debe realizar una acción, resultado de la decisión tomada por el controlador, esta acción es realizada por el elemento final de control (Smith y Corripio, 2014).

1.8. Sistemas de control robustos

Obtener un modelo matemático de la planta o el objeto de control es el paso inicial para el diseño de un sistema de control. La planta puede considerarse como una pieza del equipo, un set de las partes de una máquina que funcionen en conjunto, aquello que tenga el objetivo de realizar una operación particular en conjunto. Cualquier modelo de una planta a la cual queremos controlar debe incluir un error en el modelo del proceso y un control robusto es un sistema que está diseñado basándose en esta aproximación (Ogata, 2010).

1.9. Sistemas de control en lazo abierto y lazo cerrado

Un sistema de control por retroalimentación es aquel que relaciona la salida del sistema y la entrada de referencia mediante una comparación entre estos parámetros y a su vez usando la diferencia como un medio de control. Este tipo de sistemas de control no son limitados para ingeniería, pueden ser encontrados en varios campos de nano ingeniería también.

Con frecuencia los sistemas de control retroalimentados hacen referencia a sistemas de control de lazo cerrado, en términos prácticos la señal de error de accionamiento, la cual es la diferencia entre la señal de salida y la de retroalimentación, se alimenta

al controlador con el objetivo de reducir el error y brindar una salida del sistema en el valor deseado. Implica el uso del control de retroalimentación como una acción para reducir el error en el sistema.

Los sistemas cuyas salidas no tienen efecto en las acciones de control son llamados sistemas de lazo abierto. En cualquier sistema de control de lazo abierto la salida no es comparada con la referencia de entrada. Por cada dato de referencia en la entrada le corresponde una condición de operación fija, como resultado la exactitud del sistema depende de una calibración. En la presencia de perturbaciones no realizara una tarea deseada.

Las perturbaciones se refieren a señales de cambios o alteraciones en un sistema o al proceso que pueden tener efectos significativos. Pueden ser físicas, químicas, biológicas o ambientales, y pueden ser causadas por factores internos o externos, es interna si proviene dentro del sistema, si la perturbación es generada fuera del sistema y es una entrada, es llamada perturbación externa.

Una ventaja de un sistema de control cerrado es el que el uso de la retroalimentación hace que la respuesta del sistema sea insensible a perturbaciones de variaciones internas en los parámetros del sistema. El sistema de control en lazo abierto es fácil de construir por que la estabilidad no es un problema mayor, por otro lado, la estabilidad si es un gran problema para un sistema de lazo cerrado, la cual puede tender a sobre corregir los errores y causar oscilaciones constantes o cambios de amplitud. Este tipo de sistemas de control tiene ventajas cuando las perturbaciones son impredecibles o impredecibles variaciones en los elementos que conforman el sistema. Los sistemas de control en lazo cerrado son más altos en cuestión de costos y poder (Ogata, 2010).

1.10. Diagrama de bloques para un sistema de lazo cerrado

El diagrama de bloques para un sistema de lazo cerrado se muestra en la Figura 1.6, la salida $C(s)$ es la corriente que se retroalimenta al proceso, donde es comparado con la referencia en la entrada $R(s)$. La salida del bloque $C(s)$ en este caso, es obtenida multiplicando la función de transferencia $G(s)$ por la entrada al bloque, $E(s)$. cualquier sistema de control lineal debe ser representado por un diagrama de bloque que consista de bloques, puntos de suma y puntos de ramificación.

La señal de salida, debe ser convertida en una fuerza, posición o voltaje antes de ser comparada con la señal de entrada. Esta conversión se logra por el elemento de retroalimentación cuya función de transferencia es $H(s)$.

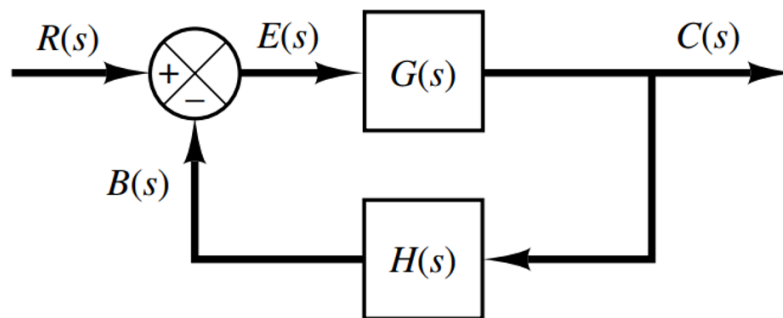


Figura 1.6 Diagrama de bloques para un sistema de control en lazo cerrado (Ogata, 2010).

La función de transferencia para el sistema descrito en la Figura 1.6 es mostrada en la Ecuación 1.13:

$$\frac{C(s)}{R(s)} = \frac{G(s)}{1 + G(s)H(s)} \quad (1.13)$$

1.11. Efecto de las acciones de control

Aunque el control proporcional puede ser usado solo, no es el caso para las acciones de control integrales o derivativas. Controles Proporcional Integral (PI) y Proporcional Integral y Derivativo (PID) son los controladores más usuales empleando modos de control integrales y derivativas (Stephanopoulos, 1984).

1.11.1 Efecto del control Proporcional (P)

El efecto del control proporcional es mover la salida de forma proporcional a la desviación de la variable controlada respecto al punto de ajuste, la Ecuación 1.14 muestra la función de un control proporcional, (Perry, 2001).

$$m(t) = \bar{m} + K_c e(t) \quad (1.14)$$

$m(t)$ = salida del controlador (variable manipulada).

K_c = ganancia del controlador.

$\bar{m}$ = valor base (Smith y Corripio 2014).

El control Proporcional P es el menos complejo de los controladores, puede ejecutar la acción proporcional sola. Trabaja mediante un parámetro denotado como K_c el cual se refiere a la ganancia del controlador. La proporcionalidad de este control está dada por la ganancia K_c . Teniendo un sistema donde la variable controlada es $c(t)$ y la salida del controlador es $m(t)$, si la ganancia es positiva se observará un incremento en la variable controlada $c(t)$, debido a que existe un decremento en la salida del controlador, el resultado es una acción de control inversa. Por otro lado, si K_c es negativa se obtiene una acción de control directa. La ganancia del controlador

Proporcional dictamina cuando cambiara la salida para un cambio dado en el error, en el Figura 1.7 se puede observar el efecto que tiene la ganancia del controlador sobre la salida del mismo para una acción de control directa e inversa (Smith y Corripio, 2014).

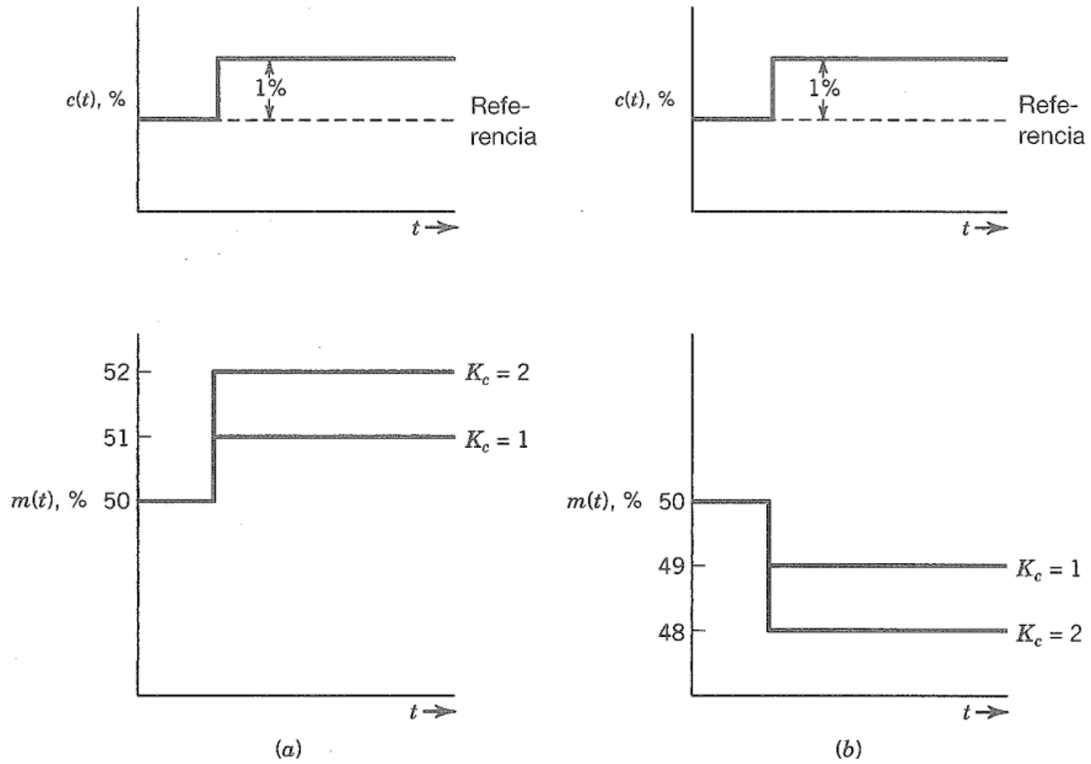


Figura 1.7. Efecto de la ganancia del controlador sobre la salida del controlador. (a) Controlador de acción directa. (b) Controlador de acción inversa (Smith y Corripio, 2014).

1.11.2 El efecto del control Proporcional Integral (PI)

La acción integral que se introduce a este tipo de control logra eliminar la desviación al mover la salida del a una velocidad proporcional a la desviación del punto de ajuste, como se muestra en la Ecuación 1.15 (Perry, 2001).

$$m(t) = \bar{m} + K_c e(t) + \frac{K_c}{\tau_i} \int e(t) dt \quad (1.15)$$

τ_i =tiempo integral (o de reajuste) dada en minutos o segundos (Smith y Corripio 2014).

El control PI combina la acción proporcional y la integral conduce a los siguientes efectos de respuesta; el orden de la respuesta incrementa y el offset es eliminado. Como K_c (la ganancia) incrementa la respuesta se vuelve más rápida y más oscilatoria a los cambios del set point. Los valores grandes de K_c crean una respuesta muy sensible y puede dirigir a la inestabilidad. Para el tiempo integral τ_i decrece, para la constante K_c la respuesta se vuelve más rápida, pero con más oscilaciones y con sobre impulsos y decaimiento más altos (efecto del modo integral) (Stephanopoulos, 1984).

1.11.3 Efecto del control Proporcional Integral Derivativo (PID)

En el control PID el modo derivativo desplaza la salida del controlador en función de la velocidad de cambio de la variable controlada, añadiendo un adelanto al controlador mejorando la velocidad de respuesta, en la Ecuación 1.16 se muestra la función de un control PID (Perry, 2001).

$$m(t) = \bar{m} + K_c e(t) + \frac{K_c}{\tau_i} \int e(t) dt + K_c \tau_D \frac{de(t)}{dt} \quad (1.16)$$

τ_D =tiempo derivativo, dado en minutos o segundos (Smith y Corripio, 2014).

La presencia de la acción integral a lenta la respuesta del sistema en lazo cerrado. Para incrementar la velocidad de respuesta del sistema en lazo cerrado, se puede incrementar el valor de la ganancia K_c , pero esto vuelve más oscilaría el sistema y puede introducir inestabilidad. La introducción de la acción derivativa brinda estabilidad a los efectos del sistema. Se puede lograr una respuesta aceptable si se selecciona un valor apropiado de la ganancia mientras se mantenga moderados sobre impulsos y decaimientos.

La Figura 1.8 resume el efecto del control PID con una respuesta al proceso controlado. Nótese que el incremento de K_c permite una respuesta rápida (Stephanopoulos, 1984).

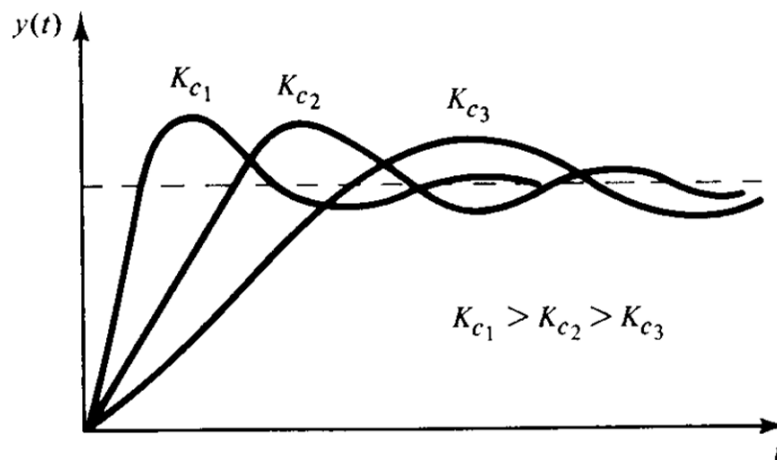


Figura 1.8 Efecto de la ganancia en una respuesta de lazo cerrado para un sistema de primer orden con un control PID (Stephanopoulos, 1984).

1.12. Estructura de control en cascada

Una desventaja de un control convencional de retroalimentación es que la acción correctiva para las perturbaciones presentes no inicia hasta después de que la variable de control se desvía del punto de ajuste. Los controles por retroalimentación ofrecen una larga mejora sobre los controles de retroalimentación para procesos que tienen largas constantes de tiempo o retardos. Los controles por retroalimentación requieren de perturbaciones que puedan ser medidas explícitamente y que el estado estable o el modelo dinámico del proceso esté disponible para calcular la salida del controlador, en la Figura 1.9 se muestra un esquema de control usando un control en cascada, cuya configuración consiste en un lazo de control primario y uno secundario. La primera medida es la temperatura del aceite caliente que es usada por el primer controlador para estabilizar el punto de ajuste del segundo lazo de control. La medida

secundaria es la presión del combustible gaseoso, la cual es transmitida al control esclavo. Si una perturbación en la presión ocurre, el controlador de presión actuara rápidamente para mantener la presión del combustible gaseoso en el punto de ajuste.

El control en cascada consta de dos características:

- La señal de salida del control primario sirve como el punto de ajuste para el control secundario.
- El segundo lazo de retroalimentación es anidado, con el lazo de control secundario, localizado dentro del primer lazo de control (Seborg *et al.*, 2016).

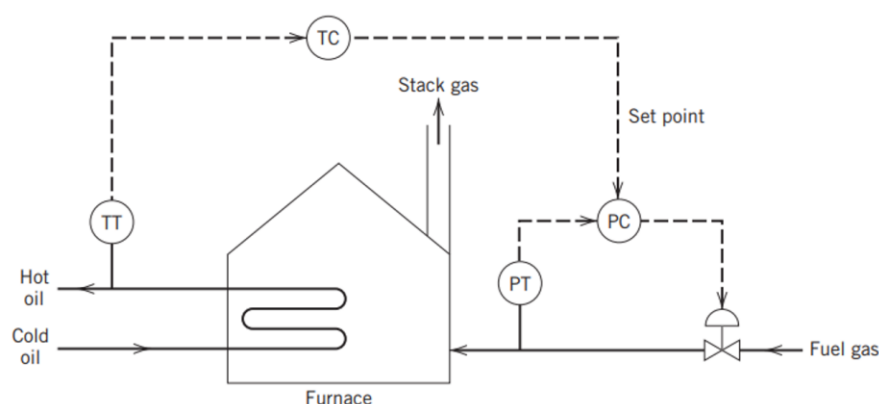


Figura 1.9 Estructura de control en cascada (Seborg *et al.*, 2016).

1.13. Sistemas de control para reacciones múltiples en reactores tubulares

Cuando una o más reacciones exotérmicas se ejecuta en un reactor tubular no isotérmico y no adiabático, el perfil de temperatura exhibe casi inevitablemente un valor máximo, que suele denominarse punto caliente. Morbidelli y Varma (1989), desarrollaron un criterio de sensibilidad paramétrica térmica en contexto de las reacciones individuales basadas en la aparición de un máximo en el valor de sensibilidad del hot-spot con respecto a cualquiera de los parámetros del modelo de entrada, los autores extienden su trabajo a los casos donde dos reacciones paralelas o consecutivas ocurren simultáneamente en un reactor tubular, demostrando que el

criterio es válido en estos casos y puede ser usado para identificar condiciones críticas de funcionamientos que separan el comportamiento sensible del reactor del no sensible, permitiendo a su vez ampliar el análisis de la sensibilidad a otras magnitudes como el rendimiento y la selectividad a la salida de un reactor cuya longitud es fija.

Por otro lado, la aplicación y el funcionamiento de las mediciones en los procesos pueden ser bastante caros. El coste de adquisición y mantenimiento de sensores que pueden implementarse para la supervisión y/o el control a menudo constituyen un obstáculo, por ello Van den Berg *et al.* (1999), investigaron la posición óptima de los sensores para la estimación del estado de una unidad de operación, desarrollando criterios de selección para la ubicación óptima de los sensores de concentración y temperatura, mediante la definición de un grado de observabilidad para una reacción consecutiva, la oxidación parcial del benceno a anhídrido maleico en un reactor tubular. El estado del sistema es formado por perfiles de concentración y temperatura a través de la longitud del reactor, el cual fue determinado a partir de las medidas de una de estas variables, así como la comparación de 4 mediciones, 2 usadas para productos y reactantes y dos medidas de temperatura. Aportando que los métodos desarrollados por los autores en este trabajo pueden servir como herramientas de detección temprana, evitando la necesidad de especificar las características de rendimiento de los sensores reales.

Otro aspecto a considerar para el control de procesos es naturalmente el diseño de los controladores, aunque el controlador PID sólo tiene tres parámetros, no es fácil diseñar un controlador, sin un procedimiento sistemático y poder encontrar buenos valores (ajustes) para ellos. Las reglas de ajuste presentadas en el trabajo de Skogestad y Grimholt (2012), para la sintonización de los controladores PID buscan que sean sencillas y que den como resultado un buen comportamiento en lazo cerrado considerando que: las reglas de sintonía deben estar bien motivadas, y de preferencia basadas en modelos y derivadas analíticamente, deben ser sencillas y fáciles de memorizar y deben funcionar bien en una amplia gama de procesos. Los autores hacen mención del sencillo procedimiento SIMC de dos pasos que satisface estos

objetivos; primero obtener un modelo de primer o segundo orden más retardo y posteriormente derivar los ajustes del controlador basados en el modelo. Los ajustes PI resultan si partimos de un modelo de primer orden, mientras que los ajustes PID resultan de un modelo de segundo orden.

Como se mencionó anteriormente en el trabajo de Van den Berg *et al.* (1999), la ubicación óptima de sensores es una herramienta útil de detección temprana que sirve de ayuda en la seguridad de los procesos industriales químicos, los reactores son elementos importantes en estos procesos y la operación del control automático ayuda a mantener la seguridad en las operaciones. Hernández *et al.* (2017), analizaron un caso de estudio en un reactor tubular, en el cual se desarrolla la reacción de oxidación del etileno para la producción de óxido de etileno, implementaron una estructura de control variable constituida por controladores en cascada compuestos por un lazo primario que regula la concentración de salida y un lazo secundario que regula la temperatura en un punto de la longitud del reactor, 4 controladores convencionales correspondientes a los cuatro puntos de medición de temperatura, que mostraron el mejor desempeño evaluado frente a las perturbaciones en composición y temperatura, dichos controladores constituidos por un lazo de control primario (composición) y un lazo de control secundario (temperatura). Como resultado de la implementación de cuatro secuencias de perturbaciones y un cambio de entalpía de -15% con el fin de presentar incertidumbre en el proceso, mostraron que la estructura de control variable presentaba mejor desempeño en la secuencia de perturbaciones en la alimentación, haciendo uso de sus dos puntos de medición permite enfrentar fallas de mediciones, comparado con el controlador convencional.

1.14. Oxidación del benceno a anhídrido maleico

El anhídrido maleico es uno de los intermedios de síntesis petroquímicos y orgánicos más importantes. Se utiliza como base para mejorar la producción de plástico resistente al desgaste, aditivos lubricantes, cosméticos, ingredientes farmacéuticos, suplementos nutricionales y otros productos valiosos. Uno de los métodos de producción más prometedores es la oxidación catalítica del benceno como se muestra en la Figura 1.10. Este proceso se ha estudiado durante algún tiempo, pero el interés en él no ha culminado y el trabajo en esta área sigue siendo relevante. (Dosumov y Ergazieva, 2012)

Es un compuesto también nombrado anhídrido toxílico, 2,5-furandiona, tiene un punto de fusión de 60 °C, es un reactivo bastante toxico. Es un producto que puede obtenerse mediante diversos mecanismos, uno de ellos es la oxidación del benceno como se puede observar en la Figura 1.10 (Chang R, 2002).

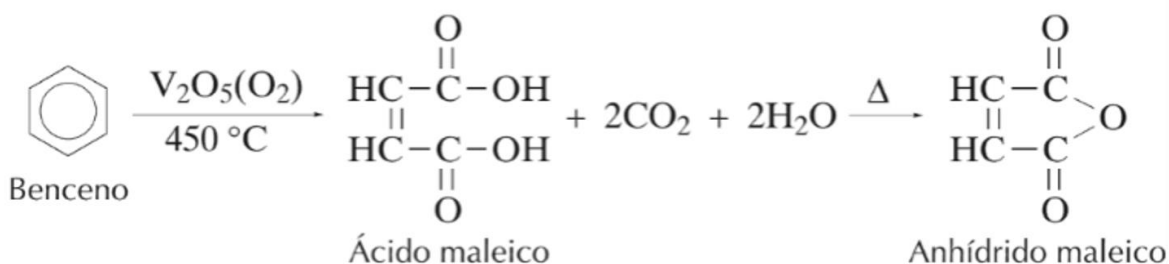


Figura 1.10 Oxidación del benceno a anhídrido maleico (Chang R, 2002).

1.15. Oxidación del O-xileno a anhídrido ftálico

El anhídrido ftálico se puede obtener mediante la oxidación del o-xileno, sin embargo, una reacción violenta y no controlada lleva a producir únicamente CO₂ y H₂O, cuando la oxidación se lleva a cabo de manera suave y en condiciones controladas se obtiene

cantidades significativas de anhídrido ftálico. El mecanismo de la reacción de la oxidación del o-xileno se puede observar en la siguiente Figura 1.11 (Levenspiel, 2005).

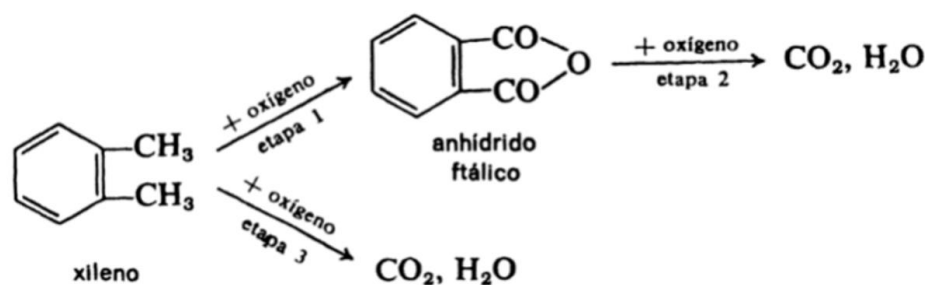


Figura 1.11 Oxidación del O-xileno a anhídrido ftálico (Levenspiel, 2005).

1.16. Antecedentes

La implementación de sistemas de control en los equipos es necesaria para la economía y seguridad del proceso, numerosas investigaciones se han enfocado a analizar diferentes estructuras de control y el efecto de ellas en el proceso, para diferentes estudios de reacciones químicas, como es el caso del presente trabajo donde se propone evaluar el efecto de una estructura de control, pero incluyendo los conceptos de selectividad y rendimiento para reacciones múltiples.

Como se hizo mención el control de procesos es relevante en el diseño de un equipo, sin embargo, otro factor importante a considerar es el diámetro del reactor, porque está directamente relacionado con la eliminación del calor. Muscalu *et al.* (2018), ejemplificaron la influencia de la variable de diseño en la elección del set point cuando aplican el método frontal de Pareto óptimo con el cálculo de las condiciones de frontera, haciendo uso de los criterios de sensibilidad generalizada de Morbidelli y Varma, la ejemplificación fue desarrollada en un reactor tubular industria de lecho fijo utilizado para la oxidación catalítica del benceno a anhídrido maleico.

Wu *et al.* (2019), trabajaron con la reacción de la síntesis del anhídrido ftálico mediante la oxidación del o-xileno debido a que es una reacción exotérmica extremadamente alta e importante, usando ANSYS Fluent y otras plataformas informáticas para ampliar las utilidades de la dinámica de fluidos computacional, buscaron maximizar el rendimiento del producto y suprimir la temperatura del hot spot, considerando un reactor de lecho fijo. La formulación de un modelo de control predictivo MPC lleva la salida del proceso al punto de ajuste deseado y suprime la magnitud de la temperatura del hot spot para evitar la desactivación del catalizador, desarrollando un modelo de regresión de conjunto, el cual se combina con el modelo de dinámica computacional CFD y el MPC para crear un sistema de lazo cerrado vinculado a ANSYS. Mediante una simulación demuestran la eficacia del enfoque y robustez del circuito que proponen.

El estudio realizado por Dixon y Wu (2020), presenta un análisis de sistema de termopozos para el monitoreo de las temperaturas, para la reacción de la oxidación parcial del o-xileno a anhídrido ftálico efectuada en un reactor de lecho, mediante una simulación computacional de dinámica de fluidos, demostrando que las mediciones realizadas de la reacción exotérmica deben ser tratados con cautela, como la posición del hot spot y su localización en un lecho no instrumentado puede ser diferente de aquellos que son medidos con un tubo con termopozos.

Por otro lado, las operaciones para reacciones catalíticas y exotérmicas en reactores tubulares presentan retos especiales. Zuluaga *et al.* (2020), identificaron condiciones de operación seguras para la reacción catalítica de oxidación del o-xileno para producir anhídrido ftálico, proporcionando los valores de los parámetros para definir las condiciones de operación estable para diferentes configuraciones de los reactivos. Los resultados obtenidos fueron comparados con los de la literatura, concluyendo que los beneficios de los modelos cinéticos detallados por los autores incluyen la posibilidad de analizar la selectividad del producto como criterio adicional para la selección de las condiciones de operación del reactor y la metodología presentada puede adaptarse a rigurosas cinética, reactores y modelos de sensibilidad, lo que

podría proporcionar resultados significativos para el diseño y la operación del reactor.

Muller *et al.* (2021), examinaron las descripciones teóricas de modelos para la oxidación parcial del o-xileno a anhídrido ftálico cubriendo todas las escalas de modelación de sitios activos y pasos elementales, así como los modelos de los reactores en todas las escalas de longitud, desde laboratorio hasta producción de laboratorio.

Cortes *et al.* (2021), implementaron un software para la determinación de un modelo de error en un reactor tubular, el resultado de un ajuste de temperatura y composición para la compensación del error, para el caso de estudio del proceso de obtención del anhídrido maleico mediante la oxidación del benceno, una reacción consecutiva. Caracterizaron el proceso con un cambio escalón del 1% en la temperatura de chaqueta del reactor, después de 5 segundos de operación se obtuvieron las respuestas del flujo molar del anhídrido maleico y la temperatura del proceso, determinando que la implementación de modelos numéricos es de gran importancia para estimar la viabilidad de un proceso, el desarrollo de software especializados permite obtener y analizar información de procesos químicos, dando una buena opción para disminuir el tiempo de operaciones o pruebas.

1.17. Avances

El trabajo llevado a cabo por Reséndiz (2011), es una investigación previa realizada por el grupo de investigación en donde se desarrollará la presente tesis, el objetivo del trabajo consistió en evaluar estrategias de control para la temperatura del equipo estudiado (reactor tubular) y para la composición del producto obtenido de una reacción exotérmica, irreversible de primer orden, haciendo que el desempeño del equipo ante perturbaciones fuera aceptable mediante la implementación de un sistema de control PI/PID, empleando un método de sintonizado basado en IMC (Internal Model Control).

Por otro lado Hernández (2018), trabajó en una evaluación de estrategias de control para compensar factores de incertidumbre que afectan la composición del producto y errores en el modelamiento, de forma que en presencia de perturbaciones, el desempeño del reactor tubular sea aceptable, abordando la reacción del proceso para producir anhídrido ftálico mediante la oxidación del o-xileno, Hernández desarrolla en su tesis la evaluación del desempeño de la estructura de control variable en cascada comparadora con el desempeño de estructuras de control es cascada convencional. Esto ha servido para tener una idea general del estudio y comprender la teoría de estructuras de control implementadas a reacciones múltiples.

CAPÍTULO 2

MATERIALES Y MÉTODOS

CAPÍTULO 2. MATERIALES Y MÉTODOS

El procedimiento a seguir para el cumplimiento de los objetivos consiste primeramente en realizar una revisión bibliográfica de los temas referentes. La metodología a seguir para el presente trabajo se muestra a continuación resumida en el diagrama de flujo de la Figura 2.1 y posteriormente una descripción de cada etapa. Los materiales a utilizar para el desarrollo del proyecto son equipo de cómputo personal y el uso del programa Fortran Force 2.0.

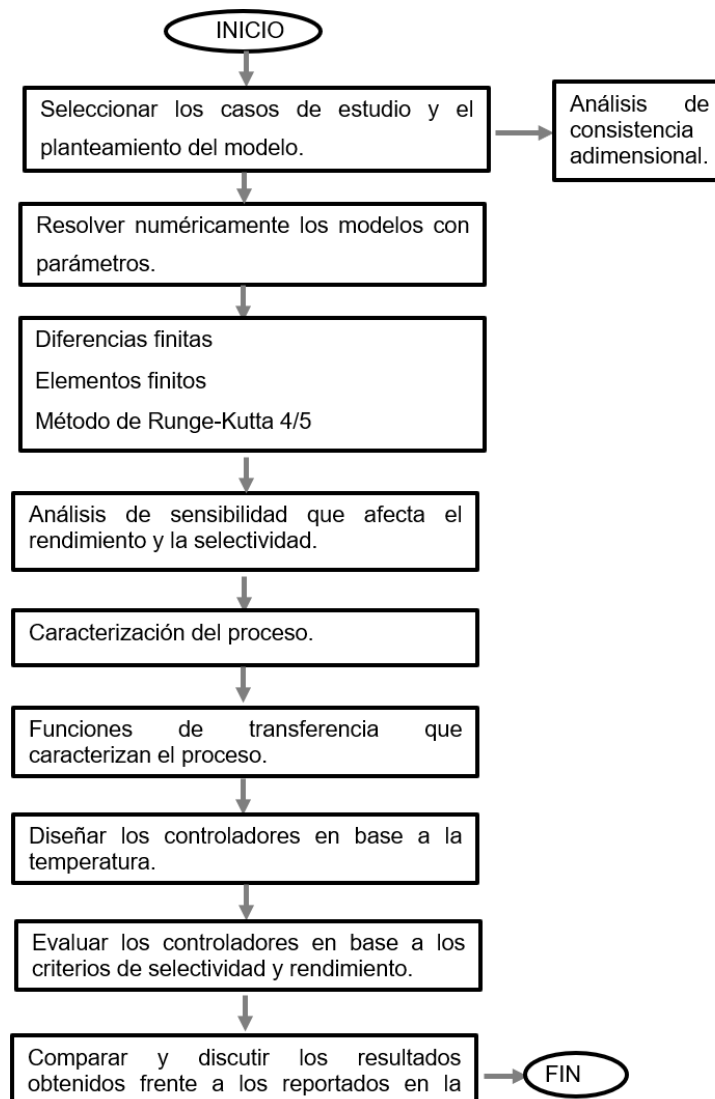


Figura 2.1 Diagrama de flujo a seguir para la elaboración del proyecto.

2.1. Selección de los casos de estudio y planteamiento del modelo matemático

El primer paso es la obtención de un modelo matemático que describa los balances de materia y energía para la reacción seleccionada que permitan simular el equipo con base en los dos casos de estudio propuestos, la primera reacción con la cual se trabaja es la oxidación del benceno a anhídrido maleico, una reacción catalítica consecutiva de primer orden como se puede observar el mecanismo de la reacción que se muestra en la Figura 2.2 (Van den Berg *et al.*, 1999).

Primer caso de estudio:

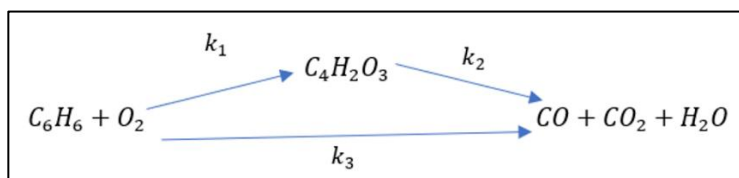


Figura 2.2 Reacción de oxidación del benceno a anhídrido maleico

Los factores necesarios para determinar las velocidades de reacción se muestran en la Tabla 2.1.

Tabla 2.1 Parámetros para calcular la velocidad de reacción (Urrea *et al.*, 2015).

Reacción	$A_i (s^{-1})$	$E_i (J \text{ mol}^{-1})$	$\Delta H_i (J \text{ mol}^{-1})$
1	86760	71711.7	-1490x10 ³
2	37260	71711.7	-2322x10 ³
3	149.4	36026.3	-832x10 ³

A continuación, se presentan los balances de masa para el benceno y el anhídrido maleico (Ecuación 2.1 y 2.2 respectivamente) así como los balances de energía necesarios para la simulación numérica del modelo de reactor. De los balances se tiene $F_B(\text{mol s}^{-1})$ definido como el flujo molar del benceno, $F_{AM}(\text{mol s}^{-1})$ flujo molar del anhídrido maleico, $t(\text{s})$ denota tiempo y $z(\text{m})$ denota la posición axial en el reactor (considerando un largo de 3.2 m):

$$\frac{\partial F_B}{\partial t} = -v \frac{\partial F_B}{\partial z} + D_{eff} \frac{\partial^2 F_B}{\partial z^2} - k_1 F_B - k_2 F_B \quad (2.1)$$

Balance molar para el anhídrido maleico:

$$\frac{\partial F_{AM}}{\partial t} = -v \frac{\partial F_{AM}}{\partial z} + D_{eff} \frac{\partial^2 F_{AM}}{\partial z^2} + k_1 F_B - k_3 F_{AM} \quad (2.2)$$

Las Ecuaciones 2.3 y 2.4 muestran los balances de energía donde $T_f(K)$ es la temperatura de la fase líquida y $T_s(K)$ la temperatura del catalizador en la fase sólida.

$$\frac{\partial T_f}{\partial t} = -v \frac{\partial T_f}{\partial z} + k_{eff} \frac{\partial^2 T_f}{\partial z^2} - U_{f-w}(T_f - T_w) - U_{s-f}(T_s - T_f) \quad (2.3)$$

$$\frac{\partial T_s}{\partial t} = -U_{s-f}(T_s - T_f) + c_s \Delta H_1 k_1 F_B + c_s \Delta H_2 k_2 F_B + c_s \Delta H_3 k_3 F_{AM} \quad (2.4)$$

Los parámetros necesarios para resolver los balances de materia y energía se muestran en la Tabla 2.2.

Tabla 2.2 Parámetros para los balances de materia y energía (Urrea *et al.*, 2015).

Parámetro	Valor (unidad)
Velocidad lineal del gas v .	2.48 (m s ⁻¹)
Coeficiente de difusión de masa efectiva D_{eff} .	3.17 x 10 ⁻³ (m ² s ⁻¹)
Coeficiente de difusión de calor efectivo k_{eff} .	3.17 x 10 ⁻² (m ² s ⁻¹)
Coeficiente de transferencia de calor efectivo del fluido a temperatura de la pared de la fase U_{f-w} .	26 (s ⁻¹)
Temperatura de la pared T_w .	733 (K)
Coeficiente de transferencia de calor efectivo para la fase solido-líquido U_{s-f} .	30 (s ⁻¹)
Constante de calor para la fase sólida c_s .	0.729 (K J ⁻¹)

Haciendo uso de las siguientes condiciones de frontera que aparecen en las Ecuaciones 2.5-2.9 (Urrea *et al.*, 2015):

$$F_B(t, 0) = 0.00927 \text{ mol s}^{-1} \quad (2.5)$$

$$F_{AM}(t, 0) = 0 \text{ mol s}^{-1} \quad (2.6)$$

$$T_f(t, 0) = 709 \text{ K} \quad (2.7)$$

$$T_s(t, 0) = 760 \text{ K} \quad (2.8)$$

$$T_c(t, 0) = 697 \text{ K} \quad (2.9)$$

Segundo caso de estudio:

La oxidación de o-xileno a anhídrido ftálico, la reacción es denotada como pseudo primer orden el mecanismo que sigue esta reacción se muestra en la Figura 2.3, (Wu y Chen, 2007).

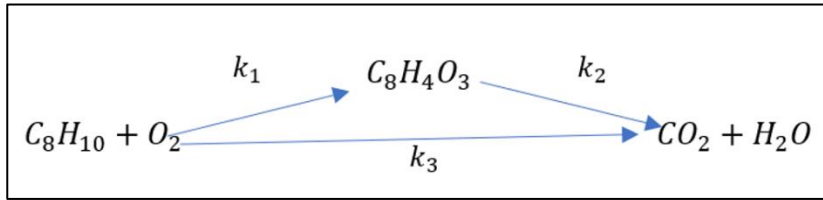


Figura 2.3 Reacción de oxidación del o-xileno a anhídrido ftálico

El balance de masa y energía (Ecuación 2.10-2.13) está dado por cuatro ecuaciones diferenciales parciales, balances utilizados para la simulación numérica del modelo de reactor haciendo uso de la discretización espacial por diferencias finitas.

$$\epsilon \frac{\partial C_A(z, t)}{\partial t} = -v \frac{\partial C_A(z, t)}{\partial z} + \mu(1 - \epsilon)R_A(C_A, T) \quad (2.10)$$

$$\epsilon \frac{\partial C_B(z, t)}{\partial t} = -v \frac{\partial C_B(z, t)}{\partial z} + \mu(1 - \epsilon)R_B(C_A, C_B, T) \quad (2.11)$$

$$Le \frac{\partial T(z, t)}{\partial t} = -v \frac{\partial T(z, t)}{\partial z} + \frac{\mu(1 - \epsilon)}{\rho_f C_{pf}} \tilde{R}(C_A, C_B, T) + \frac{2UL}{r_0 \rho_f C_{pf}} (T_c(z, t) - T(z, t)) \quad (2.12)$$

$$v \frac{\partial T_c(z, t)}{\partial t} = v_c \frac{\partial T_c(z, t)}{\partial z} + \frac{2UL}{r' \rho_c c_{pc}} (T(z, t) - T_c(z, t)) \quad (2.13)$$

Para la correcta simulación numérica de los balances se hace uso de las siguientes condiciones de frontera que aparecen en las Ecuaciones 2.14-2.16:

$$C_A(0, t) = C_{Af} \quad (2.14)$$

$$C_B(0, t) = C_{Bf} \quad (2.15)$$

$$T(0, t) = T_f \quad (2.16)$$

$T_c(0, t) = T_{cf}$ C_A y C_B son las concentraciones de o-xileno y anhídrido ftálico respectivamente, la velocidad de reacción se calculan mediante las Ecuaciones 2.17-2.22:

$$R_1 = k_{01} \exp\left(-\frac{E_1}{R_g T}\right) C_A \quad (2.17)$$

$$R_2 = k_{02} \exp\left(-\frac{E_2}{R_g T}\right) C_B \quad (2.18)$$

$$R_3 = k_{03} \exp\left(-\frac{E_3}{R_g T}\right) C_A \quad (2.19)$$

$$R_A = -R_1 - R_3 \quad (2.20)$$

$$R_B = R_1 - R_2 \quad (2.21)$$

$$\tilde{R} \triangleq \sum_{i=1}^3 (-\Delta H_i) R_i \quad (2.22)$$

Los parámetros a utilizar para definir el proceso y condiciones de operación se pueden observar en la Tabla 2.3.

Tabla 2.3 Parámetros del proceso y condiciones de operación (Wu y Chen, 2007)

Parámetro / Unidad	Parámetro / Unidad
$L = 4 \text{ m}$	$\rho_f = 0.582 \text{ kg/m}^3$
$\epsilon = 0.35$	$\rho_c = 1851.456 \text{ kg/m}^3$
$k_{01} = 2.418 \times 10^9 \text{ s}^{-1}$	$\rho_s = 2000 \text{ kg/m}^3$
$k_{02} = 2.706 \times 10^9 \text{ s}^{-1}$	$c_{pf} = 1045 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$
$k_{03} = 1.013 \times 10^9 \text{ s}^{-1}$	$c_{pc} = 483.559 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$
$E_1 = 1.129 \times 10^5 \text{ J/kmol}$	$c_{ps} = 836.0 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$
$E_2 = 1.313 \times 10^5 \text{ J/kmol}$	$r_0 = 0.0125 \text{ m}$
$E_3 = 1.196 \times 10^5 \text{ J/kmol}$	$r_1 = 0.0225 \text{ m}$
$-\Delta H_1 = 1.285 \times 10^6 \text{ J/kmol}$	$U = 96.02 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1} \text{ s}^{-1}$
$-\Delta H_2 = 3.276 \times 10^6 \text{ J/kmol}$	$\mu = 1$
$-\Delta H_3 = 4.561 \times 10^6 \text{ J/kmol}$	$v = 2.06 \text{ m/s}$
$C_{Af} = 0.181 \text{ kmol/m}^3$	$T_f = 628 \text{ K}$
$C_{Bf} = 0 \text{ kmol/m}^3$	

2.2. Resolver numéricamente los modelos con los parámetros

2.2.1 Método de diferencias finitas

Una vez definido los modelos matemáticos necesarios para cada caso de estudio, se proseguirá a dar solución, esto se hará mediante la discretización de las ecuaciones del modelo, donde se divide el largo del tubo del reactor L , en N incrementos de

longitud Δz (Ecuación 2.23) cuya suposición se plantea que estos sean uniformes. La longitud del reactor es 3.2 m para el primer caso y 4 m para el segundo caso, siendo 100 el número de incrementos seleccionados.

$$\Delta z = \frac{L}{N} \quad (2.23)$$

Para hacer la aproximación de la diferencia finita de la derivada en el punto j . Se tienen tres tipos de diferencias, diferencia adelante, hacia atrás y centrada, sin embargo, se hace uso del método diferencias finitas central por tener una exactitud mejor en referencia a errores de truncamiento. Para la diferencia finita central se muestra la Ecuación 2.24:

$$\frac{\partial x}{\partial z} = \frac{x_{j+1} - x_{j-1}}{2\Delta z} \quad (2.24)$$

Aplicando la diferencia finita central a los modelos de balances de materia y energía, que son descritos mediante una serie de ecuaciones diferenciales parciales se obtiene la aproximación. Para el caso en que se tiene una ecuación diferencial parcial de segundo orden, la aproximación mediante el método de diferencias finitas central, es la ecuación 2.25:

$$\frac{\partial^2 x}{\partial z^2} = \frac{x_{j+1} - 2x_j + x_{j-1}}{\Delta z^2} \quad (2.25)$$

Una vez realizada la discretización se obtuvo un conjunto de ecuaciones diferenciales ordinarias, las cuales fueron integradas mediante los métodos de Runge-Kutta (Smith y Corripio 1991).

2.2.2 Método Runge-Kutta de cuarto orden

También llamado método clásico RK de cuarto orden, donde y es la condición inicial en $x=0$, h es el tamaño de paso, definimos la ecuación general mostrada en la Ecuación 2.26:

$$y_{i+1} = y_i + \frac{1}{6}(k_1 + 2k_2 + 3k_3 + k_4)h \quad (2.26)$$

Donde cada termino de k_n es definido mediante las Ecuaciones 2.27-2.30:

$$k_1 = f(x_i, y_i) \quad (2.27)$$

$$k_2 = f\left(x_i + \frac{1}{2}h, y_i + \frac{1}{2}k_1h\right) \quad (2.28)$$

$$k_3 = f\left(x_i + \frac{1}{2}h, y_i + \frac{1}{2}k_2h\right) \quad (2.29)$$

$$k_4 = f(x_i + h, y_i + k_3h) \quad (2.30)$$

Las constantes k representan una pendiente y la ecuación principal (2.26) representa un promedio ponderado de las constantes para establecer la mejor pendiente, en la Figura 2.4 se puede observar la gráfica de las pendientes empleadas en el método de Runge-Kutta de cuarto orden.

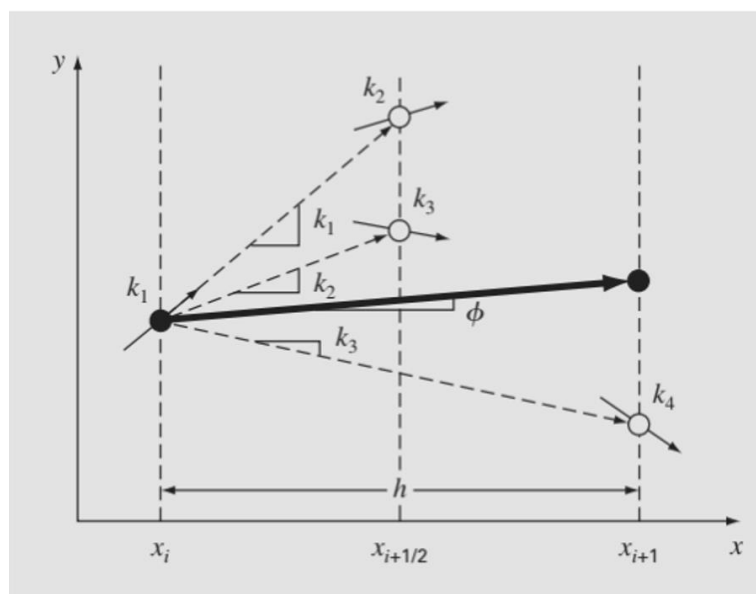


Figura 2.4 Pendientes estimadas empleadas en el método de Runge-Kutta de cuarto orden (Chapra y Canale, 2007).

De esta forma se pueden obtener los perfiles de temperatura y de composición con respecto a la longitud del reactor.

2.3. Caracterización del proceso

Se evalúa la respuesta obtenida en la composición de salida del producto principal y la temperatura de alimentación, ante un cambio escalón en la temperatura de la chaqueta, para ello se seleccionaron 11 puntos de medición donde colocar los sensores de medición y evaluar el sistema de control en cada punto, de esta forma verificar cuál es la posición más óptima de medición para el sistema de control.

En la caracterización del sistema se optó por un cambio escalón del 5% en la temperatura de la chaqueta, en el tiempo $t=10$ segundos para el primer caso de estudio (oxidación de benceno a anhídrido maleico). Para el segundo caso de estudio la

oxidación del o-xileno a anhídrido ftálico se procedió con un cambio escalón del -20% en la temperatura de la chaqueta en el tiempo $t = 200$ s.

Posteriormente se realiza una aproximación a un Modelo de Primer Orden más Tiempo muerto (POMTM), con los parámetros obtenidos de la respuesta escalón, donde se precisan de tres parámetros: ganancia (K), tiempo muerto (θ) y la constante de tiempo (τ), obtenidos del cambio escalón aplicado para cada punto de control.

La ecuación 2.31 es usada para un cambio escalón de magnitud Δm y un modelo POMTM:

$$C(s) = \frac{K e^{-\theta s}}{\tau_i + 1} \cdot \frac{\Delta m}{s} \quad (2.31)$$

La ganancia (K) del proceso se calcula como se muestra a continuación en la Ecuación 2.32:

$$K = \frac{\Delta C_s}{\Delta m} \quad (2.32)$$

Para obtener los valores de tiempo muerto (θ) y la constante de tiempo (τ) se selecciona la respuesta que coincida en la región de alta tasa de cambio de la respuesta del cambio escalón aplicado. Para localizar dichos puntos se hace uso de las Ecuaciones 2.33 y 2.34, en la Figura 2.5 se puede apreciar el comportamiento de los parámetros para un modelo de primer orden más tiempo muerto:

$$\Delta c(\theta + \tau) = K \Delta m [1 - e^{-1}] = 0.632 \Delta c_s \quad (2.33)$$

$$\Delta c\left(\theta + \frac{1}{3}\tau\right) = K \Delta m [1 - e^{-1/3}] = 0.283 \Delta c_s \quad (2.34)$$

Los valores de θ y τ se obtienen mediante la solución de las Ecuaciones 2.35 y 2.36 (Smith y Corripio, 1991):

$$\tau = \frac{3}{2}(t_2 - t_1) \quad (2.35)$$

$$t_0 = t_2 - \tau \quad (2.36)$$

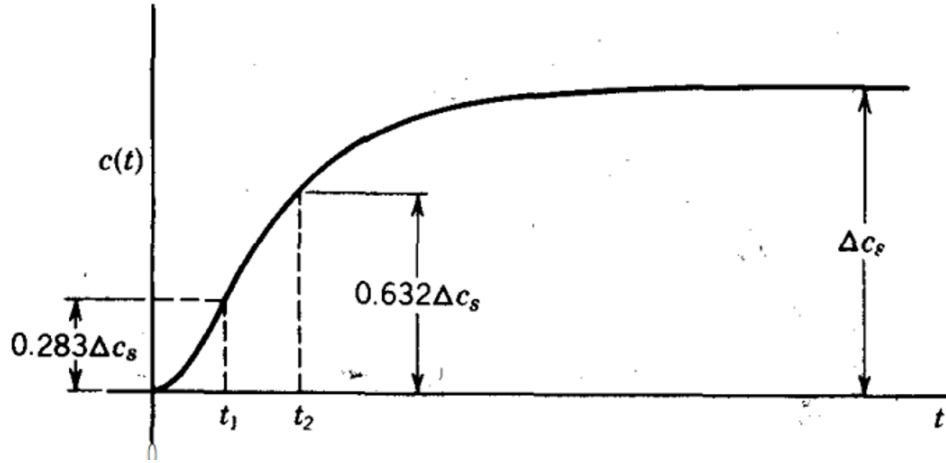


Figura 2.5 Parámetros del modelo POMTM (Smith y Corripio, 1991).

El diseño del modelo de primer orden más tiempo muerto considera los parámetros ya calculados de ganancia (K), tiempo muerto (θ) y la constante de tiempo (τ), para la composición y la temperatura en cada uno de los 11 puntos a lo largo del reactor, cuyas funciones de transferencia para composición y temperatura se mencionan a continuación.

Función de transferencia para la composición es mostrada en la Ecuación 2.37:

$$\frac{c_o(s)}{T_c(s)} = G_{T_c, c_o}(s) = \frac{K_{T_c, c_o}}{\tau_{T_c, c_o}s + 1} e^{-\theta_{T_c, c_o}s} \quad (2.37)$$

Función de transferencia para la temperatura es mostrada en la Ecuación 2.38:

$$\frac{T_m(s)}{T_c(s)} = G_{T_c, T_m}(s) = \frac{K_{T_c, T_m}}{\tau_{T_c, T_m}s + 1} e^{-\theta_{T_c, T_m}s} \quad (2.38)$$

En el diseño del lazo primario se realiza una relación entre la función de transferencia de composición de salida y la temperatura de la chaqueta a lo largo de cada punto del reactor Ecuación 2.39, por lo tanto, el diseño se puede expresar como el cociente de las funciones de transferencia de composición sobre temperatura obteniendo la Ecuación 2.40:

$$\frac{G_{T_C, C_o}(s)}{G_{T_C, T_m}(s)} = G_{T_m, C_o}(s) = \frac{\frac{K_{T_C, C_o}}{\tau_{T_C, C_o} s + 1} e^{-\theta_{T_C, C_o} s}}{\frac{K_{T_C, T_m}}{\tau_{T_C, T_m} s + 1} e^{-\theta_{T_C, T_m} s}} \quad (2.39)$$

$$\frac{G_{T_C, C_o}(s)}{G_{T_C, T_m}(s)} = G_{T_m, C_o}(s) = K_{T_m, C_o} \frac{\tau_{T_C, T_m} s + 1}{\tau_{T_C, C_o} s + 1} e^{-\theta_{T_C, C_o} s} \quad (2.40)$$

donde $K_{T_m, C_o} = K_{T_C, C_o} / K_{T_C, T_m}$

2.3.1 Aproximación de los numeradores de las constantes de tiempo

Para obtener el modelo de la forma de la Ecuación 2.41:

$$\frac{T_0 s + 1}{\tau_0 s + 1} \quad (2.41)$$

Si se tiene un numerador positivo de constante de tiempo, el propósito es cancelar los términos del numerador $(T_0 s + 1)$ contra un denominador $(\tau_0 s + 1)$ donde ambas T_0 y τ_0 son positivos y reales, usando las siguientes aproximaciones de la Ecuación 2.42:

$$\frac{T_0 s + 1}{\tau_0 s + 1} \approx \begin{cases} T_0/\tau_0 & \text{para } T_0 \geq \tau_0 \geq \theta & \text{Regla T1} \\ T_0/\theta & \text{para } T_0 \geq \theta \geq \tau_0 & \text{Regla T1 a} \\ 1 & \text{para } \theta \geq T_0 \geq \tau_0 & \text{Regla T1 b} \\ T_0/\tau_0 & \text{para } \tau_0 \geq T_0 \geq 5\theta & \text{Regla T2} \\ (\tilde{\tau}_0/\tau_0) & \text{para } \tilde{\tau}_0 = \min(\tau_0, 5\theta) \geq T_0 & \text{Regla T3} \\ (\tilde{\tau}_0 - \tau_0)s + 1 & & \end{cases} \quad (2.42)$$

Donde θ es el tiempo muerto final, el cual el valor exacto depende de la subsecuente aproximación de la constante de tiempo (Skogestad y Grimholt, 2012).

2.4. Diseño del control

El diseño de la estructura de control es un control en cascada P/PI, conformado por dos lazos; el lazo de control primario (composición) relaciona la composición de salida (salida) del reactor con la temperatura interna.

Para el segundo lazo de control, el lazo interno se relaciona la temperatura interna con la temperatura de la chaqueta (entrada), la Figura 2.6 muestra el esquema de la estructura de control en cascada aplicado. Se emplea un sintonizado de control P/PI enfocado en el método de Internal Model Control (IMC).

El propósito del sistema de control implementado es mantener la concentración de salida en el set point deseado, donde después de aplicar perturbaciones en la composición y temperatura los valores sean regresados al deseado. Debido a que la concentración no es una variable que puede ser medida inmediatamente, la temperatura es la variable manipulada para tener un efecto indirecto en la composición. Subsecuentemente una estructura P/PI es seleccionada debido a que la parte proporcional permite al control aproximar la variable controlada el set point con un error llamado offset, en donde la parte Integral minimizará este error y hará la respuesta más rápida.

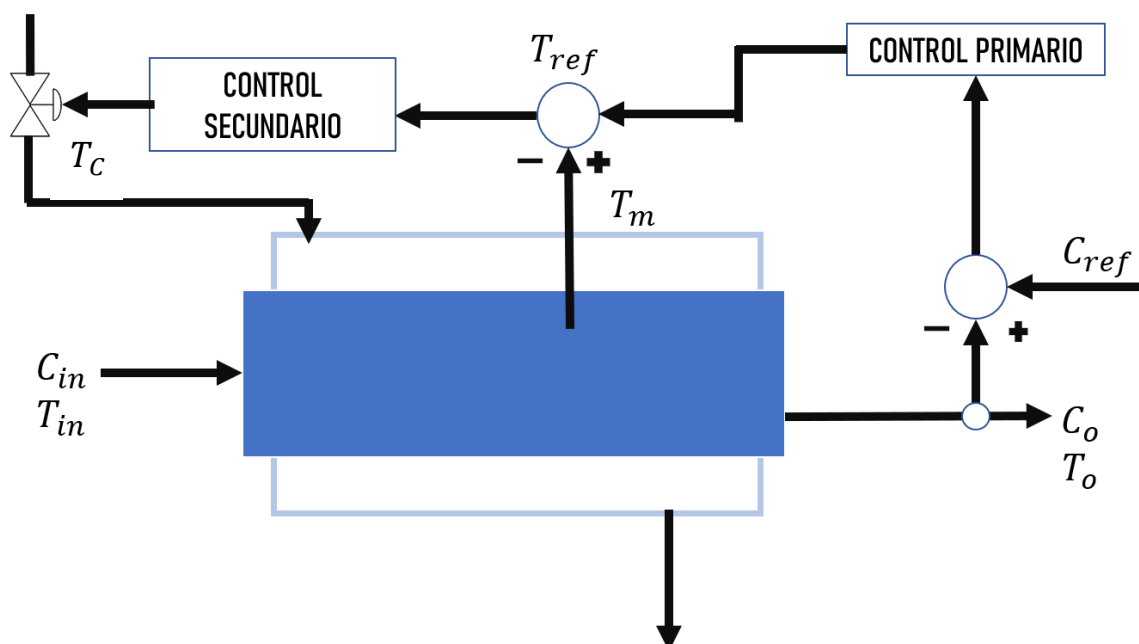


Figura 2.6 Esquema de control en cascada P/PI para una reacción múltiple en un reactor tubular.

El lazo primario o externo controla la variable principal del proceso y tiene una respuesta más lenta pero estable. Detecta variaciones entre la variable de proceso y la de referencia deseada generando una señal de control para el lazo interno o secundario. El lazo secundario o interno controla una variable secundaria del proceso y tiene una respuesta más rápida, el objetivo es mantener a la variable secundaria en su valor deseado utilizando la señal de control proporcionada por el lazo primario.

En resumen, la variable a controlar en el proceso, la concentración, y la referencia deseada se comparan en el lazo primario, si existe desviación se genera una señal de error. La señal de error se envía al controlador del lazo secundario, la salida del controlador primario se envía al lazo interno o secundario como una referencia deseada. El lazo secundario compara la referencia con la variable secundaria del proceso y genera una señal de error para el controlador de secundario. El controlador de lazo interno ajusta la señal de control para que el actuador (válvula, bomba, etc.) pueda mantener la variable secundaria en su valor deseado, permitiendo dividir el control en dos etapas, un control más rápido y preciso en el lazo interno para controlar

una variable secundaria y un control más lento pero estable para el lazo externo para controlar la variable principal, mejorando así la estabilidad del sistema en general.

La Ecuación 2.43 muestra la función de transferencia del control Proporcional, donde K_c es la ganancia proporcional, C_s es la señal del control y $\epsilon(t)$ es el error.

$$c(t) = K_c \epsilon(t) + c_s \quad (2.43)$$

La función de transferencia del control Proporcional-Integral está dada por la Ecuación 2.44:

$$G_c(s) = K_c \left(1 + \frac{1}{\tau_i s} \right) \quad (2.44)$$

Donde τ_i es el tiempo integral (Stephanopoulos, 1984).

2.5. Evaluación de la estructura de control

2.5.1 Integral Absoluta del Error (IAE)

El tiempo de asentamiento es el tiempo requerido para que la respuesta alcance algunos límites de valores finales preestablecidos y permanezca dentro de esos límites. Estos límites son arbitrarios, la velocidad de asentamiento permitirá evaluar la estructura de control, así como la integral del error. Error debido a que en la caracterización del proceso se utilizan los parámetros del modelo de primer orden más el tiempo muerto (POMTM), la especificación de respuesta en lazo cerrado es el error de la variable controlada o la mínima desviación relativa al control punto. Como el error es función del tiempo en que el sistema responda, se debe minimizar la suma de los errores en cada instante; esta suma es la integral de los errores, lo que permite estimar

la respuesta de la estructura de control como se observa en la Figura 2.7 (Smith y Corripio, 1991).

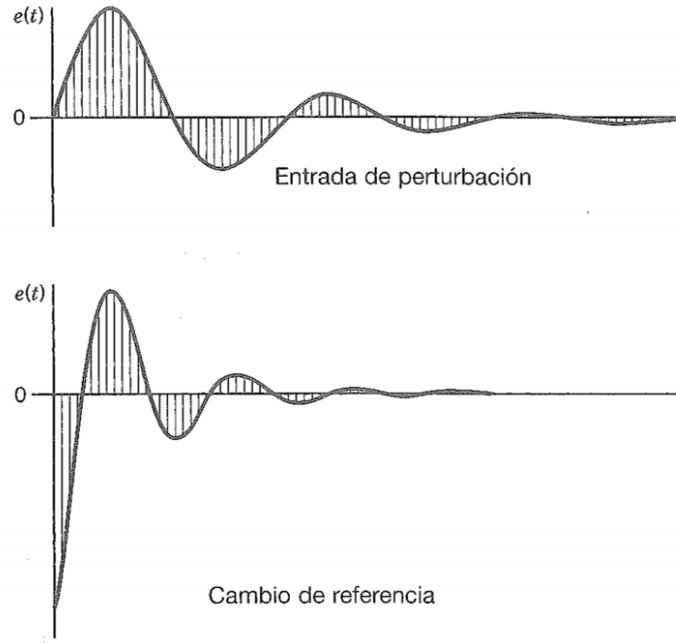


Figura 2.7 Integral Absoluta del Error (IAE) (Smith y Corripio, 1991).

La integral del valor absoluto del error es demostrada por la Ecuación 2.45:

$$IAE = \int_0^{\infty} |e(t)| dt \quad (2.45)$$

2.5.2 Selectividad y rendimiento

Para la evaluación de la selectividad en el caso de reacciones simultánea en la que dos reactivos A y B se están consumiendo para producir el producto deseado D y no deseado U, el parámetro de selectividad se define mediante la Ecuación 2.46:

$$S_{DU} = \frac{r_D}{r_U} = \frac{k_1}{k_2} C_A^{\alpha_1 - \alpha_2} C_B^{\beta_1 - \beta_2} \quad (2.46)$$

El rendimiento se calculará como la división de la velocidad de reacción de un producto dado entre la velocidad de reacción del reactivo clave como se muestra en la Ecuación 2.47 (Fogler, 2001):

$$Y_D = \frac{r_D}{-r_A} \quad (2.47)$$

CAPÍTULO 3

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

CAPÍTULO 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se exponen los resultados obtenidos a partir de la simulación dinámica de los dos casos de estudio trabajados, comprendidos dentro de las reacciones consecutivas, el desarrollo del sistema de control y las diferentes respuestas que presentó el equipo ante perturbaciones en la composición y la temperatura, conjuntamente se muestra la evaluación del sistema de control frente al comportamiento de la Integral Absoluta de Error (IAE), la selectividad y el rendimiento.

3.1. División del reactor

Con el objetivo de analizar el comportamiento del reactor a lo largo de toda su longitud, se realizó la división del mismo en 100 partes iguales, donde se tomaron los puntos de medición al 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 y 95% de la longitud del reactor, una esquematización de los puntos de medición es mostrada en la Figura 3.1. Para el primer caso de estudio fue la oxidación del benceno a anhídrido maleico donde el equipo constaba de una longitud de 3.2 metros y la oxidación del o-xileno a anhídrido ftálico fue el segundo caso de estudio desarrollado en un reactor tubular de 4.0 m de longitud.

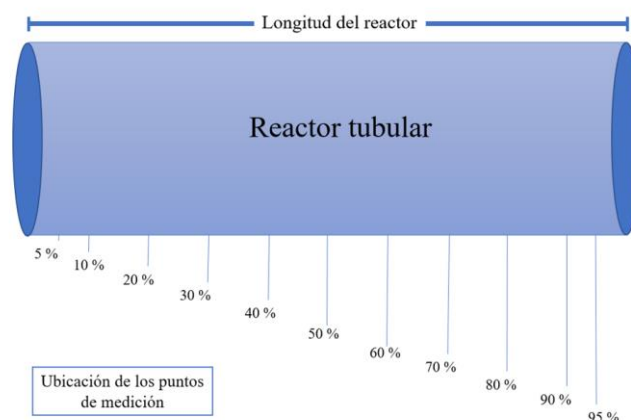


Figura 3.1 Ubicación de los puntos de medición

3.2 Perfiles de composición y temperatura

Los balances de materia y energía empleados para cada uno de los casos de estudio se resolvieron para obtener el comportamiento dinámico del reactor a lo largo de la longitud del equipo, obteniéndose los perfiles de composición del benceno, anhídrido maleico, la temperatura del catalizador o fase sólida y la temperatura de entrada de la fase líquido para el primer caso de estudio, como se muestra en la Figura 3.2.

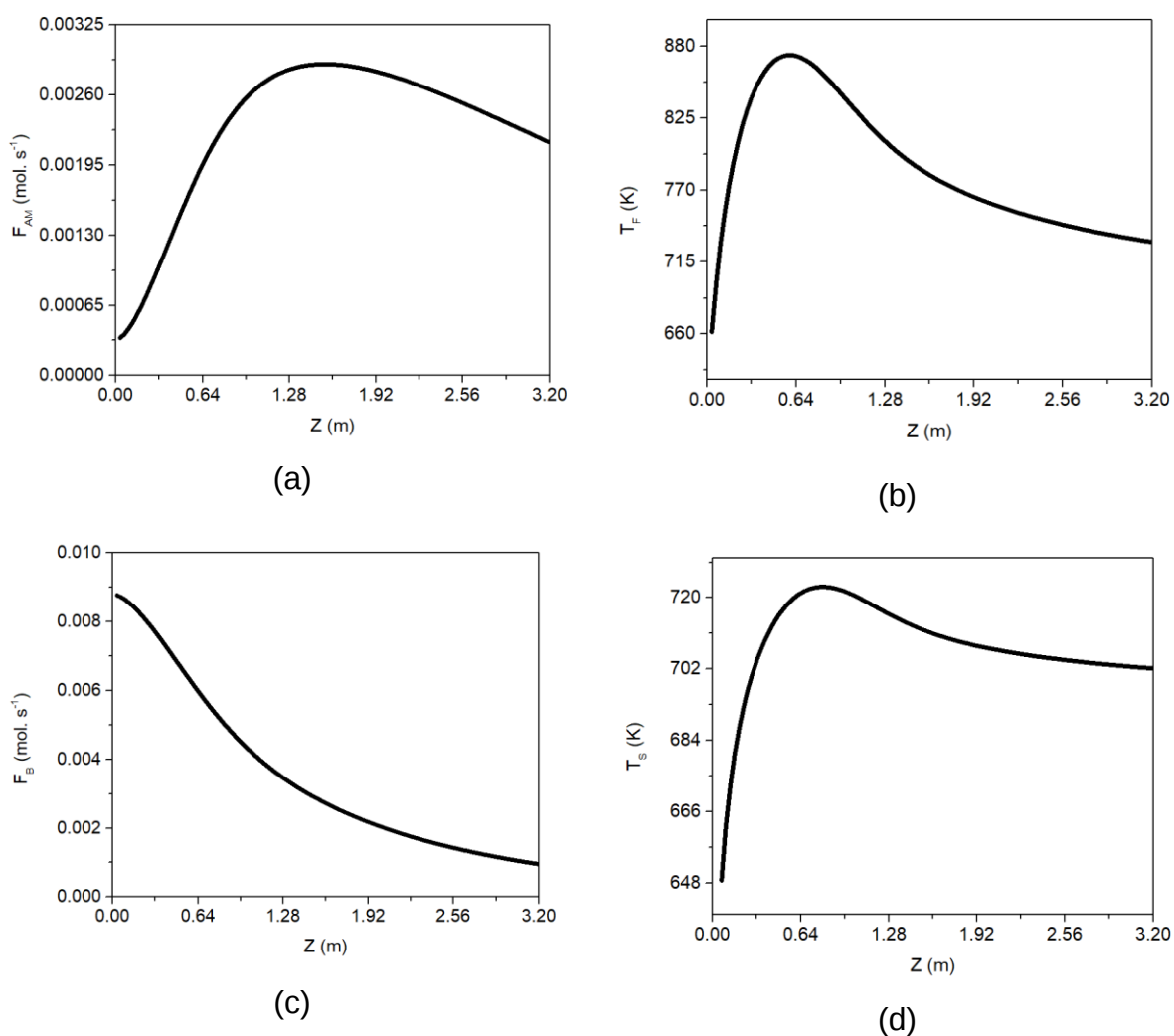


Figura 3.2 Perfil de (a) composición del anhídrido maleico, (b) temperatura de la fase líquida, (c) composición del benceno, (d) temperatura de la fase sólida.

Para el segundo caso de estudio, la oxidación del o-xileno a anhídrido ftálico, se obtuvieron los perfiles de composición de o-xileno, anhídrido ftálico y temperatura de la fase líquido, las respuestas dinámicas se pueden observar en la Figura 3.3.

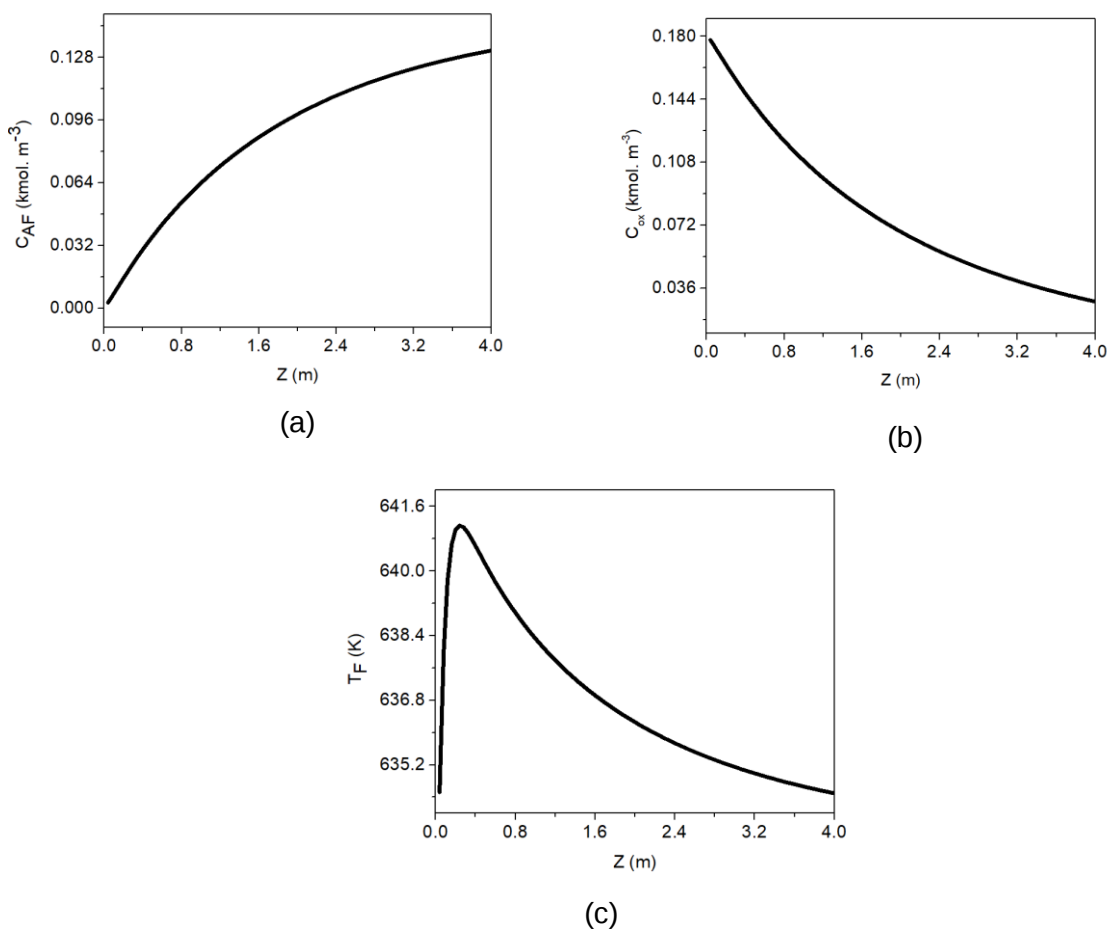


Figura 3.3 Perfiles de (a) concentración del anhídrido ftálico, (b) concentración del o-xileno y (c) temperatura de la fase líquida.

3.3 Caracterización del proceso

Se aplicó un cambio escalón y se evaluó la respuesta del sistema frente a este cambio en cada uno de los puntos de medición mencionados previamente, con el objetivo de poder obtener los parámetros para hacer el diseño de la estructura de control. Para el primer caso de estudio se seleccionó un cambio escalón del 5% en la temperatura de la chaqueta aplicado en el tiempo $t=10$ segundos. La respuesta de la temperatura de la fase líquida y la composición del anhídrido maleico es presentada en la Figura 3.4 para el punto de medición seleccionado al 20% de la longitud del reactor (0.64 m).

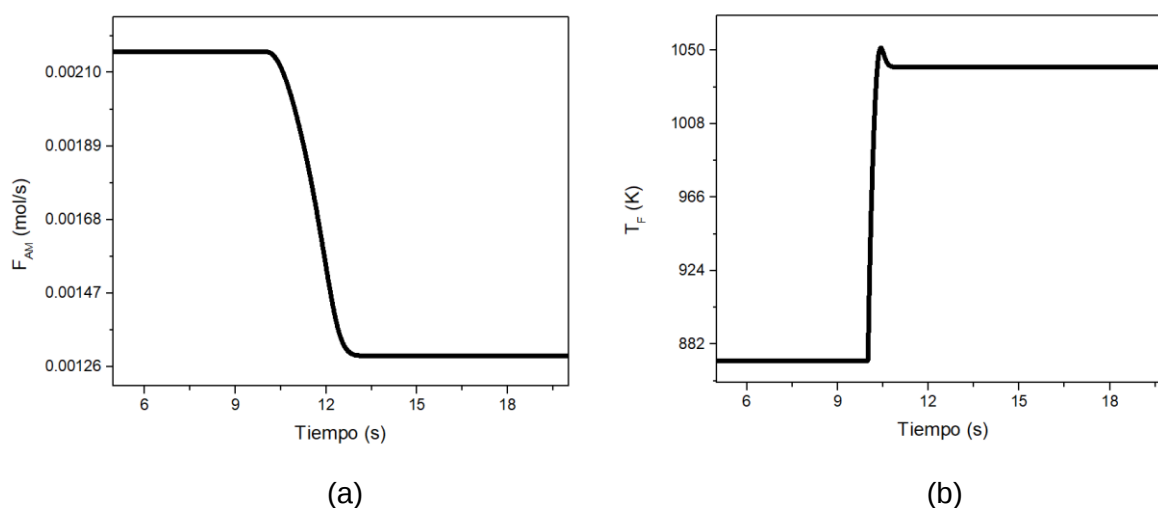


Figura 3.4 Respuesta de la composición de anhídrido maleico (a) ante un cambio escalón del 5% en la temperatura de la chaqueta en el punto de medición 20% de la longitud del reactor y respuesta de la temperatura del reactor (b) ante la misma perturbación en el punto de medición seleccionado.

En el segundo caso de estudio se seleccionó un cambio escalón del -20% en la temperatura de la chaqueta aplicado en el tiempo $t=200$ segundos. La respuesta de la temperatura de la fase líquida y la composición del anhídrido ftálico es presentada en la Figura 3.5 para el punto de medición ubicado al 10% de la longitud del reactor (0.4 m).

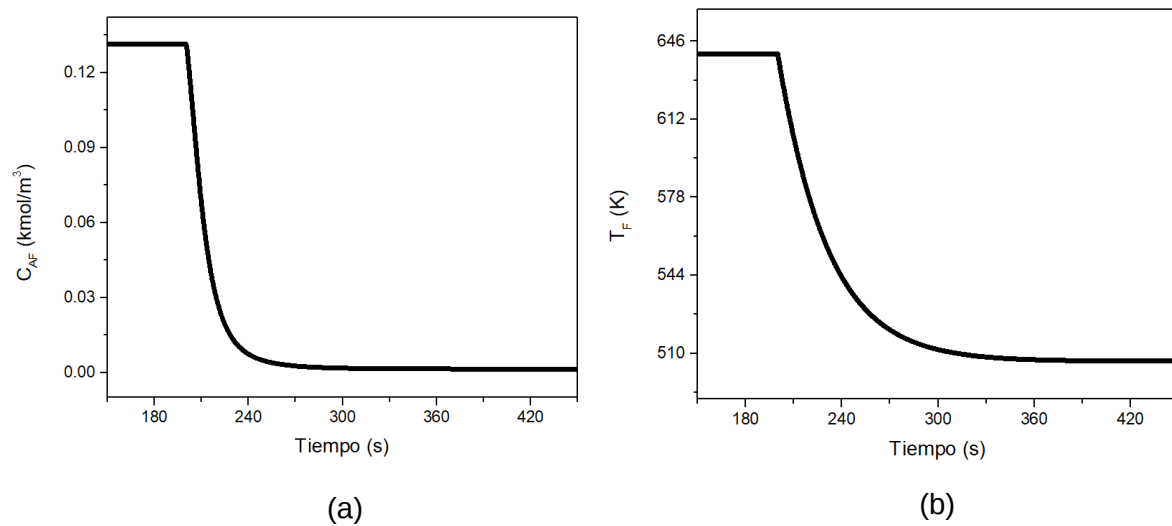


Figura 3.5 Respuesta de la concentración del anhídrido ftálico (a) y la temperatura del reactor (b) ante un cambio escalón del -20% en la temperatura de la chaqueta en el punto de medición al 10% de la longitud del reactor (0.4 m).

3.4 Parámetros de las funciones de transferencia que caracterizan el proceso

Los parámetros para construir los modelos de primero orden más tiempo muerto fueron obtenidos de los datos producidos por la respuesta del sistema ante el cambio escalón en la temperatura de la chaqueta. En la Tabla 3.1 se muestran los parámetros obtenidos para el primer caso de estudio la oxidación del benceno a anhídrido maleico en los 11 puntos de medición a lo largo del reactor para la composición y la temperatura.

Tabla 3.1 Parámetros del modelo de primer orden de tiempo muerto para el primer caso de estudio.

Parámetros del modelo						
Puntos	Composición			Temperatura		
	$k \left(\frac{mol}{s \cdot K} \right)$	τ (s)	θ (s)	k (adimensional)	τ (s)	θ (s)
0.05	-2.496 x 10 ⁻⁵	1.0131	0.8585	2.312640	0.038715	0.011285
0.1				3.748201	0.099524	0.009081
0.2				5.094054	0.137044	0.010
0.3				2.38850	0.056593	0.007458
0.4				0.535635	0.010245	0.002084
0.5				0.297325	0.005649	0.001170
0.6				0.330290	0.006276	0.001300
0.7				0.382575	0.007271	0.001507
0.8				0.4374625	0.008316	0.001723
0.9				0.492175	0.009415	0.001919
0.95				0.518892	0.009953	0.0020148

En la Tabla 3.2 se muestran los parámetros obtenidos para el modelo de primer orden más tiempo muerto, para el segundo caso de estudio la oxidación del o-xileno a anhídrido ftálico, en los 11 puntos de medición a lo largo del reactor para la composición y la temperatura.

Tabla 3.2 Parámetros del modelo de primer orden de tiempo muerto para el segundo caso de estudio.

Parámetros del modelo						
Punto	Composición			Temperatura		
	K ($kmol * m^{-3} K^{-1}$)	τ (s)	θ (s)	K (adimensional)	τ (s)	θ (s)
0.05	0.001026935	11.55	2.05	1.04144771	29.4	0.5
0.1				1.0588583	30.75	0.25
0.2				1.04653981	30.9	0.1
0.3				1.03740352	30.75	0.15
0.4				1.03061201	30.6	0.2
0.5				1.025401	30.75	0.05
0.6				1.0213127	30.675	0.075
0.7				1.0180525	30.75	0.05
0.8				1.01542069	30.6432	0.0568
0.9				1.01327559	30.61414	0.09528
0.95				1.01235213	30.66	0.04

3.5 Diseño del control Proporcional (P)

El lazo de control interno consta de una relación entre la temperatura interna (salida) con la temperatura de la chaqueta (entrada), a continuación, se presenta el cálculo de la ganancia del control Proporcional para uno de los puntos de medición seleccionado para el primer caso de estudio la oxidación del benceno a anhídrido maleico, utilizando los datos de la Tabla 3.1.

Punto 20% de la longitud del reactor 0.64 m

$$K = \frac{1}{k} * \frac{\tau}{2 * \theta} \quad (3.1)$$

$$K = \frac{1}{5.09405472} * \frac{0.13704422 \text{ s}}{2 * 0.010 \text{ s}} = 1.328966879 \quad (3.2)$$

Para el segundo caso de estudio, la oxidación del o-xileno a anhidrido ftálico, se presentan los cálculos de la ganancia para el control proporcional, en el punto de medición seleccionado, utilizando los datos de la Tabla 3.2.

Punto 10% de la longitud del reactor (0.40 m)

$$K = \frac{1}{k} * \frac{\tau}{2 * \theta} \quad (3.3)$$

$$K = \frac{1}{1.0588583} * \frac{30.75 \text{ s}}{2 * 0.25 \text{ s}} = 58.081426 \quad (3.4)$$

3.6 Diseño del control Proporcional Integral (PI)

Las siguientes funciones de transferencia relacionan la composición de salida (salida) del reactor con la temperatura interna (entrada) para el punto seleccionado, con el objetivo de encontrar los parámetros de ganancia y tiempo integral, para el desarrollo del control PI. En primer lugar, se hace mención de las funciones y cálculos para el primer caso de estudio, utilizando los datos de la Tabla 3.1.

Punto 2.- 20% de la longitud del reactor 0.64 m

Composición

$$G_{com}(s) = \frac{K}{\tau_1 s + 1} e^{-\theta s} \quad (3.5)$$

$$G_{com}(s) = \frac{-2.496 * 10^{-5}}{1.0131s + 1} e^{-0.8585s} \quad (3.6)$$

Temperatura

$$G_{temp}(s) = \frac{K}{\tau_1 s + 1} e^{-\theta s} \quad (3.7)$$

$$G_{temp}(s) = \frac{5.09405472}{0.13704422 s + 1} e^{-0.010 s} \quad (3.8)$$

Relacionando las funciones de composición / temperatura

$$\frac{C(s)}{T_j(s)} = G_{T_j, C_o}(s) = \frac{\frac{-2.496 * 10^{-5}}{1.0131s + 1} e^{-0.8585s}}{\frac{5.09405472}{0.13704422 s + 1} e^{-0.010 s}} \quad (3.9)$$

$$G_{T_j, C_o}(s) = \frac{-2.496 * 10^{-5} * e^{-0.8585 s} * (0.13704422 s + 1)}{5.09405472 * e^{-0.010 s} * (1.0131s + 1)} \quad (3.10)$$

$$G_{T_j, C_o}(s) = -4.9006 * 10^{-6} * e^{-0.848} * \frac{(0.13704422 s + 1)}{(1.0131s + 1)} \quad (3.11)$$

Aplicando la aproximación de constantes de tiempo Skogestad y Grimholt (2012) mencionadas en el apartado 1.3.1 Ecuación 2.42. Se tiene que la aproximación de acuerdo a este caso es:

$$\frac{(\tilde{\tau}_0/\tau_0)}{(\tilde{\tau}_0 - T_0)s + 1} \text{ for } \tilde{\tau}_0 \min(\tau_0, 5\theta) \geq T_0 \quad (3.12)$$

$$\tilde{\tau}_0 \min(1.0131, 5 * 0.848) \geq T_0 \quad (3.13)$$

$$\frac{(1.0131/1.0131)}{(1.0131 - 0.13704422)s + 1} \quad (3.14)$$

$$\frac{1}{0.87606 s + 1} \quad (3.15)$$

$$G_{T_j, C_o}(s) = -4.9006 * 10^{-6} * e^{-0.848} * \frac{1}{0.87606 s + 1} \quad (3.16)$$

En la Tabla 3.3 Se presentan los valores para calcular la ganancia y el tiempo integral para el control Proporcional Integral (PI).

Tabla 3.3 Parámetros para el control Proporcional Integral, punto de medición al 20% de la longitud del reactor.

Parámetros	Valor
K	$-4.9006 * 10^{-6} \text{ mol} * (K * s)^{-1}$
τ	0.87606 (s)
θ	0.848 (s)

Ganancia para el control Proporcional Integral

$$K = \frac{1}{k} * \frac{\tau}{2 * \theta} \quad (3.17)$$

$$K = \frac{1}{-4.9006 * 10^{-6}} * \frac{0.87606}{2 * 0.848} \quad (3.18)$$

$$K = -105,356.017 \text{ K} * s * \text{mol}^{-1} \quad (3.19)$$

Tiempo integral

$$\tau_i = \min(\tau, 8\theta) \quad (3.20)$$

$$\tau_i = \min(0.87606, 8 * 0.848) \quad (3.21)$$

$$\tau_i = 0.87606 \text{ s} \quad (3.22)$$

En la Tabla 3.4 se muestra una recopilación de los datos utilizados para el diseño de la estructura de control en los 11 puntos de medición del reactor.

Tabla 3.4 Parámetros del diseño de la estructura de control para los 11 puntos de medición, primer caso de estudio.

Concentración de referencia: 0.00216 mol/s				
Puntos	Temperatura de referencia (K)	Lazo secundario	Lazo primario	
		K proporcional (adimensional)	K proporcional-integral ($s * K * mol^{-1}$)	τ_i (s)
5%	774.90842	0.7417194	-53,271.944	0.974385
10%	840.846991	1.4619052	-80,743.626	0.913575
20%	872.563713	1.3289668	-105,356.017	0.876060
30%	844.10256	1.588361	-53,768.309	0.956506
40%	807.26673	4.5889708	-12,562.494	1.002855
50%	781.48437	8.1193958	-6,997.799	1.007451
60%	764.64592	7.3039474	-7,770.001	1.006823
70%	752.65025	6.3057598	-8,993.256	1.005828
80%	743.48217	5.5164326	-10,275.414	1.004784
90%	736.1999	4.98345210	-11,550.549	1.003684
95%	733.09409	5.0543549	-12,172.349	1.003145

A continuación, se presenta las funciones de transferencia que relacionan la composición y la temperatura, así como el resultado del tiempo integral y la ganancia obtenida para el control PI en el segundo caso de estudio, la oxidación del o-xileno a anhidrido ftálico para el punto de medición seleccionado, utilizando los datos de la Tabla 3.2.

Punto 1.- 10% de la longitud del reactor (0.4 m)

Composición

$$G_{com}(s) = \frac{K}{\tau_1 s + 1} e^{-\theta s} \quad (3.23)$$

$$G_{com}(s) = \frac{0.001026935}{11.55 s + 1} e^{-2.05 s} \quad (3.24)$$

Temperatura

$$G_{temp}(s) = \frac{K}{\tau_1 s + 1} e^{-\theta s} \quad (3.25)$$

$$G_{temp}(s) = \frac{1.0588583}{30.75 s + 1} e^{-0.25 s} \quad (3.26)$$

Relacionando las funciones de composición / temperatura

$$\frac{C(s)}{T_j(s)} = G_{T_j, C_o}(s) = \frac{\frac{0.001026935}{11.55 s + 1} e^{-2.05 s}}{\frac{1.0588583}{30.75 s + 1} e^{-0.25 s}} \quad (3.27)$$

$$G_{T_j, C_o}(s) = \frac{0.001026935 * e^{-2.05 s} * (30.75 s + 1)}{1.0588583 * e^{-0.25 s} * (11.55 s + 1)} \quad (3.28)$$

$$G_{T_j, C_o}(s) = 0.0009697 * e^{-1.8} * \frac{30.75 s + 1}{11.55 s + 1} \quad (3.29)$$

Aplicando la aproximación de constantes de tiempo Skogestad y Grimholt (2012) mencionadas en el apartado 1.3.1 Ecuación 2.42. Se tiene que la aproximación de acuerdo a este caso es:

$$T_0 \geq \tau_0 \geq \theta = 30.75 \geq 11.55 \geq 1.8 \quad (3.30)$$

$$\frac{T_0 s + 1}{\tau_0 s + 1} \approx \frac{T_0}{\tau_0} \approx 2.662337 \quad (3.31)$$

$$G_{T_j, C_o}(s) = 0.0009697 * e^{-1.8} * 2.662337 \quad (3.32)$$

Tabla 3.5 Se presentan los valores para calcular la ganancia y el tiempo integral para el control Proporcional Integral (PI).

Tabla 3.5 Parámetros para el control Proporcional Integral, punto de medición al 10% de la longitud del reactor.

Parámetros	Valor
K	$0.0009697 \text{ kmol} * (\text{m}^3 * K)^{-1}$
τ	2.662337 (s)
θ	1.8 (s)

Control Proporcional Integral

Tiempo integral

$$\tau_i = \min(\tau, 8\theta) \quad (3.33)$$

$$\tau_i = \min(2.662337, 8 * 1.8) \quad (3.34)$$

$$\tau_i = 2.662337 \text{ s} \quad (3.35)$$

Ganancia

$$K = \frac{1}{k} * \frac{\tau_i}{2 * \theta} \quad (3.36)$$

$$K = \frac{1}{0.0009697 \text{ kmol} * (\text{m}^3 * K)^{-1}} * \frac{2.6623377 \text{ s}}{2 * 1.8 \text{ s}} \quad (3.37)$$

$$K = 762.64467 \text{ m}^3 * K * \text{kmol}^{-1} \quad (3.38)$$

En la Tabla 3.6 se muestra una recopilación de los datos utilizados para el diseño de la estructura de control en los 11 puntos de medición del reactor para el segundo caso de estudio.

Tabla 3.6 Parámetros del diseño de la estructura de control para los 11 puntos de medición, segundo caso de estudio.

Concentración de referencia 0.0131531 kmol/m ³				
Puntos	Temperatura de referencia (K)	Lazo secundario	Lazo primario	
		K proporcional (adimensional)	K proporcional-integral ($m^3 * K * kmol^{-1}$)	τ_i (s)
5%	640.99858	28.22990	832.71822	2.545454
10%	640.54217	58.08142	762.64467	2.662337
20%	638.92203	147.62935	699.18387	2.675324
30%	637.76531	98.804369	707.86594	2.662337
40%	636.90549	74.227740	718.71494	2.649350
50%	636.24576	299.88268	664.69229	2.662337
60%	635.72816	200.23250	668.78726	2.655844
70%	635.3150	302.04726	659.92885	2.662337
80%	634.9822	256.64997	658.17446	2.65309
90%	634.7106	158.54940	669.080007	2.650575
95%	634.59368	378.573806	651.057696	2.654545

3.7 Respuesta del sistema del sistema ante la implementación de perturbaciones

El sistema de control fue evaluado mediante la implementación de dos tipos de perturbaciones en la composición de alimentación del reactivo y en la temperatura de alimentación, la respuesta fue analizada en la composición del producto, la temperatura de la chaqueta, la selectividad, el rendimiento y la Integral Absoluta de Error.

3.7.1 Respuesta del primer caso de estudio, oxidación del benceno a anhídrido maleico.

Para la evaluación de la respuesta del sistema se propuso implementar una perturbación del 5% en la composición de alimentación de benceno y del 5% en la temperatura de alimentación. En la Figura 3.6 se muestra la respuesta de la composición del anhídrido maleico y la temperatura de la chaqueta, para el punto de medición seleccionado a los 0.64 metros de la longitud del reactor, ante una perturbación del 5% en la composición de alimentación del benceno en el tiempo 50 segundos.

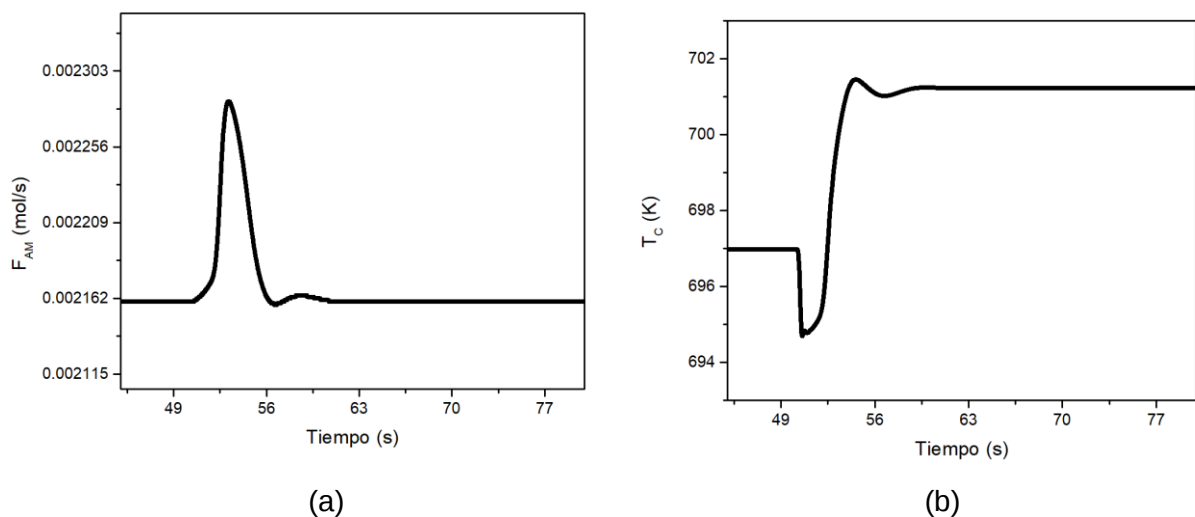


Figura 3.6 Respuesta de la composición del anhídrido maleico (a) y la temperatura de la chaqueta (b) ante una perturbación del 5% en la composición del benceno.

Se puede observar que el sistema de control responde de forma exitosa al mantener a la composición de anhídrido maleico en los valores deseados (0.00216 mol/s), mientras que para la temperatura de la chaqueta se muestra una diferencia de la temperatura antes y después de la perturbación; sin embargo, este fenómeno de offset ocurre al utilizar el control proporcional, cuyo calculo se efectúa con los datos de temperatura.

En la Figura 3.7 se muestra la respuesta del rendimiento y la selectividad, ambas figuras para el punto de medición seleccionado a los 0.64 metros de la longitud del

reactor, ante una perturbación del 5% en la composición de alimentación del benceno a los 50 segundos. Se puede observar que los porcentajes de selectividad y rendimiento disminuyen después de implementarse la perturbación, lo cual indica que se está obteniendo un menor porcentaje de producto deseado y de conversión.

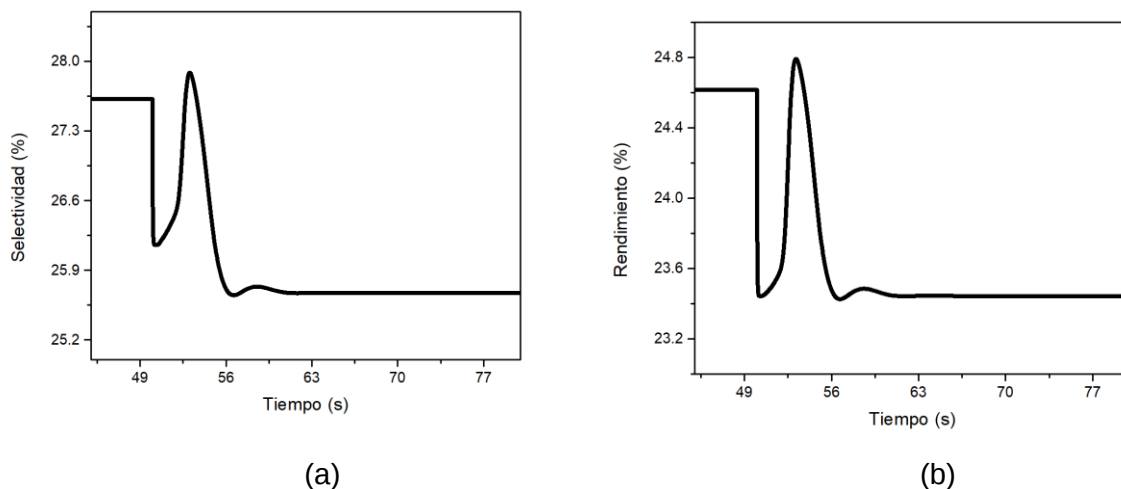
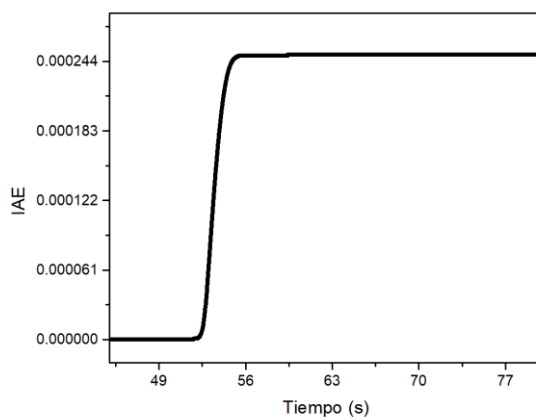


Figura 3.7 Respuesta de la selectividad (a) y rendimiento (b) ante una perturbación del 5% en la composición de alimentación.

La respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante la perturbación del 5% en la composición de alimentación del benceno implementada en el tiempo 50 segundos, se expone en la Figura 3.8.



3.8 Respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante una perturbación del 5% en la composición de alimentación del benceno.

Paralelamente, se evaluó nuevamente la respuesta del flujo de anhídrido maleico y la temperatura de la chaqueta ante una perturbación del 5% en la temperatura de alimentación, implementada en el tiempo 50 segundos, nuevamente para el punto seleccionado a 0.64 metros de la longitud del reactor, su comportamiento está mostrado en la Figura 3.9, donde se puede analizar que el sistema de control disminuye el flujo del anhídrido maleico al inducir la perturbación, pero después es llevada nuevamente al punto de control deseado (0.00216), posteriormente con la temperatura se introduce el fenómeno de offset antes mencionado.

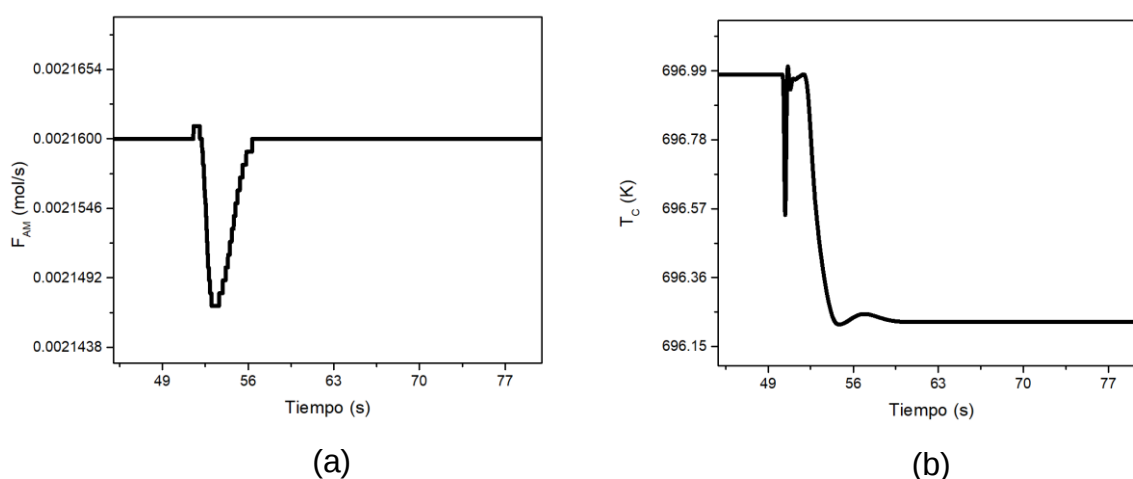


Figura 3.9 Respuesta de la composición del anhídrido maleico (a) y la temperatura de la chaqueta (b) ante una perturbación del 5% en la temperatura de alimentación.

A continuación, se muestra en la Figura 3.10 la respuesta del rendimiento y la selectividad, ambas figuras para el punto de medición seleccionado a los 0.64 metros de la longitud del reactor, ante una perturbación del 5% en la temperatura de alimentación en el tiempo 50 segundos. Se puede observar que los porcentajes de selectividad aumentan, lo cual hace referencia a que se está obteniendo un mayor porcentaje del producto deseado, mientras que el rendimiento permanece en el mismo valor.

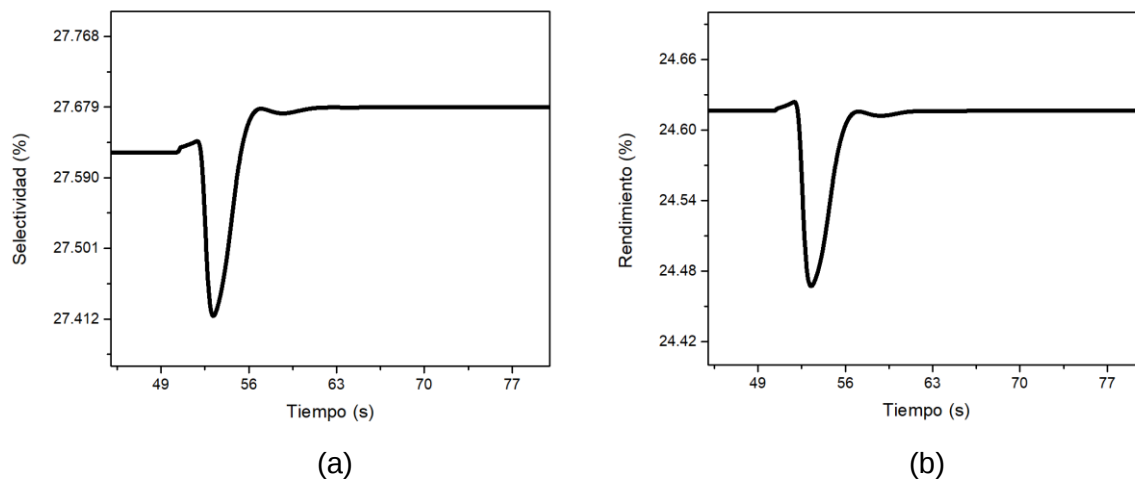
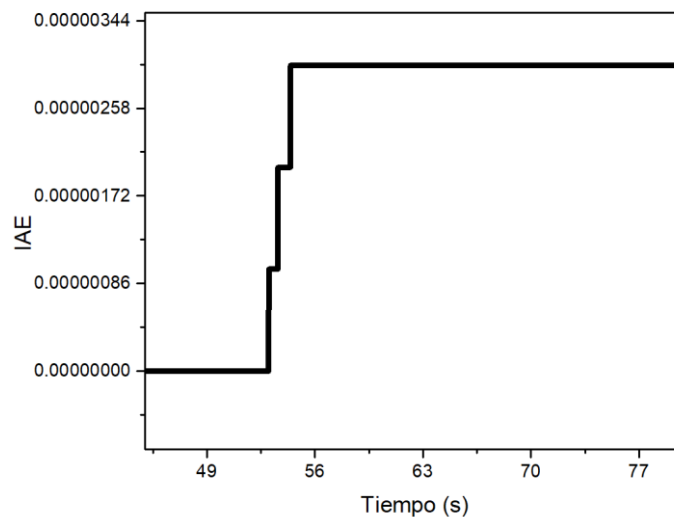


Figura 3.10 Respuesta de la selectividad (a) y rendimiento (b) ante una perturbación del 5% en la temperatura de alimentación.

La respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante la perturbación del 5% en la temperatura de alimentación de la fase líquida, implementada en el tiempo 50 segundos, se muestra en la Figura 3.11.



3.11 Respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante una perturbación del 5% en la temperatura de alimentación.

En la Tabla 3.7 se puede apreciar los valores obtenidos de selectividad, rendimiento e Integral Absoluta de Error para los 11 puntos de medición analizados, cuando se

implementó una perturbación del 5% en composición de alimentación del benceno y la temperatura de alimentación. Donde C. B. A se refiere a la composición de alimentación del benceno y T. A. es temperatura de alimentación.

Tabla 3.7 Valores de selectividad, rendimiento e Integral Absoluta de Error (IAE)

Puntos	Selectividad (%)		Rendimiento (%)		IAE	
					<i>mol /s</i>	K
Perturbación	5%	5%	5%	5%	5%	5%
	C.B. A	T. A	C.B. A	T. A	C.B. A	T. A
1	25.672354	27.67863	23.444079	24.616283	0.000210	0.000125
2	25.672354	27.678639	23.444079	24.616283	0.000215	0.000010
3	25.672354	27.678639	23.444079	24.616283	0.000250	0.000003
4	25.67235	27.67864	23.44408	24.61628	0.000421	0.000016
5	25.672354	27.67863	23.444079	24.616283	0.001065	0.000067
6	25.67235	27.67864	23.44408	24.61628	0.001158	0.000083
7	25.67235	27.67864	23.44408	24.61628	0.000774	0.000050
8	25.67235	27.67864	23.44408	24.61628	0.000554	0.000031
9	25.67235	27.67864	23.44408	24.61628	0.000424	0.000020
10	25.67235	27.67864	23.44408	24.61628	0.000342	0.000014
11	25.67235	27.67864	23.44408	24.61628	0.000313	0.000012

3.7.2 Respuesta del sistema, oxidación del benceno a anhídrido maleico evaluando con perturbaciones negativas

El caso de estudio de oxidación de benceno a anhídrido maleico fue probado nuevamente con dos diferentes tipos de perturbaciones, una en la concentración de alimentación de benceno y la otra en la temperatura de alimentación; sin embargo, a diferencia de las anteriores se decidió aplicar perturbaciones negativas para evaluar el

efecto que tenía en la concentración del producto, la temperatura de la chaqueta, la selectividad, el rendimiento y la Integral Absoluta de Error.

Por lo tanto, la Figura 3.12 representa la respuesta de la concentración del anhídrido maleico y la respuesta de la temperatura de la chaqueta ante la implementación de una perturbación del -5% en la composición de alimentación, inducida en el tiempo 50 segundos.

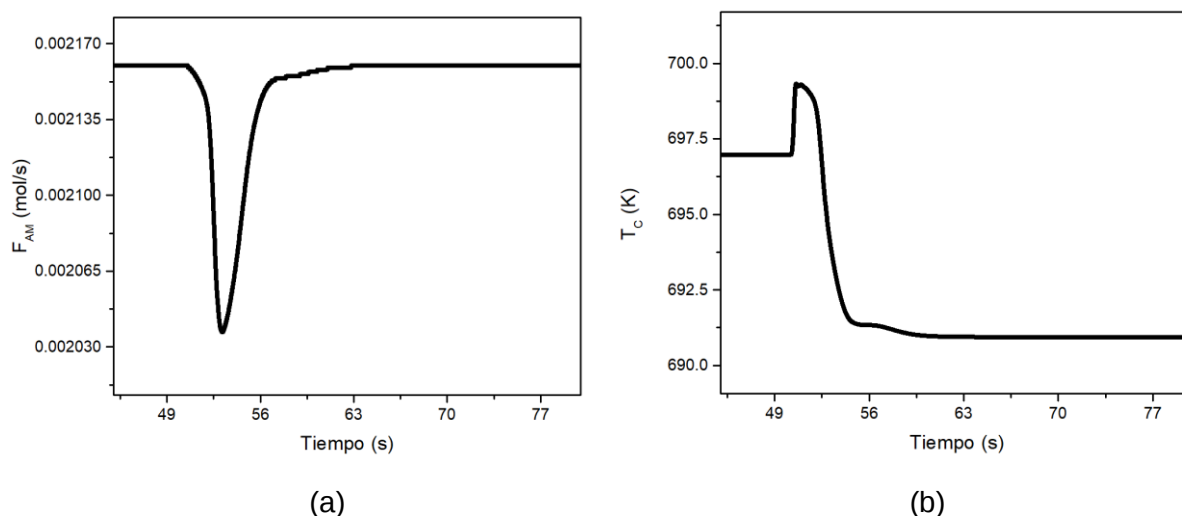


Figura 3.12 Respuesta de la composición del anhídrido maleico (a) y la temperatura de la chaqueta (b) ante una perturbación del -5% en la composición del benceno.

Se puede observar que el sistema de control responde de forma exitosa al contener a la composición de anhídrido maleico en los valores deseados (0.00216 mol/s).

En la Figura 3.13 se muestra la respuesta del rendimiento y la selectividad, ambas figuras para el punto de medición seleccionado a los 0.64 metros de la longitud del reactor, ante una perturbación del -5% en la composición de alimentación del benceno a los 50 segundos. Se puede observar que los porcentajes de selectividad y rendimiento aumentan después de implementarse la perturbación, lo cual indica que se está obteniendo un mayor porcentaje de producto deseado y de conversión.

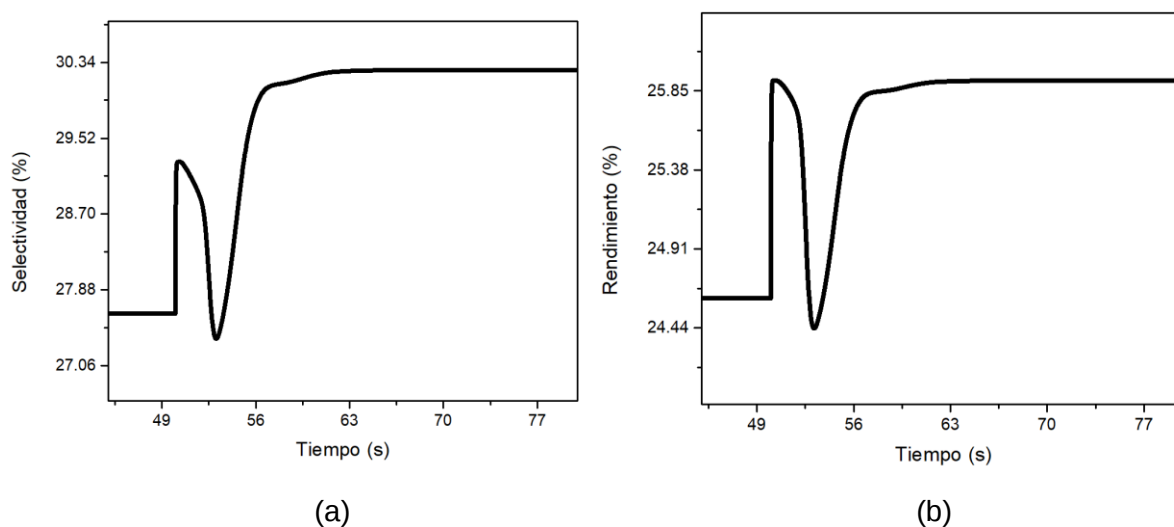
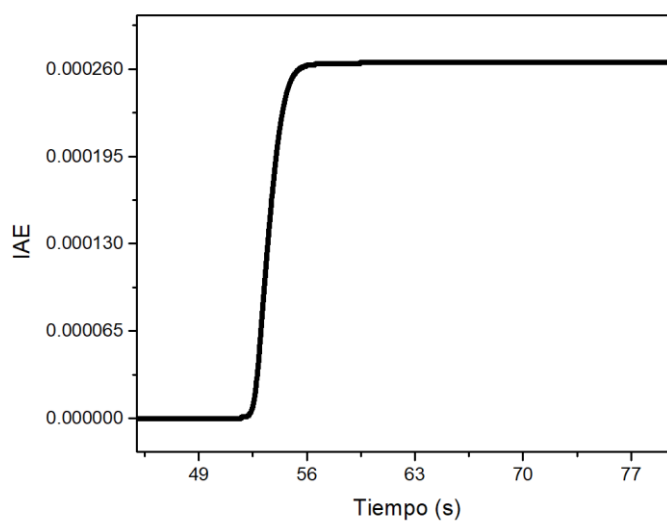


Figura 3.13 Respuesta de la selectividad (a) y rendimiento (b) ante una perturbación del -5% en la composición de alimentación.

La respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante la perturbación del -5% en la composición de alimentación del benceno implementada en el tiempo 50 segundos, se expone en la Figura 3.14.



3.14 Respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante una perturbación del -5% en la composición de alimentación del benceno.

Paralelamente, se evaluó nuevamente la respuesta del flujo de anhídrido maleico y la temperatura de la chaqueta ante una perturbación del -5% en la temperatura de alimentación, implementada en el tiempo 50 segundos, nuevamente para el punto seleccionado a 0.64 metros de la longitud del reactor, su comportamiento se encuentra mostrado en la Figura 3.15, donde se puede observar que el sistema de control eleva el flujo del anhídrido maleico al inducir la perturbación, pero después es llevada nuevamente al punto de control deseado (0.00216).

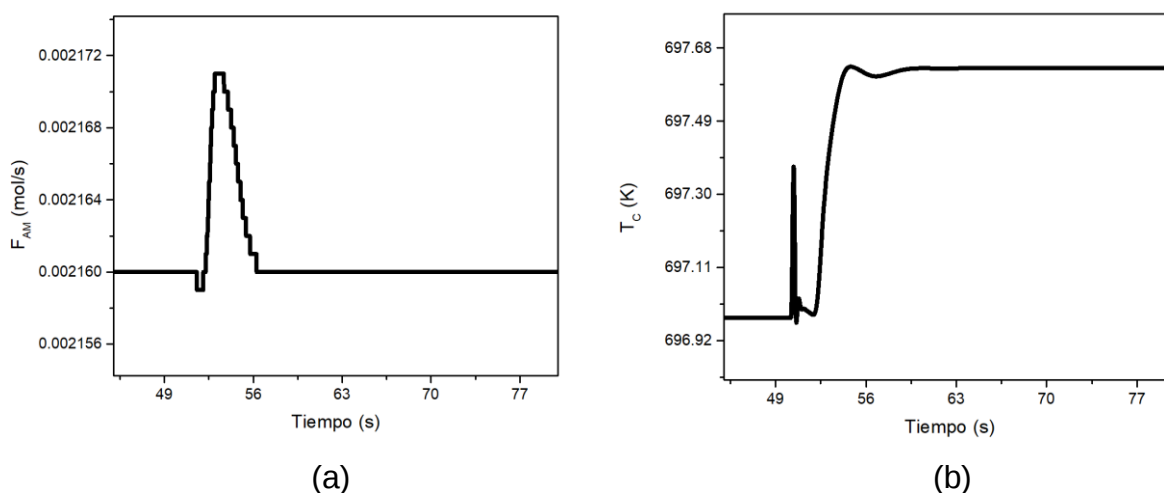


Figura 3.15 Respuesta de la composición del anhídrido maleico (a) y la temperatura de la chaqueta (b) ante una perturbación del -5% en la temperatura de alimentación.

A continuación, se muestra en la Figura 3.16 la respuesta del rendimiento y la selectividad, ambas figuras para el punto de medición seleccionado a los 0.64 metros de la longitud del reactor, ante una perturbación del -5% en la temperatura de alimentación de la fase líquida en el tiempo 50 segundos. Se puede observar que los porcentajes de selectividad disminuyen, lo cual hace referencia a que se está obteniendo un menor porcentaje del producto deseado, mientras que el rendimiento permanece en el mismo valor, esto puede deberse a que el cambio de temperatura favorece la formación de otros productos.

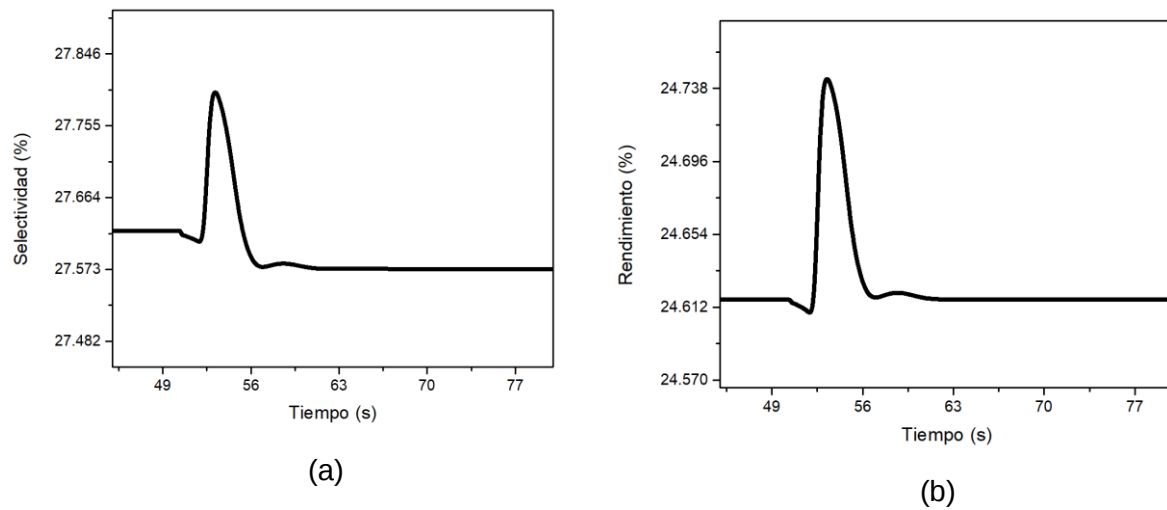
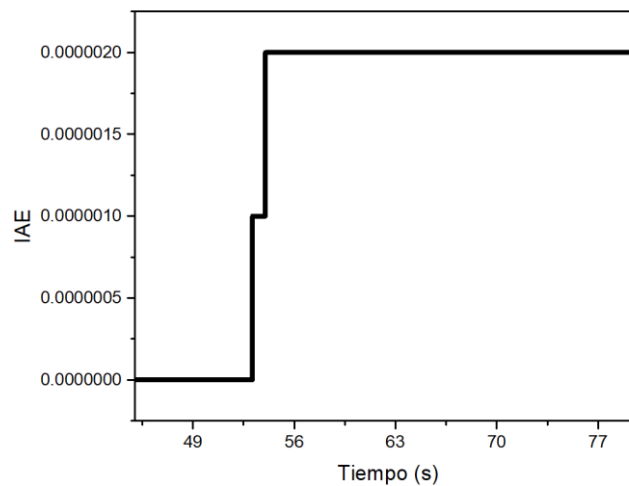


Figura 3.16 Respuesta de la selectividad (a) y rendimiento (b) ante una perturbación del -5% en la temperatura de alimentación.

La respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante la perturbación del -5% en la temperatura de alimentación de la fase líquida, implementada en el tiempo 50 segundos, se muestra en la Figura 3.17.



3.17 Respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante una perturbación del -5% en la temperatura de alimentación.

En la Tabla 3.8 se puede apreciar los valores obtenidos de selectividad, rendimiento e Integral Absoluta de Error para los 11 puntos de medición analizados, cuando se implementó una perturbación del -5% en composición de alimentación del benceno y la temperatura de alimentación de la fase líquida. Donde C. B. A se refiere a la composición de alimentación del benceno y T. A. es temperatura de alimentación.

Tabla 3.8 Valores de selectividad, rendimiento e Integral Absoluta de Error (IAE)

Puntos	Selectividad (%)		Rendimiento (%)		IAE	
					<i>mol/s</i>	K
Perturbación	-5%	-5%	-5%	-5%	-5%	-5%
	C.B. A	T. A	C.B. A	T. A	C.B. A	T. A
1	30.258161	27.573365	25.911877	24.616283	0.000255	0.000125
2	30.258161	27.573365	25.911877	24.616283	0.000241	0.000009
3	30.25816	27.573365	25.91188	24.616283	0.000265	0.000002
4	30.258161	27.573365	25.911877	24.616283	0.000445	0.000012
5	30.257864	27.573365	25.911748	24.616283	0.001169	0.000049
6	30.257182	27.573365	25.911456	24.616283	0.001321	0.000060
7	30.258151	27.573365	25.911872	24.616283	0.000877	0.000036
8	30.258161	27.573365	25.911877	24.616283	0.000626	0.000023
9	30.258161	27.573365	25.911877	24.616283	0.000484	0.000015
10	30.258161	27.573365	25.911877	24.616283	0.000397	0.000011
11	30.258161	27.573365	25.911877	24.616283	0.000366	0.000009

3.7.3 Respuesta del segundo caso de estudio, oxidación del o-xileno a anhídrido ftálico.

Para la evaluación de la respuesta del sistema se propuso implementar una perturbación del 10% en la concentración de alimentación de o-xileno y del 10% en la temperatura de alimentación. En la Figura 3.18 se muestra la respuesta de la concentración del anhídrido ftálico y la temperatura de la chaqueta, para el punto de medición seleccionado a los 0.40 metros de la longitud del reactor, ante una perturbación del 10% en la concentración de alimentación del o-xileno, en el tiempo 200 segundos.

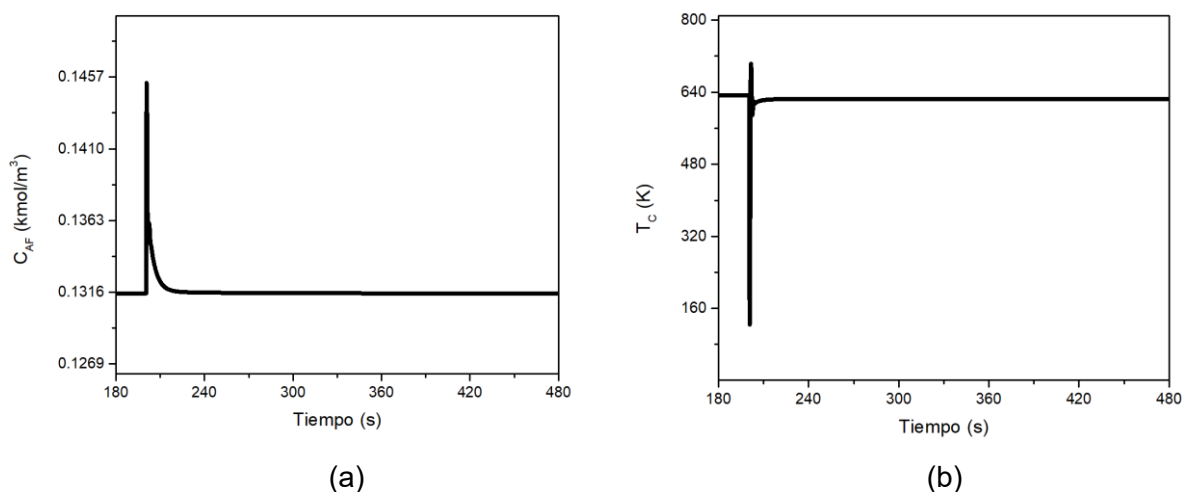


Figura 3.18 Respuesta de la composición del anhídrido ftálico (a) y la temperatura de la chaqueta (b) ante una perturbación del 10% en la concentración de alimentación del o-xileno.

A continuación, se muestra en la Figura 3.19 la respuesta de la selectividad y el rendimiento, ambas figuras para el punto de medición seleccionado a los 0.40 metros de la longitud del reactor, ante una perturbación del 10% en la concentración de alimentación del o-xileno en el tiempo 200 segundos. Se puede observar que los porcentajes de selectividad aumenta, lo cual hace referencia a que se está obteniendo un mayor porcentaje del producto deseado, mientras que el porcentaje de conversión de productos a reactivos disminuye (el rendimiento).

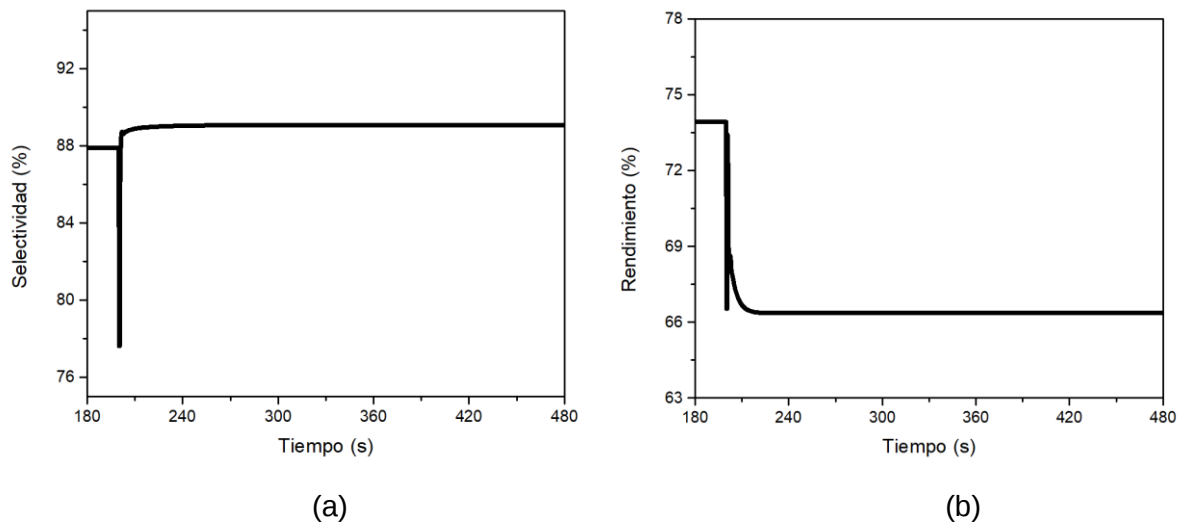
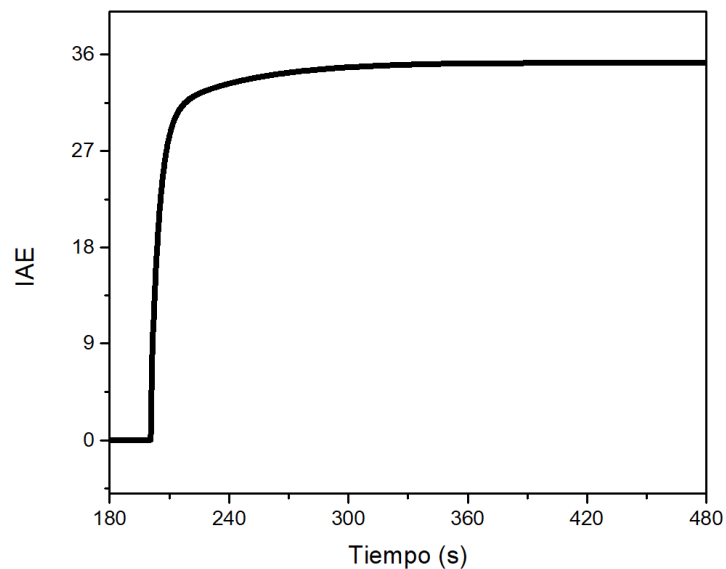


Figura 3.19 Respuesta de la selectividad (a) y rendimiento (b) ante una perturbación del 10% en la concentración de alimentación del o-xileno.

La respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante la perturbación del 10% en la concentración de alimentación del o-xileno, implementada en el tiempo 200 segundos, se muestra en la Figura 3.20.



3.20 Respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante una perturbación del 10% en la concentración de alimentación del o-xileno.

Paralelamente, se evaluó nuevamente la respuesta del flujo de ftálico y la temperatura de la chaqueta ante una perturbación del 10% en la temperatura de alimentación de la fase líquida, implementada en el tiempo 200 segundos, nuevamente para el punto seleccionado a 0.40 metros de la longitud del reactor, su comportamiento esta mostrado en la Figura 3.21, donde se puede observar que el sistema de control eleva el flujo del anhídrido ftálico al inducir la perturbación, pero después es llevada nuevamente al punto de control deseado (0.131531), posteriormente con la temperatura se introduce el fenómeno de offset antes mencionado.

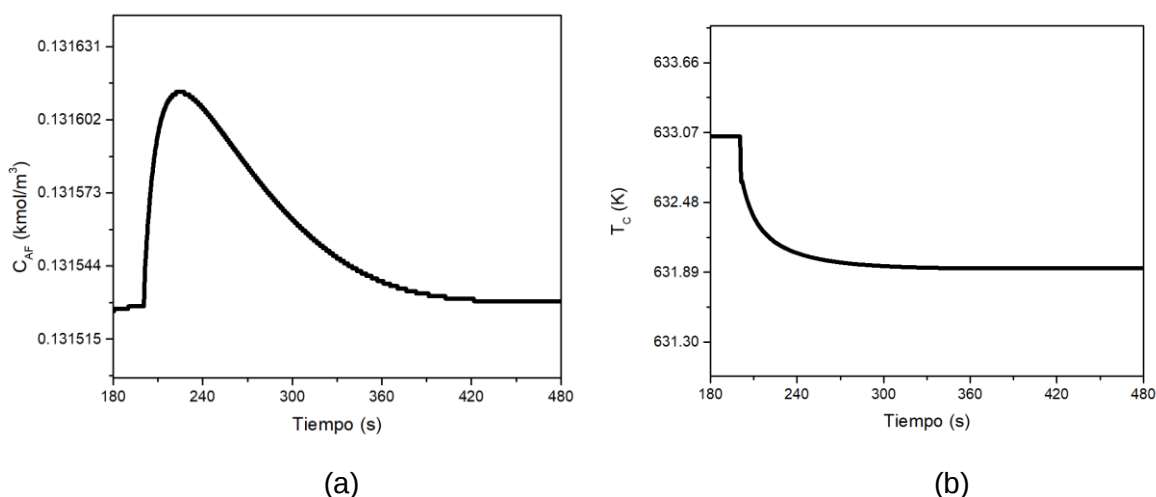


Figura 3.21 Respuesta de la composición del anhídrido ftálico (a) y la temperatura de la chaqueta (b) ante una perturbación del 10% en la temperatura de alimentación.

A continuación, se muestra en la Figura 3.22 la respuesta de la selectividad y el rendimiento, ambas figuras para el punto de medición seleccionado a los 0.40 metros de la longitud del reactor, ante una perturbación del 10% en la temperatura de alimentación de o-xileno en el tiempo 200 segundos. El comportamiento de la respuesta hace que los porcentajes de selectividad y rendimiento aumenta, lo cual hace referencia a que se está obteniendo un mayor porcentaje del producto deseado y un mayor porcentaje de conversión de reactivos a productos.

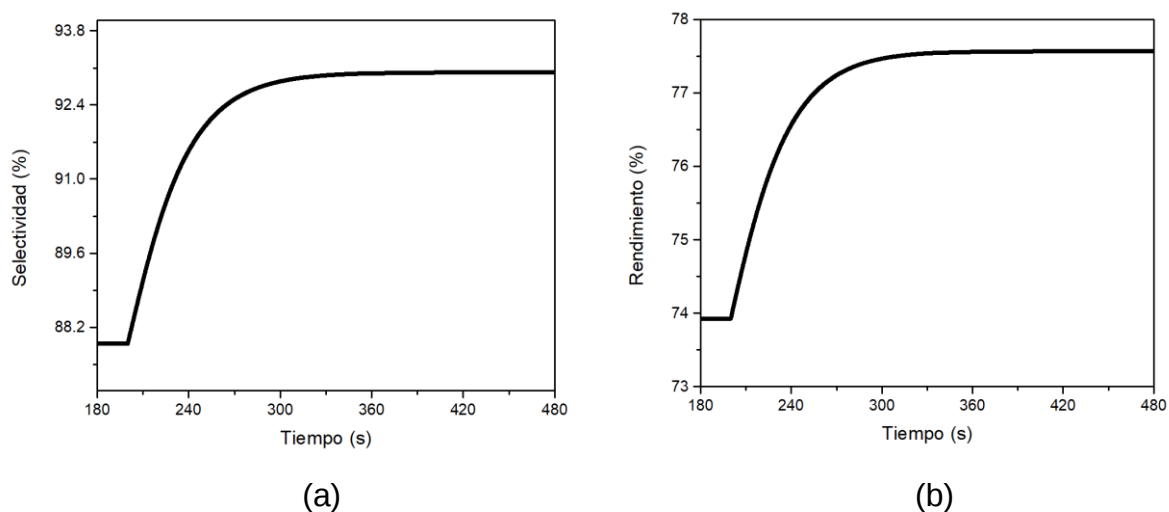
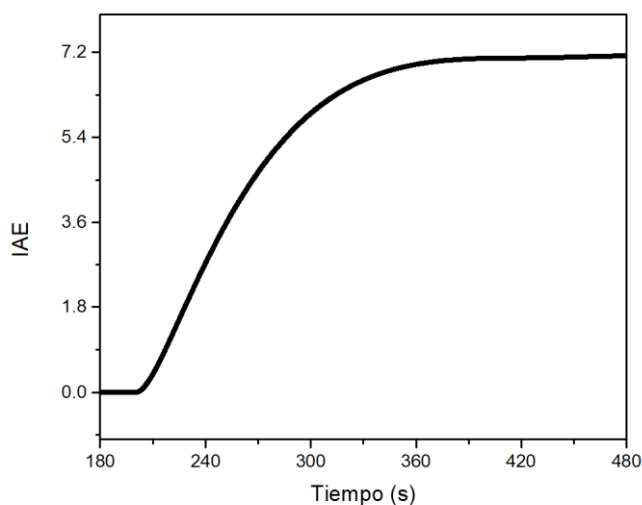


Figura 3.22 Respuesta de la selectividad (a) y rendimiento (b) ante una perturbación del 10% en la temperatura de alimentación.

La respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante la perturbación del 10% en la temperatura de alimentación, implementada en el tiempo 200 segundos, se muestra en la Figura 3.23.



3.23 Respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante una perturbación del 10% en la temperatura de alimentación.

En la Tabla 3.9 se puede apreciar los valores obtenidos de selectividad, rendimiento e Integral Absoluta de Error para los 11 puntos de medición analizados, cuando se implementó una perturbación del 10% en concentración de alimentación del o-xileno la temperatura de alimentación. Donde C. O. A se refiere a la concentración de alimentación del o-xileno y T. A es temperatura de alimentación.

Tabla 3.9 Valores de selectividad, rendimiento e Integral Absoluta de Error (IAE) para la oxidación del o-xileno a anhidrido ftálico.

Puntos	Selectividad (%)		Rendimiento (%)		IAE	
					kmol/m^3	K
Perturbación	10%	10%	10%	10%	10%	10%
	C.O.A	T.A	C.O.A	T.A	C.O.A	T.A
1	88.99271	92.022491	67.046212	76.863616	31.588806	10.606594
2	88.99271	92.02249	67.046212	76.863614	35.233527	7.172865
3	88.99271	92.02249	67.046213	76.86362	35.831407	6.972964
4	88.99271	92.02249	67.046212	76.86362	33.903644	6.087130
5	88.99271	92.02249	67.046212	76.86362	32.654126	5.480610
6	88.99272	92.022491	67.04621	76.863617	35.117742	5.539115
7	88.99272	92.022491	67.04621	76.863616	34.914486	5.239205
8	88.99271	92.022491	67.046212	76.863616	35.424337	5.123995
9	88.99271	92.022491	67.046212	76.863616	35.434851	4.982110
10	88.99271	92.022491	67.046212	76.863616	34.929488	4.804305
11	88.99271	92.022491	67.046212	76.863616	35.794235	4.885725

3.8 Evaluación del sistema de control en la oxidación del o-xileno a anhídrido ftálico con la velocidad de flujo como variable manipulada

Para este caso se pretende cambiar la variable manipulada anteriormente trabajada (la temperatura de la chaqueta) por la velocidad de flujo, para el caso de estudio de la oxidación del o-xileno a anhídrido ftálico. La estructura del sistema de control se sigue manejando como un sistema en cascada compuesto por dos lazos, el lazo primario conformado por un control Proporcional Integral que relaciona la composición con la temperatura interna y el segundo lazo conformado por un control Proporcional que relaciona la temperatura interna con la velocidad de flujo, como se muestra en la Figura 3.24.

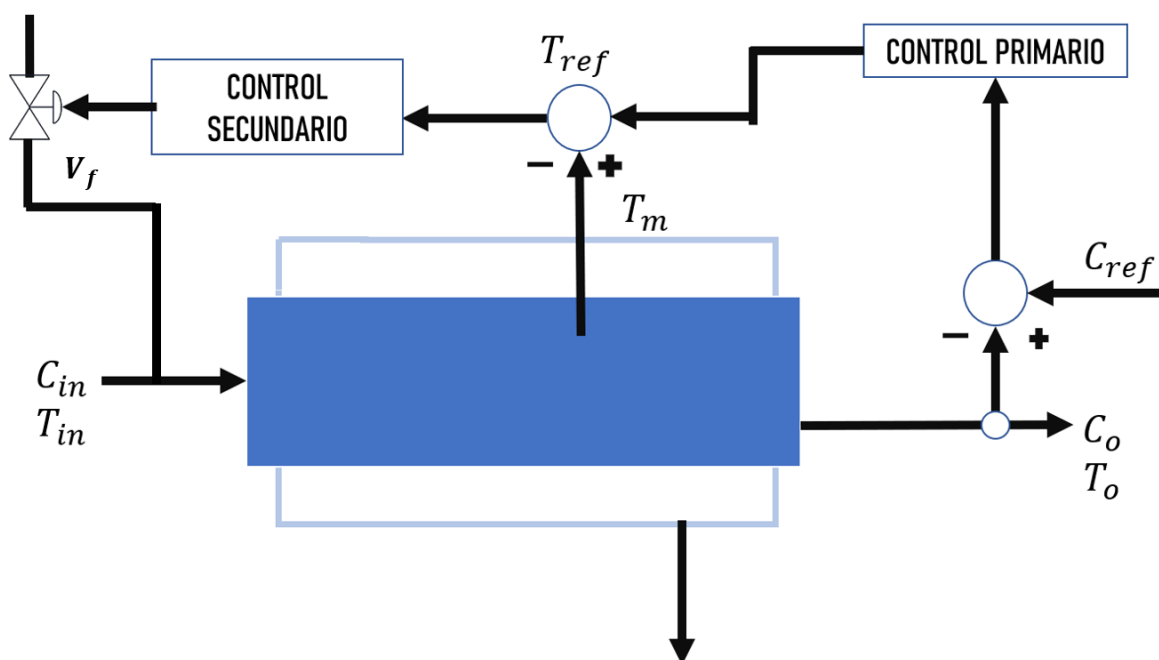


Figura 3.24 Sistema implementado al proceso de oxidación de o-xileno a anhídrido ftálico, con la velocidad de flujo como variable manipulada.

Se aplicó un cambio escalón y se evaluó la respuesta del sistema frente a este cambio en cada uno de los puntos de medición mencionados previamente en el apartado 3.1, con el objetivo de poder obtener los parámetros para hacer el diseño de la estructura de control. Se seleccionó un cambio escalón del 10% en la velocidad de flujo (2.06 m/s) aplicado en el tiempo $t=300$ segundos. La respuesta de la temperatura de la fase líquida y la composición del anhídrido ftálico es presentada en la Figura 3.25 para el punto de medición seleccionado al 10% de la longitud del reactor (0.4 m).

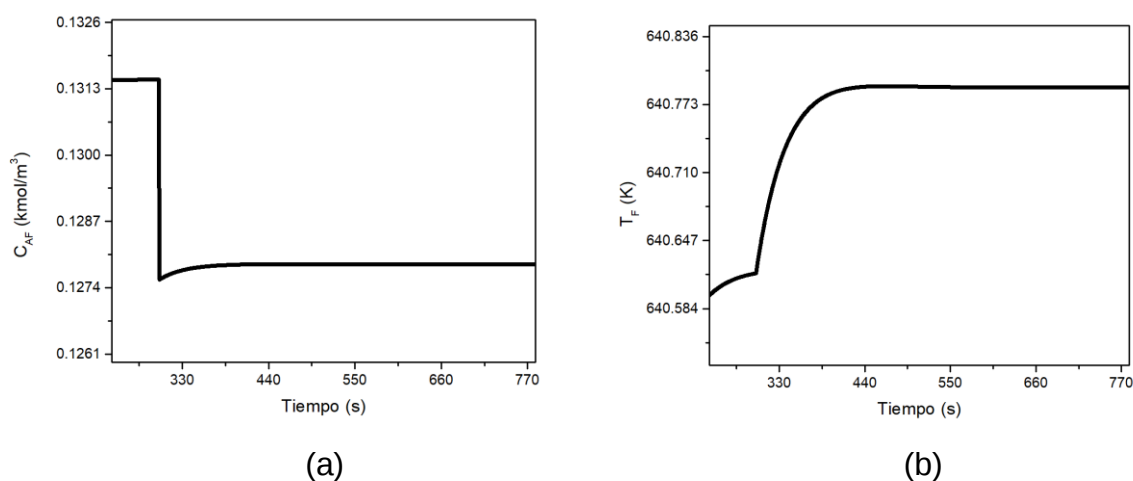


Figura 3.25 Respuesta de la concentración del anhídrido ftálico (a) y la temperatura del reactor (b) ante un cambio escalón del 10% en la velocidad de flujo en el punto de medición al 10% de la longitud del reactor (0.4 m).

Los parámetros para construir los modelos de primero orden más tiempo muerto fueron obtenidos de los datos producidos por la respuesta del sistema ante el cambio escalón en la velocidad de flujo. En la Tabla 3.10 se muestran los parámetros obtenidos para el caso de estudio la oxidación del o-xileno a anhídrido ftálico en los 11 puntos de medición a lo largo del reactor para la composición y la temperatura.

Tabla 3.10 Parámetros para la construcción del modelo de primer orden más tiempo muerto

Punto	Composición			Temperatura		
	$K (kmol * s * m^{-4})$	$\tau (s)$	$\theta (s)$	$K (K * s * m^{-1})$	$\tau (s)$	$\theta (s)$
0.05	-0.0175243	0.301098	0.0809	-0.3271359	85.5	12.5
0.1				0.83553398	26.4	2.7
0.2				1.2631068	27.975	2.925
0.3				1.36805825	26.25	2.85
0.4				1.3820388	27.6	2.8
0.5				1.3473301	27.75	2.75
0.6				1.286407767	23.025	2.425
0.7				1.21169903	28.275	2.575
0.8				1.130436893	31.2	2.60
0.9				1.0471845	28.26	2.38
0.95				1.0056796	28.395	2.335

3.8.1 Diseño del control Proporcional (P)

El lazo de control interno consta de una relación entre la temperatura interna (salida) con la temperatura de la chaqueta (entrada), a continuación, se presenta el cálculo de la ganancia del control Proporcional para uno de los puntos de medición seleccionado para el caso de estudio la oxidación del o-xileno a anhídrido ftálico, utilizando los datos de la Tabla 3.10, usando como variable manipulada la velocidad de flujo.

Punto 10% de la longitud del reactor 0.40 m

$$K = \frac{1}{k} * \frac{\tau}{2 * \theta} \quad (3.39)$$

$$K = \frac{1}{0.83553398} * \frac{26.4 \text{ s}}{2 * 2.7 \text{ s}} = 5.85121491 \frac{m}{K * s} \quad (3.40)$$

3.8.2 Diseño del control Proporcional Integral (PI)

Las siguientes funciones de transferencia relacionan la composición de salida (salida) del reactor con la temperatura interna (entrada), para el punto seleccionado, con el objetivo de encontrar los parámetros de ganancia y tiempo integral, para el desarrollo del control PI. En primer lugar, se hace mención de las funciones y cálculos para el caso de oxidación de o-xileno a anhídrido ftálico, utilizando los datos de la Tabla 3.10.

Punto 2.- 10% de la longitud del reactor 0.40 m

Composición

$$G_{com}(s) = \frac{K}{\tau_1 s + 1} e^{-\theta s} \quad (3.41)$$

$$G_{com}(s) = \frac{-0.0175243}{0.301098 s + 1} e^{-0.0809s} \quad (3.42)$$

Temperatura

$$G_{temp}(s) = \frac{K}{\tau_1 s + 1} e^{-\theta s} \quad (3.43)$$

$$G_{temp}(s) = \frac{0.83553398}{26.4 s + 1} e^{-2.7 s} \quad (3.44)$$

Relacionando las funciones de composición / temperatura

$$\frac{C(s)}{T_j(s)} = G_{T_j, C_o}(s) = \frac{\frac{-0.0175243}{0.301098 s + 1} e^{-0.0809s}}{\frac{0.83553398}{26.4 s + 1} e^{-2.7 s}} \quad (3.45)$$

$$G_{T_j, C_o}(s) = -0.0209737 * e^{2.6191} * \frac{(26.4 s + 1)}{(0.301098 s + 1)} \quad (3.46)$$

Aplicando la aproximación de constantes de tiempo Skogestad y Grimholt (2012) mencionadas en el apartado 1.3.1 Ecuación 2.42. Se tiene que la aproximación de acuerdo a este caso es:

$$\text{para } T_0 \geq \theta \geq \tau_0 \quad (3.47)$$

$$\frac{T_0}{\theta} = \frac{26.4}{2.6191} = 10.0799908 \quad (3.48)$$

En la Tabla 3.11 Se presentan los valores para calcular la ganancia y el tiempo integral para el control Proporcional Integral (PI).

Tabla 3.11 Parámetros para el control Proporcional Integral, punto de medición al 10% de la longitud del reactor.

Parámetros	Valor
K	$-0.0209737 \text{ kmol} * (K * m^3 * s^2)^{-1}$
τ	10.0799908 s
θ	2.6191 s

Ganancia para el control Proporcional Integral

$$K = \frac{1}{k} * \frac{\tau}{2 * \theta} \quad (3.49)$$

$$K = \frac{1}{-0.0209737} * \frac{10.0799908}{2 * 2.6191} \quad (3.50)$$

$$K = -91.750933 \text{ K} * m^3 * s^2 * kmol^{-1} \quad (3.51)$$

Tiempo integral

$$\tau_i = \min(\tau, 8\theta) \quad (3.52)$$

$$\tau_i = \min(10.0799908, 8 * 2.6191) \quad (3.53)$$

$$\tau_i = 10.0799908 \text{ s} \quad (3.54)$$

En la Tabla 3.12 se muestra una recopilación de los datos utilizados para el diseño de la estructura de control en los 11 puntos de medición del reactor.

Tabla 3.12 Parámetros del diseño de la estructura de control para los 11 puntos de medición, oxidación del o-xileno a anhídrido ftálico.

Puntos	Temperatura (K)	τ_i (s)	k_{PI} ($K * m^3 * s^2 * kmol^{-1}$)	k_P ($\frac{m}{K*s}$)
5%	641.02452	6.88458457	5.17425255	-10.45437
10%	640.61667	10.079991	-91.750933	5.851214
20%	638.96501	9.8363249	-124.64238	3.785943
30%	637.78938	9.4424400	-132.71928	3.655128
40%	636.92131	10.150604	-147.20580	3.566159
50%	636.25772	10.396957	-149.74544	3.744779
60%	635.73829	11.720250	-153.80646	3.690449
70%	635.32468	12.470250	-157.15100	3.83106
80%	634.99112	12.385620	-158.58326	3.890
90%	634.71944	12.495250	-159.74547	3.90
95%	634.60255	12.59732	-160.3631	3.9051

3.8.3 Evaluación del sistema ante la implementación de perturbaciones

Para la evaluación de la respuesta del sistema se propuso implementar una perturbación del 10% en la composición de alimentación de o-xileno y del 10% en la temperatura de alimentación. En la Figura 3.26 se muestra la respuesta de la composición del anhídrido ftálico y la velocidad de flujo, para el punto de medición

seleccionado a los 0.40 metros de la longitud del reactor, ante una perturbación del 10% en la concentración de alimentación del o-xileno en el tiempo 300 segundos.

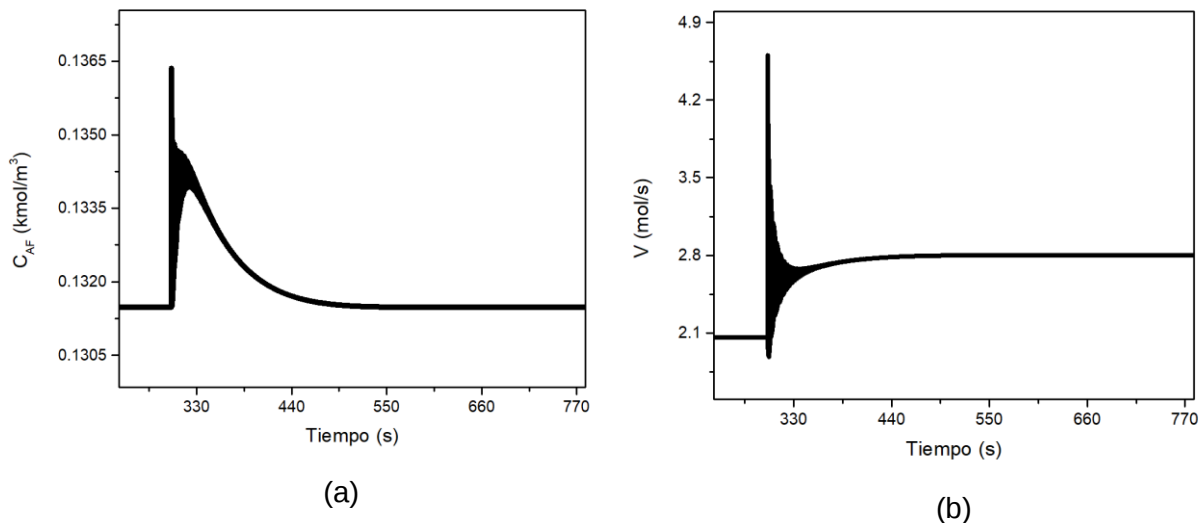


Figura 3.26 Respuesta de la composición del anhídrido ftálico (a) y la velocidad de flujo (b) ante una perturbación del 10% en la concentración de alimentación del o-xileno.

A continuación, se muestra en la Figura 3.27 la respuesta de la selectividad y el rendimiento, ambas figuras para el punto de medición seleccionado a los 0.40 metros de la longitud del reactor, ante una perturbación del 10% en la concentración de alimentación del o-xileno en el tiempo 300 segundos.

Se puede observar que los porcentajes de selectividad aumenta, lo cual hace referencia a que se está obteniendo un mayor porcentaje del producto deseado, mientras que el porcentaje de conversión de productos a reactivos disminuye (el rendimiento).

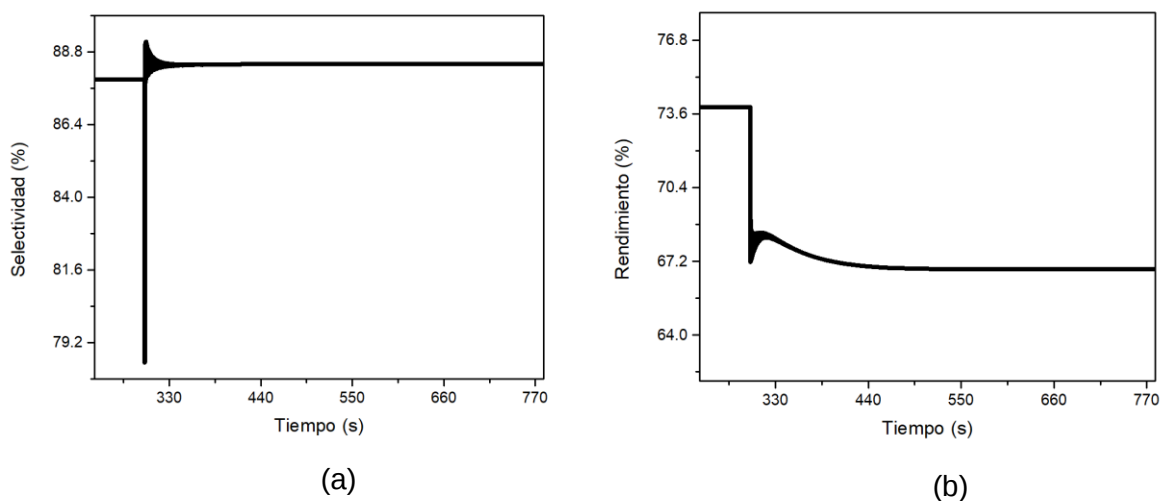


Figura 3.27 Respuesta de la selectividad (a) y rendimiento (b) ante una perturbación del 10% en la concentración de alimentación del o-xileno.

La respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante la perturbación del 10% en la concentración de alimentación del o-xileno, implementada en el tiempo 300 segundos, se muestra en la Figura 3.28.

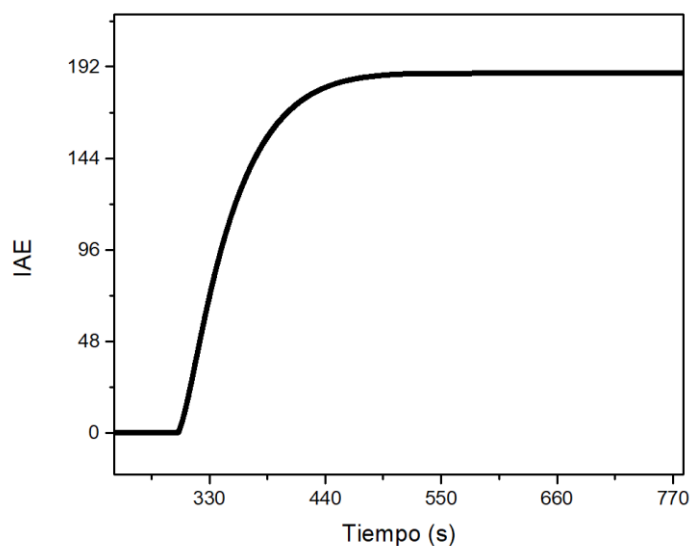


Figura 3.28 Respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante una perturbación del 10% en la concentración de alimentación del o-xileno

Paralelamente, se evaluó nuevamente la respuesta del flujo de ftálico y la temperatura de la chaqueta ante una perturbación del 10% en la temperatura de alimentación de la fase líquida, implementada en el tiempo 300 segundos, nuevamente para el punto seleccionado a 0.40 metros de la longitud del reactor, su comportamiento está mostrado en la Figura 3.29.

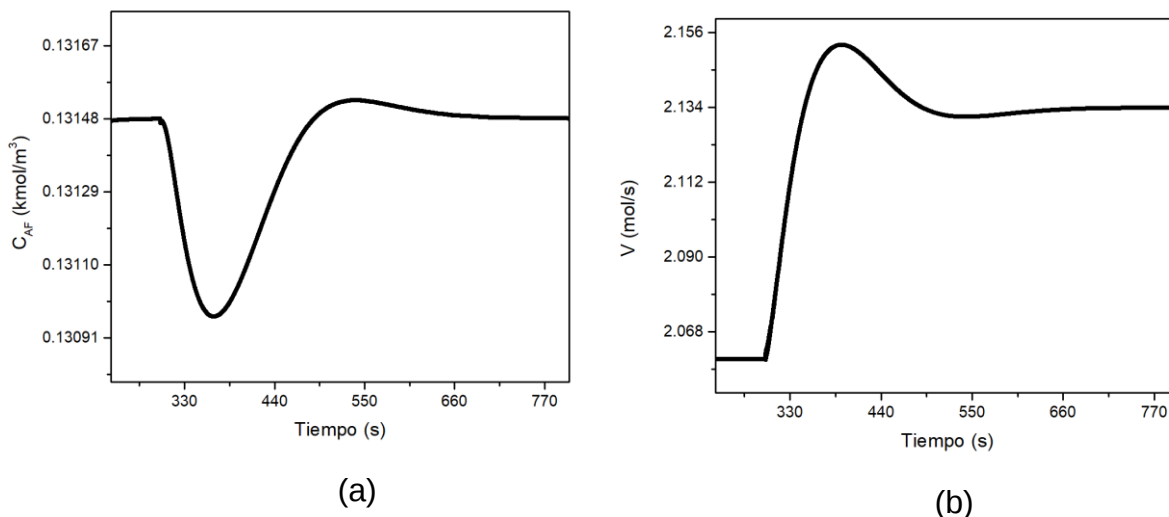


Figura 3.29 Respuesta de la composición del anhídrido ftálico (a) y la velocidad de flujo (b) ante una perturbación del 10% en la temperatura de alimentación.

A continuación, se muestra en la Figura 3.30 la respuesta de la selectividad y el rendimiento, ambas figuras para el punto de medición seleccionado a los 0.40 metros de la longitud del reactor, ante una perturbación del 10% en la temperatura de alimentación en el tiempo 300 segundos.

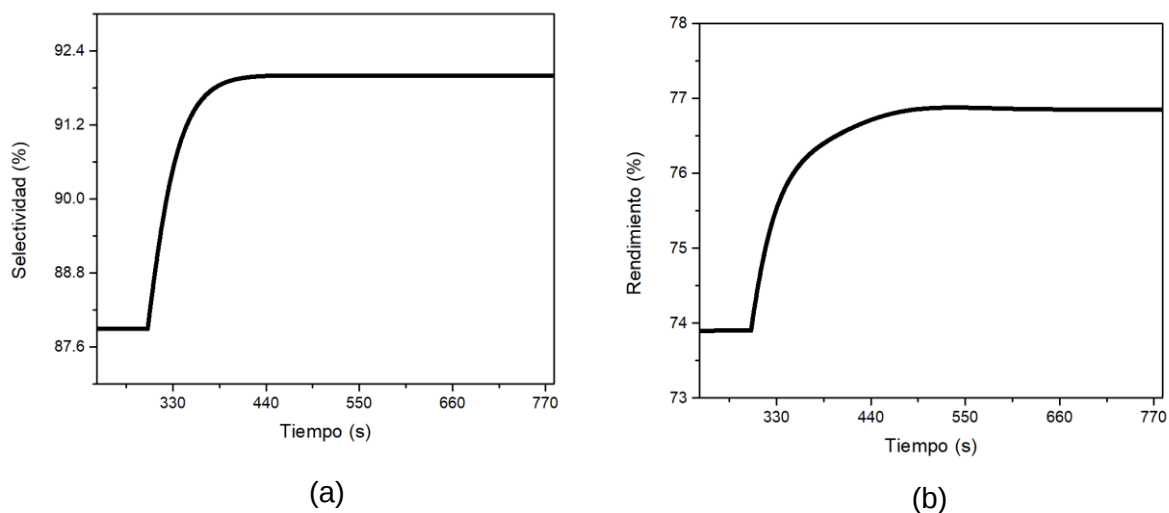


Figura 3.30 Respuesta de la selectividad (a) y rendimiento (b) ante una perturbación del 10% en la temperatura de alimentación.

La respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante la perturbación del 10% en la temperatura de alimentación, implementada en el tiempo 300 segundos es mostrada en la Figura 3.31.

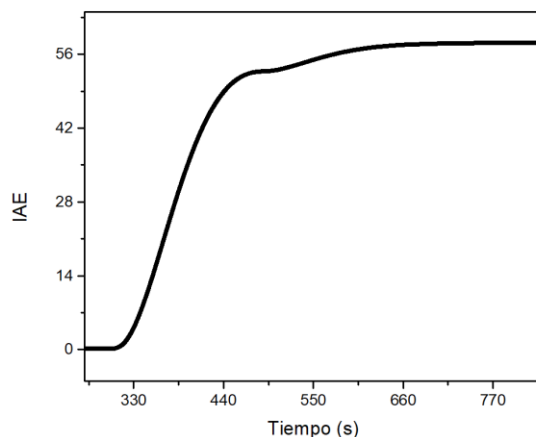


Figura 3.31 Respuesta de la Integral Absoluta de Error (IAE) ante una perturbación del 10% en la temperatura de alimentación.

En la Tabla 3.13 se muestra los valores obtenidos de selectividad, rendimiento e Integral Absoluta de Error, para los 11 puntos de medición utilizando una perturbación de 10% en la temperatura de alimentación y 10% en la composición de alimentación del o-xileno.

Tabla 3.13 Valores de selectividad, rendimiento y IAE obtenidos en los 1 puntos de medición, para la oxidación de o-xileno a anhídrido maleico con la velocidad de flujo como variable manipulada.

Puntos	Selectividad (%)		Rendimiento (%)		IAE	
					$kmol/m^3$	K
Perturbación	10%	10%	10%	10%	10%	10%
	C.O.A	T.A	C.O.A	T.A	C.O.A	T.A
2	88.39540	91.99596	66.85979	76.84548	188.743455	58.190846
3	88.39540	91.99597	66.85979	76.84548	144.465276	30.214133
4	88.39540	91.99597	66.85979	76.84548	124.217382	17.224451
5	88.39540	91.99597	66.85979	76.84548	112.229562	10.786203
6	88.39540	91.99597	66.85979	76.84548	105.240713	6.938679
7	88.39540	91.99597	66.85979	76.84548	108.301643	4.601490
8	88.39540	91.99597	66.85979	76.84548	104.892615	2.758317
9	88.39540	91.99597	66.85979	76.84548	97.865963	1.455125
10	88.39540	91.99597	66.85979	76.84548	94.183394	0.877380
11	88.39540	91.99597	66.85979	76.84548	93.904196	0.867276

Como se puede analizar en las tablas de valores obtenidos para selectividad y rendimiento de los dos casos de estudio, se observó que donde se coloque el punto de medición (sensor) a lo largo del reactor, no afectara el porcentaje final obtenido para la selectividad y el rendimiento. Puesto que ambos parámetros alcanzan el estado estable en los mismos valores de porcentaje sin embargo, cabe resaltar que el comportamiento de las gráficas es decir, la respuesta transitoria de los parámetros suele observarse cambios, ya que algunos puntos contienen curvas más pronunciadas que otras.

Esto también involucra que el sistema de control si afecta la respuesta de la selectividad y el rendimiento para ambos casos de estudio. Un sistema de control permite disminuir los impactos de las perturbaciones más sin embargo las perturbaciones pueden afectar directamente estos parámetros.

Como se observa en las gráficas de la selectividad y el rendimiento en el caso de la oxidación del benceno a anhídrido maleico se realizó la evaluación aplicando una perturbación positiva del 5% en la composición de alimentación del benceno, esto quiere decir que la composición aumentará un 5% más antes de ser estabilizada por el sistema de control, el resultado obtenido fue que el porcentaje de selectividad disminuyo; esto puede deberse a que el aumento de la composición del reactivo limitante provoca reacciones secundarias no deseadas, a medida que aumenta la concentración del reactivo limitante, también aumenta la probabilidad de que reaccione con otros componentes del sistema, recordando que las reacciones manejadas son de tipo consecutivas donde una reacción individual ocurre consecutivamente después de la otra, utilizando los reactantes para generar productos en cada etapa los cuales pueden ser de interés o no para el proceso.

Por otro lado se muestra que cuando se implementó una perturbación negativa (-5%) en la concentración de alimentación del benceno, el porcentaje de selectividad incremento, aunque la presencia de un reactivo en exceso como fue anteriormente el aumento en la composición del benceno, podría relacionarse con un aumento de la eficiencia y la conversión sin embargo, puede dar efectos no deseados como las

reacciones secundarias. En esta evaluación se mostró que al disminuir la cantidad de benceno alimentada lograba reducir la obtención de productos que no son de interés y potencializar la obtención del anhídrido maleico, por ende el porcentaje de selectividad aumento. Si la formación del producto deseado es más favorecida a concentraciones más bajas del reactivo limitante, la disminución de su concentración puede aumentar la selectividad hacia ese producto.

Es importante mencionar que los efectos antes mencionados dependen de la naturaleza de cada reacción química, como se puede observar en el segundo caso de estudio la oxidación del o-xileno a anhídrido ftálico, en esta evaluación se analizó la implementación de perturbaciones positivas (del 10%) en la composición de alimentación del o-xileno y en la temperatura de alimentación, obteniendo que los porcentajes de selectividad aumentaban sin embargo, el cambio de porcentaje más significativo se obtiene con la perturbación en la concentración, esto quiere decir que al incrementar la concentración con la perturbación inducida podría mejorar la selectividad, al dirigir la mayoría de los reactivos hacia la formación del producto deseado.

Por otro lado se nota que al inducir la perturbación del 10% en la temperatura de alimentación, se observa que tanto los porcentajes de selectividad y rendimiento aumentan, puesto que puede existir un aumento de la velocidad de reacción permitiendo que los reactivos se consuman más rápido, de esta forma obtener una conversión más veloz y eficiente de los reactivos a los productos.

Se puede analizar los parámetros de la solución de los modelos para ambos equipos Tabla 3.13, los procesos se llevan a cabo en equipos de 3.2 y 4 metros de longitud respectivamente para el caso de oxidación del benceno y o-xileno, así como diámetros relativamente pequeños. La velocidad de flujo permite tener un proceso rápido ya que los reactivos recorren el equipo en un promedio de 2 segundos, provocando una respuesta rápida en el sistema, sin embargo el sistema de control tiene un cierto tiempo de ajuste (tiempo de respuesta) y limitaciones en términos de velocidades con las que

puede contrarrestar las perturbaciones, si estas ocurren demasiado rápidas como lo es el caso, provocará impactos en la selectividad y el rendimiento.

Tabla 3.14 Parámetros de los modelos

Reacción	Flujo	Diámetro Longitud	Composición	Temperaturas
Benceno	2.48 m/s	0.0254 m 3.2 m	$F_B = 0.00927 \text{ mol/s}$	$T_c = 697 \text{ K}$ $T_s = 760 \text{ K}$ $T_f = 709 \text{ K}$
O-xileno	2.06 m/s	0.0225 m 4.0 m	$C_{Af} = 0.181 \text{ kmol/m}^3$	$T_f = 628 \text{ K}$

Comparando la selectividad y rendimiento obtenidos, valores de selectividad de entre (25.5733 - 30.2581%) y rendimiento de entre (23.449 - 25.9118%), con los valores de la literatura para el primer caso de estudio, la oxidación del benceno a anhídrido maleico, los porcentajes están por debajo de los encontrados. Se han analizado casos de estudio como el trabajado por Fagundez *et al.*, (2012) donde obtuvieron un rendimiento del 73% con una ruta prometedora para convertir furfural renovable a anhídrido maleico. Por otro lado, Chen *et al.*, (2012) ha reportado la influencia de las condiciones de activación catalítica en el rendimiento del catalizador y las microestructuras de óxidos de V-Mo para la oxidación de benceno a anhídrido maleico obteniendo una selectividad y rendimiento cercanos al 80 y 100%. Otros trabajos, como el de Dosumov y Ergazieva, (2012) se centran en la búsqueda de nuevos catalizadores altamente selectivos de sistemas vanadio-molibdeno y sus compuestos complejos modificados, obteniendo rendimiento (73%) y selectividad (77,6%) en el mejor de los casos estudiados con el catalizador que contiene fósforo, para la obtención de anhídrido maleico.

Por otro lado, se compararon los datos obtenidos en el caso estudiado de oxidación de o-xileno a anhídrido ftálico obteniéndose valores similares a los de la literatura, la selectividad obtenida fue 88,99271 y 92,0224% en los dos casos de perturbaciones

estudiadas, el rendimiento obtenido fue 67,04621 y 76,8636% para este estudio. Los trabajos de Mülheims *et al*, (2011) reportan valores de selectividad de 70% haciendo la simulación de un equipo de 1.75 m de longitud y 0.0205 m de diámetro, por otro lado Marxa *et al*, (2011) trabajan con parámetros similares de diseño usando un reactor tubular de 4 m de longitud y 0.025 m de diámetro obteniendo selectividades de entre 80-85%, por ultimo Richter & Mest (2015) obtienen selectividades de entre 83% y 84% probando longitudes de equipo diferentes (2.5 – 3.7 m) y diámetros de entre 0.021 m a 0.025 m.

Cabe resaltar la importancia de un sistema de control aplicado a reacciones múltiples consecutivas, puesto que permite monitorear y ajustar las condiciones operativas en tiempo real al detectar desviaciones en las variables corrigiéndolas inmediatamente, con ello poder controlar la obtención de productos secundarios, mejorando la obtención de productos de interés, con ello aumentando la selectividad y el rendimiento. Por otro lado el reactor tubular es un equipo que proporciona una distribución más uniforme del tiempo de residencia en comparación con algunos otros tipos de reactores, mejorando el tiempo que la sustancia química permanece dentro del reactor mientras se efectúa la reacción química aumentando a su vez la eficiencia de la conversión.

Conjuntamente, se analizó la respuesta del sistema modificando la variable manipulada anteriormente manejada (la temperatura de la chaqueta) por la velocidad de flujo de alimentación, a la cual se le aplicó un salto del 10% para caracterizar el proceso, obteniendo una respuesta favorable por el sistema, analizando que al implementar la perturbación en la concentración de alimentación del o-xileno el porcentaje de selectividad aumenta y el de rendimiento disminuye esto quiere decir que la eficiencia de la conversión disminuye sin embargo se obteniendo el producto deseado, mientras que al implementar la perturbación en la temperatura de alimentación los porcentajes de ambos parámetros aumentan. Se obtuvieron valores de selectividad de entre 88.3 y 91.99 y de rendimiento de entre 66.85 y 76.84, porcentajes bastante similares a los obtenidos utilizando la temperatura de la chaqueta

como variable manipulada, esto quiere decir que si se considera la temperatura de la chaqueta como variable manipulada en el sistema de control o la velocidad de flujo se llegan a valores similares de selectividad y rendimiento en la respuesta en estado estable.

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Se seleccionaron dos casos de estudio comprendidos dentro de las reacciones múltiples de tipo consecutiva. El primer caso de estudio se trató de la oxidación del benceno a anhídrido maleico y el segundo caso de estudio abordado fue la oxidación del o-xileno a anhídrido ftálico.

Se resolvió el modelo dinámico del reactor haciendo uso de las ecuaciones de balance de materia y energía para cada caso de estudio, dicha solución se efectuó utilizando el método de diferencias finitas y posteriormente integrando el set de ecuaciones con el uso del método de Runge Kutta, todo ello utilizando los parámetros de diseño del reactor reportados en la literatura.

Se implementó el diseño de un control en cascada Proporcional / Proporcional Integral para ambos casos de estudio que se llevaron a cabo en un reactor de tipo tubular, el sistema de control permitió mantener la composición de salida del producto de interés en el punto de medición deseado mediante la manipulación de la variable de control que fue la temperatura de la chaqueta. El diseño consistió en dos lazos de control relacionados, el lazo de control primario fue un tipo de control Proporcional Integral que relacionaba la composición con la temperatura del reactor y un segundo lazo de control que consistió en un control de tipo Proporcional que relacionaba la temperatura del reactor y la temperatura de la chaqueta. El sistema de control fue sintonizado utilizando las reglas de Skogestad y Grimhol (2012).

El sistema de control fue evaluado con diferentes tipos de perturbaciones, se analizó el comportamiento de la composición del anhídrido ftálico, la temperatura de la chaqueta, la selectividad, el rendimiento y la Integral Absoluta de Error, para el primer caso de estudio el cual se evaluó con perturbaciones del 5 y -5% en la composición de alimentación del benceno, al mismo tiempo se analizó la respuesta del sistema ante perturbaciones del 5 y -5% en la temperatura de alimentación. Para el segundo caso de estudio, la oxidación del o-xileno a anhídrido ftálico se analizó la respuesta de la

concentración del anhídrido ftálico, la temperatura de la chaqueta, la selectividad, el rendimiento y la Integral Absoluta de Error ante una perturbación del 10% en la composición de alimentación del o-xileno y del 10% en la temperatura de alimentación. Donde se pudo analizar que la posición de los puntos de medición a lo largo del reactor no afecta el valor obtenido de selectividad y rendimiento, puesto que en cada uno de los 11 puntos analizados se llegó al mismo porcentaje de estos parámetros; sin embargo, se observó que las gráficas pueden presentar un comportamiento diferente de oscilaciones a través de los puntos seleccionados.

Por otro lado, la estructura de control afecta la selectividad y el rendimiento, puesto el sistema puede incrementar o disminuir el porcentaje obtenido una vez que se activa el sistema de control para lograr regresar el proceso al valor deseado y también pueden variar los porcentajes de estos parámetros considerando el tipo de perturbación aplicada.

Observando que la selectividad y el rendimiento sí eran afectadas por el sistema de control, se analizó el diseño de una estructura de control tomando la velocidad de flujo de alimentación como la variable manipulada, obteniendo que los porcentajes de selectividad y rendimiento son bastante similares a los reportados manejando la temperatura de la chaqueta como variable manipulada, al igual que el comportamiento que siguen estos parámetros en las gráficas de la respuesta del sistema guardan una especial similitud.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Akbari, A., Alavi, S.M.: The effect of cesium and antimony promoters on the yield of Ti-phosphate-supported vanadium(V) oxide catalysts in selective oxidation of o-xylene to phthalic anhydride. *Chemical Engineering Research and Design* 102, 286-296 (2015).
- Chapra, S.C., y Canale, R.P. 2007. Métodos numéricos para ingenieros. México D.F. The McGraw-Hill companies, Inc.
- Chang, Raymond,. College, Williams. Química. Séptima edición México D.F.: McGraw Hill, 2002.
- Charles G. H., Thatcher W. R. (2014). General, introductory chemical engineering. Hoboken, New Jersey. Wiley.
- Chen, Y. P., Qu, Y.X., & Wang, J.D. The influence of activation conditions on V-Mo based catalysts for benzene oxidation to maleic anhydride, *Reaction Kinetics, Mechanisms and Catalysis*, pp. 407- 418, 2012.
- Cortes, J., Hernández, J., Urrea, G., Luna, G., Cantu, D. 2021. Implementation of software for the determination of modeling error in a tubular reactor. *New perspectives in software engineering*. 1297. 364–376. https://doi.org/10.1007/978-3-030-63329-5_25.
- Davis, Mark E., Davis, Robert J. 2003. Fundamentals of chemical reaction engineering. New York. McGraw-Hill Higher Education.
- Dixon, A., y Wu, Yan. 2020. Partial oxidation of o-xylene to phthalic anhydride in a fixed bed reactor with axial thermowells. *Chemical engineering research and design*. 159. 125-137. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2020.03.027>.
- Dosumov, K., y Ergazieva, G.E. 2012. Morphology and Activity of Vanadium Containing Catalysts for the Selective Oxidation of Benzene to Maleic Anhydride. *Russian Journal of Physical Chemistry*. pp. 1766-1768. 10.1134/S0036024412110106.

Fagúndez, N.A., Granados, M.L., Mariscal, R. Ojeda, M. Selective Conversion of Furfural to Maleic Anhydride and Furan with VOx/Al₂O₃ Catalysts, ChemSusChem, pp. 1984-1990, 2012.

Fogler, H. S. 2001. Elementos de ingeniería de las reacciones químicas, tercera edición. México. Pearson educación.

Fogler, H. S. 2008. Elementos de ingeniería de las reacciones químicas, cuarta edición. México. Pearson educación.

Hernández-Espinosa, J., Urrea-García, G. R., y Luna-Solano, G. (2017). Estructura de control variable en cascada para compensar variaciones en parámetros en un reactor tubular. Congreso Nacional de Control Automático .

Hernández, J. 2018. Evaluación de una estructura de control para compensar errores de modelamiento en un reactor tubular. Tesis de Maestría. Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Orizaba. México.

Levenspiel, O. 2004. Ingeniería de las reacciones químicas. México. Limusa Wiley.

Levenspiel, O. 2005. Ingeniería de las reacciones químicas. Barcelona. Reverte.

Luyben, W.L. 2007. Chemical reactor design and control. New Jersey, USA. John Wiley & Sons, Inc.

Morbidelli, M., Varma, A., 1989. A generalized criterion for parametric sensitivity: application to a pseudohomogeneous tubular reactor with consecutive or parallel reactions. Chemical Engineering Science, 44(8), 1675-1696.

Mülheims, Philip., Kraushaar-Czarnetzki, Bettina., 2011. Temperature Profiles and Process Performances of Sponge Packings As Compared to Spherical Catalysts in the Oxidation of o-Xylene to Phthalic Anhydride. Industrial & Engineering Chemistry Research, 50(17), 9925–9935. doi:10.1021/ie201062p

- Muller, M., Kutscherauer, M., Bocklein, S., Wehinger, G.D., Turek, T., Mestl, G. (2021). Modeling the selective oxidation of n-butane to maleic anhydride: From active site to industrial reactor. *Catalysis Today*. <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2021.04009>
- Muscalu, C., Maria, G., Dinculescu, D. 2018. The reactor size influence on the optimal operating setpoint choice for a fixed-bed multi-tubular catalytic reactor. *Revista de Chimie*. 69(8). 2012-2018. <http://dx.doi.org/10.37358/RC.18.8.6464>.
- Ogata, K. 2010. *Modern Control Engineering*. 5th Edition, Pearson, Upper Saddle River.
- Perry R.H. 2001. *Manual del Ingeniero Químico*, séptima edición, tomo II. McGraw-Hill.
- Perry R.H. 2001. *Manual del Ingeniero Químico*, séptima edición, tomo IV. McGraw-Hill.
- Reséndiz, S. 2011. *Simulación dinámica y control de un reactor tubular*. Tesis de Maestría. Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Orizaba. México.
- Richter, Oliver., Mestl, Gerhard. Desativation of commercial, High-Load oxylene feed VOX/TiO₂ phtalic anhydride catalyst by unusual over-reduction. *Catalysts*, 9, 435, (2019).
- Robert Marxa., Hans-Jörg Wölka., Gerhard Mestl., Thomas Turek.: Reaction scheme of o-xylene oxidation on vanadia catalyst. 398, 37-43 (2011).
- Seborg, E., Edgar, T.F., Duncan, A.M., Doyle F.J. 2016. *Process dynamic and control*. Fourth edition. Hoboken, NJ. John Wiley & Sons, Inc.
- Skogestad, S., Grimholt, C. 2012. The SIMC Method for Smooth PID Controller Tuning. In: Vilanova, R., Visioli, A. (eds) *PID Control in the Third Millennium*. Advances in Industrial Control. Springer, London. https://doi.org/10.1007/978-1-4471-2425-2_5
- Smith, C., Corripio, A. 1991. *Control automático de procesos teoría y práctica*. México, D.F. Limusa.

Smith, C., Corripio, A. 2014. Control automático de procesos teoría y práctica, segunda edición. México. Limusa Wiley.

Smith, J.M. 1991. Ingeniería de la cinética química. Tlalpan, México. Compañía editorial continental, S.A. de C.V.

Stephanopoulos. 1984. Chemical Process Control An Introduction to Theory and Practice. New Jersey. PTR Prentice Hall.

Urrea, G., Reséndiz, S., Álvarez, José., Luna, G. 2015. Variable cascade control structure for tubular reactors. Chem. Eng. Technol. 38(3), 521-529. DOI: 10.1002/ceat.201300518.

Van den Berg, F. W. J., Hoefsloot, H. C. J., Boelens, H. F. M., Smilde, A. K. 1999. Selection of optimal sensor position in a tubular reactor using robust degree of observability criteria. Chemical Engineering Science, 55 (2000), 827-837.

Wu Wei y Chen Chao-Wei. 2007. Measurement-Based optimization and predictive control for an exothermic tubular reactor system. Ind. Eng. Chem. Res. 2007, 46(7), 2064–2076. <https://doi.org/10.1021/ie0611296>.

Wu, Z., Tran, A., Ren, Y., Barnes, C., Chen, S. 2019. Model predictive control of phthalic anhydride synthesis in a fixed-bed catalytic reactor via machine learning modeling. Chemical engineering research and design. 145. 173-183. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2019.02.016>.

Zuluaga, S., Dobrosz, I., Gómez, M. 2020. Parametric sensitivity analysis for the industrial case of o-xylene oxidation to phthalic anhydride in a packed bed catalytic reactor. Catalysts. 10(626). <https://doi.org/10.3390/catal10060626>.

ANEXOS

Programa utilizado para el primer caso de estudio, oxidación del benceno a anhídrido maleico

```

Program Tubular          !orig
implicit double precision (a-h,o-z)
dimension x(1000),xox(1000)
dimension xdot(1000),xoxdot(1000)
dimension caf(500),cox(500),tem(500)
dimension temcon(20)
dimension w(20),errt(100)
common /dat1/ cox0,t0,caf0
common /dat2/ tcn,t0n,cox0n,caf0n
common /dat3/ t
common /dat4/ tc
common /dat6/ icon
common /dat7/ cref,tref
common /dat8/ n1,n2,n3,n4,n5,n6,n7,n8,n9,n10,n11
real :: k1,k2,k3,E1,E2,E3,dH1,dH2,dH3
open(55, file = 'tubular.dat')
open(60, file = 'perfiles.dat')

call datos
write(*,*) 'Estado estacionario (1) o Control (2): '
read(*,*) icon

nn = 100
ne = 2*nn + 3
vlong = 4.0d0
dz = vlong/nn
dt = 10.0d-4
tfin = 700.0d0
nit = tfin/dt

condiciones iniciales
do i = 1, nn
x(i) = caf0
xox(i) = cox0
x(nn + i) = t0
end do

```

```
condiciones iniciales
do i = 1, nn
  x(i) = caf0
  xox(i) = cox0
  x(nn + i) = t0
end do

!errores iniciales
x(2*nn+1) = 0.0d0
x(2*nn+2) = 0.0d0
x(2*nn+3) = 0.0d0
x(2*nn+4) = 0.0d0
x(2*nn+5) = 0.0d0
x(2*nn+6) = 0.0d0

localizaci4n de las mediciones

n1 = 5
n2 = 10
n3 = 20
n4 = 30
n5 = 40
n6 = 50
n7 = 60
n8 = 70
n9 = 80
n10 = 90
n11 = 95

t = 0.0d0
do k = 1, nit
  t = t + dt
  cout = x(nn)
  coxint = xox(1)
  coxout = xox(nn)
```

```

!temcon(1) = x(nn + n1)
temcon(2) = x(nn + n2)      !*
!temcon(3) = x(nn + n3)
!temcon(4) = x(nn + n4)
!temcon(5) = x(nn + n5)
!temcon(6) = x(nn + n6)      !*
!temcon(7) = x(nn + n7)
!temcon(8) = x(nn + n8)      !Temperatura a controlar
!temcon(9) = x(nn + n9)
!temcon(10) = x(nn + n10)
!temcon(11) = x(nn + n11)    !*

rend=(cout/coxint)*100
sel=(cout/(coxint - coxout))*100

einc = x(2*nn+1)
eint = x(2*nn+2)

if (t .ge. 1.0d0) then

call control(cout,temcon,eint,einc)

else

tc = tcn                      !temperatura de la chaqueta nominal
x(2*nn+1) = 0.0d0 !error de la concentracion
x(2*nn+2) = 0.0d0 !error de la temperatura
end if

if (t .lt. 500.0d0) then
x(2*nn+3) = 0.0d0

end if

call diffun(nn,x,xox,xdot,xoxdot,v,conma,rxn1a,rxn3a)

integracion en tiempo
do i = 1, ne-1
x(i) = x(i) + dt * xdot(i)
xox(i) = xox(i) + dt * xoxdot(i)

```

```

        end do

        !suma del error
        xox(ne) = xox(ne) + dabs(cref - cout)
        !xox(ne) = xox(ne) + xoxdot(2*nn+3) !activo este primero

        if (mod(k,100) .eq. 0) then
write(55,200) t,cout,x(nn+n2),tc,sel,rend,xox(ne)           !TUBULAR

                end if
        end do

        dz = vlong/nn
        perfil: do i = 1,nn
                write(60,200) dz*i,x(i),x(nn+i),xox(i)           !perfiles
        end do perfil

        format(8f14.6)

        stop
        end

subroutine diffun(nn,x,xox,xdot,xoxdot,v,conma,rxnla,rxn3a)
implicit double precision (a-h,o-z)
dimension x(1000),xox(1000)
        dimension xdot(1000),xoxdot(1000)
        dimension caf(500),cox(500),tem(500)
        common /dat1/ cox0,t0,caf0
        common /dat2/ tcn,t0n,cox0n,caf0n
        common /dat3/ t
        common /dat4/ tc
        common /dat7/ cref,tref
        common /dat8/ n1,n2,n3,n4,n5,n6,n7,n8,n9,n10,n11
        real :: k1,k2,k3,E1,E2,E3,dH1,dH2,dH3

        L = 4.0d0

```

```

L = 4.0d0
e = 0.35d0
k1 = 2.418d9      !2.418d9
k2 = 2.706d9      !2.706d9
k3 = 1.013d9      !1.013d9
E1 = -1.129d5     !-1.129d5
E2 = -1.313d5     !-1.313d5
E3 = -1.196d5     !-1.196d5
Le = 1787.29d0    !1787.291581d0
rhof = 0.582d0
dH1 = 1.285d6     !1.285d6
dH2 = 3.276d6     !3.276d6
dH3 = 4.561d6     !4.561d6
Cpf = 1045.0d0
r0 = 0.0125d0     !0.0125d0
U = 96.02d0
mu = 1.0d0
v = 2.06d0
R = 8.314d0       !8.31447d0
vlong = 4.0d0

Disturbance for plant identification

!if (t .gt. 200.0d0) then
!tc = tcn - 0.20d0*tcn
!else
!tc = tcn
!end if

Disturbances

!cox0 = cox0n
!t0 = t0n

!PERTURBACION
!ACTIVACION DE LA PERTURBACION PARA EL SISTEMA DE CONTROL ***

!if (t .gt. 200.0d0) cox0 = cox0n + (cox0*0.10d0)

if (t .gt. 200.0d0) t0 = t0n + (t0*0.10d0)

```