

**OPTIMIZACIÓN DE UN SISTEMA DE DESTILACION MULTICOMPONENTES  
EN UNA PLANTA PETROQUIMICA UTILIZANDO LA METODOLOGIA DE  
SUPERFICIE DE RESPUESTA (RSM)**

**EDWARD ABELARDO MOSCOSO URIBE**

**UNIVERSIDAD DEL NORTE  
DIVISIÓN DE INGENIERÍAS  
MAESTRÍA EN INGENIERÍA INDUSTRIAL  
BARRANQUILLA  
2006**

**OPTIMIZACIÓN DE UN SISTEMA DE DESTILACIÓN MULTICOMPONENTES  
EN UNA PLANTA PETROQUÍMICA UTILIZANDO LA METODOLOGÍA DE  
SUPERFICIE DE RESPUESTA (RSM)**

**EDWARD ABELARDO MOSCOSO URIBE**

**UNIVERSIDAD DEL NORTE  
DIVISIÓN DE INGENIERÍAS  
MAESTRÍA EN INGENIERÍA INDUSTRIAL  
BARRANQUILLA**

**2006**

**OPTIMIZACIÓN DE UN SISTEMA DE DESTILACIÓN MULTICOMPONENTES  
EN UNA PLANTA PETROQUÍMICA UTILIZANDO LA METODOLOGÍA DE  
SUPERFICIE DE RESPUESTA (RSM)**

**EDWARD ABELARDO MOSCOSO URIBE**

**Director:**

**Ing. MARCO E. SANJUÁN, Ph.D.**

**Correctores:**

**Ing. CARLOS PATERNITA, Ph.D.**

**Ing. RODRIGO BARBOSA, Ph.D.**

**Trabajo presentado para optar por el título de Magíster en Ingeniería  
Industrial**

**UNIVERSIDAD DEL NORTE  
DIVISIÓN DE INGENIERÍAS  
MAESTRÍA EN INGENIERÍA MECÁNICA  
BARRANQUILLA**

**2006**

Nota de aceptación:

---

Marco Sanjuán  
Director

---

Carlos Paternina  
Miembro del Comité Evaluador

---

Rodrigo Barbosa  
Miembro del Comité Evaluador

Barranquilla 05/11/2006

A mi familia y profesores de la maestría, por su invaluable apoyo y enseñanzas.

## **AGRADECIMIENTOS**

Dr. Marco Sanjuán, Director de la Investigación, por sus valiosas orientaciones.

Ing. Nefalí Camacho, por la oportunidad brindada para realizar la Maestría y sus innumerables consejos para seguir adelante.

## CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN	3
2 MARCO DE REFERENCIA	8
3 MODELAMIENTO DEL PROCESO	44
3.1. DESCRIPCIÓN DEL PROCESO	44
3.1.1. Química del Proceso	44
3.1.2. El Proceso	46
3.2. SIMULACIÓN Y CALIBRACIÓN DEL MODELO	49
3.3. DESARROLLO DEL MODELO	50
3.3.1. Definición de los fluidos de trabajo	50
3.3.2. Construcción de la topología del diagrama de flujo para el proceso	52
3.3.3. Calibración del Modelo en Hysys	52
3.3.4. Comparación entre los resultados del modelo y los datos de planta	52
3.4. MODELAMIENTO PARA EL CASO II	56
4. EXPERIMENTACIÓN Y CALIBRACIÓN DEL MODELO	60
4.1. REALIZACIÓN DE ENTREVISTAS	60
4.2. EXPERIMENTACIÓN INICIAL	64
4.2.1. Determinación de los rangos de las variables sobre los cuales se evaluará la operación de la planta	64
4.2.2. Caso base (I)	64
4.3. DETERMINACIÓN DE CURVATURA EN LA REGIÓN DE EXPLORACIÓN	72
4.4. OPTIMIZACIÓN	87
4.4.1. Definición del problema	87
4.4.2. Optimización de la corriente, 706B (alimento a la DHC)	89
4.4.3. Optimización de la corriente, 723 (alimento al Cooling Scrubber)	92
4.4.4. Discusión sobre los resultados obtenidos	92
4.4.5. Aplicación de una variante de la metodología, RSM para determinar el mínimo absoluto del sistema	93
4.4.6. Corrida de los resultados en planta	97
5. CONCLUSIONES	99
6. RECOMENDACIONES	102
7. BIBLIOGRAFÍA	103
ANEXOS	105

## LISTA DE TABLAS

		<b>pág.</b>
Tabla 1.	Descripción de las Variables de Estudio y la Respuesta para el Experimento.	31
Tabla 2.	Descripción del Diseño del Experimento.	40
Tabla 3.	Condiciones de operación para la calibración del modelo.	53
Tabla 4.	Comparación entre los datos arrojados por el modelo con los datos arrojados por la planta.	53
Tabla 5.	Condiciones de operación para la evaluación del caso II.	57
Tabla 6.	Comparación entre los resultados arrojados por el modelo para los casos I y II.	57
Tabla 7.	Comparación entre la eficiencia de separación de Ciclohexanol y Ciclohexanona para los Casos I y II.	58
Tabla 8.	Variables que según la opinión de los expertos afectan de manera apreciable la operación de la planta.	61
Tabla 9.	Variables consideradas para el experimento del tipo "Screening".	63
Tabla 10.	Rango de los tratamientos a ser analizados.	64
Tabla 11.	Análisis de varianza para la corriente, 706B (Alimento a la DHC).	65
Tabla 12.	Análisis de varianza para la corriente, 723B (Alimento al Cooling Scrubber).	69
Tabla 13.	Rangos de los tratamientos para el experimento ( $3^k$ ).	72
Tabla 14.	Análisis de varianza para la corriente, 706B (Alimento a la DHC).	73
Tabla 15.	Coeficientes de regresión para el modelo de la ecuación No. 11.	78
Tabla 16.	Análisis de varianza para la corriente, 723 (Alimento a la Cooling Scrubber).	80
Tabla 17.	Coeficientes de regresión para el modelo de la ecuación No. 12.	85
Tabla 18.	Programación de la ecuación para la corriente, 706B en Excel.	90
Tabla 19.	Campos para las variables de la ecuación para la corriente 706B.	90
Tabla 20.	Campos para las restricciones de la ecuación para la corriente 706B.	90
Tabla 21.	Resultados para la optimización de la corriente, 706B.	91
Tabla 22.	Resultados para la optimización de la corriente, 723.	92
Tabla 23.	Valores de los tratamientos que minimizan las respuestas.	92



	<b>pág.</b>
Tabla 24. Valores de los tratamientos para el experimento Box Behnken.	94
Tabla 25. Coeficientes de regresión para la ecuación No. 15.	95
Tabla 26. Valores de los tratamientos que minimizan las respuestas.	96
Tabla 27. Coeficientes de regresión para la ecuación No. 17.	96
Tabla 28. Valores de los tratamientos que minimizan las respuestas.	97
Tabla 29. Condiciones de operación óptimas para el sistema.	101

## LISTA DE FIGURAS

	<b>pág.</b>
Figura 1. Gráfico de Masas de Recubrimiento Vs. Masa de las Semillas.	36
Figura 2. Comparación entre los datos experimentales y los resultados de la modelación para el experimento.	43
Figura 3. Diagrama de flujo de proceso.	46
Figura 4. Sistema de destilación de ciclohexano.	47
Figura 5. Gráfico de Pareto estandarizado para la corriente, 706B.	66
Figura 6. Gráfico de probabilidad normal para los efectos de la corriente, 706B.	66
Figura 7. Gráfico de interacción entre los factores para la corriente, 706B.	67
Figura 8. Gráfico de Residuos contra valores predichos para la corriente, 706B.	68
Figura 9. Gráfico de Pareto estandarizado para la corriente, 723	70
Figura 10. Gráfico de probabilidad normal para los efectos de la corriente, 723.	70
Figura 11. Gráfico de residuos contra valores predichos para la corriente, 723.	71
Figura 12. Gráfico de Pareto estandarizado para la corriente, 706B.	74
Figura 13. Gráfico de probabilidad normal para los efectos de la corriente, 706B.	75
Figura 14. Gráfico de los efectos principales para la corriente, 706B.	75
Figura 15. Gráfico de las interacciones de primer orden para la corriente, 706B.	76
Figura 16. Gráfico de Residuos contra valores predichos para la corriente, 706B.	77
Figura 17. Gráfico de Pareto estandarizado para la corriente, 723.	81
Figura 18. Gráfico de probabilidad normal para los efectos de la corriente, 723.	82
Figura 19. Gráfico de los efectos principales para la corriente, 723.	82
Figura 20. Gráfico de las interacciones de primer orden para la corriente, 723.	83

	<b>pág.</b>
Figura 21. Gráfico de Residuos contra valores predichos para la corriente, 723.	84
Figura 22. Gráfico de residuos vs. orden de las filas para el experimento de la corriente, 723.	86
Figura 23. Solver de Excel para la ecuación de la corriente 706B.	91

## LISTA DE ANEXOS

- Anexo 1. Topología del diagrama de flujo para el modelo de destilación de ciclohexano
- Anexo 2. Datos para la calibración del modelo
- Anexo 3. Resultados arrojados por el modelo después del proceso de calibración
- Anexo 4.
- Anexo 5. Entrevista con los concedores de la operación del sistema de destilación de ciclohexano
- Anexo 6. Diseño del experimento tipo “screening” y sus resultados para el caso base
- Anexo 7. Análisis de varianza para el experimento tipo “screening” relacionado con el caso base
- Anexo 8. Análisis del experimento para el caso base (corriente 706B)
- Anexo 9. Análisis del experimento para el caso base (corriente 723)
- Anexo 10. Diseño del experimento para la determinación de curvatura y sus resultados
- Anexo 11. Análisis de varianza del experimento ( $3^k$ ) para las corrientes: 706B (alimento a la DHC) y 723 (alimento al cooling scrubber)
- Anexo 12. Análisis del experimento para la corriente, 706B: modelo que contiene todos los efectos y el modelo que contiene solo los 28 efectos significativos (exclude)
- Anexo 13. Datos para el calculo de los residuos de la corriente 723
- Anexo 14. Análisis del experimento para la corriente, 723: modelo que contiene todos los efectos y el modelo que contiene solo los 24 efectos significativos (exclude)
- Anexo 15. Optimización de la corriente, 706B
- Anexo 16. Optimización de la corriente, 723
- Anexo 17. Diseño Box Behnken para determinar el mínimo de la superficie de respuesta evaluada
- Anexo 18. Análisis del experimento B&B para cada una de las respuestas
- Anexo 19. Optimización de cada una de las corrientes de interés en el experimento B&B

## **RESUMEN**

Este trabajo presenta un análisis de como utilizar los métodos del campo del diseño experimental en la optimización de sistemas complejos a nivel industrial. Este trabajo involucra el desarrollo de una estrategia de optimización basada en el modelamiento y desarrollo de una simulación en estado estacionario, utilizando el simulador HYSYS 3.1, para un proceso de destilación de multicomponentes a escala industrial, su calibración con respecto a los parámetros del proceso real y la aplicación de la metodología de superficie de respuesta a la simulación con el propósito de encontrar los puntos óptimos, que se recomendarán como nuevos puntos de operación del sistema a escala industrial.

## INTRODUCCIÓN

La planta de ciclohexanona, es una planta petroquímica, que hace parte de un complejo industrial para la producción de caprolactama, que es el monómero para la producción de nylon 6, sustancia ampliamente usada para la fabricación de muchos productos entre los que se destacan los textiles y las llantas para automóviles. Dentro del negocio de producción de caprolactama, la ciclohexanona juega un papel decisivo, puesto que es el pareto del mismo en términos de costos variables; de manera que cualquier modificación que se efectúe en esta planta afecta positiva o negativamente el negocio. Esto se puede explicar de la siguiente manera:

La planta tiene una capacidad de producción de 29.000 ton/año para lo cual consume aproximadamente 31.520 ton/año de ciclohexano<sup>1</sup> las cuales a un costo aproximado de 1.250 US\$/ton representan un costo de 39 millones de dólares anuales.

Como se ve cualquier mejoramiento en ahorro de ciclohexano, que es la materia prima más costosa del proceso, representa beneficios permanentes para el negocio.

---

<sup>1</sup> El proceso se basa en la oxidación del ciclohexano con aire para producir ciclohexanol y ciclohexanona, como se explicará más adelante.

Por otro lado, la operación del sistema de destilación de ciclohexano de la planta (separación del ciclohexano de los productos de la reacción – ciclohexanol y ciclohexanona) es vital para mantener un adecuado gasto de ciclohexano y por ende una operación de la planta a costos de producción mínimos. Sin embargo, en la operación actual de este sistema no ha sido posible efectuar mejoramientos como los que se explican a continuación, debido principalmente a un aparente embotellamiento del mismo:

- a. Una manera inteligente de obtener ahorros en el consumo de ciclohexano (y mejorar la eficiencia de la planta), consiste en llevar a cabo la reacción de oxidación a una menor conversión<sup>2</sup> con respecto al diseño (3.77%), debido a que bajo esas condiciones, digamos 3.2% el proceso es más selectivo hacia la producción de ciclohexanol y ciclohexanona, que son los productos deseados. Para lograr lo anterior, es necesario incrementar la cantidad de ciclohexano que circula por el sistema de oxidación de 98 a 106 ton/h lo que generaría ahorros anuales por menor consumo de ciclohexano del orden de MMUS\$ 1.8 (1595 ton/año).
- b. Por otro lado, es deseable que el ciclohexano que es recirculado al sistema de oxidación sea lo más puro posible. Según el licenciador de la planta, por cada kilogramo de ciclohexanol y ciclohexanona que recicla al sistema de reacción el 30% se pierde a productos no deseados porque el ciclohexanol y la ciclohexanona son más fáciles de oxidar que el ciclohexano. Un cálculo preliminar arroja una ineficiencia en términos de pérdida de ciclohexano de 214 ton/año equivalentes a 270.000 US\$/año.

---

<sup>2</sup> Que se define como el ciclohexano que se convierte a productos dividido por el ciclohexano alimentado al proceso de oxidación.

Adicionalmente, como era de esperarse la posibilidad de realizar directamente corridas en campo, en el sistema de destilación de ciclohexano, con el propósito de encontrar los puntos de operación óptimos del sistema<sup>3</sup> es mínima.

En resumen la operación de la planta de ciclohexanona afecta directamente la economía del negocio de producción de caprolactama y por ende cualquier mejoramiento que se logre en esta planta minimizará los costos de producción de la compañía y permitirá competir de mejor forma en los mercados internacionales de este producto. Para ello hay que buscar **estrategias de optimización** en la planta de ciclohexanona que no involucren directamente la operación de la planta.

Para optimizar la operación del sistema de destilación de ciclohexano de la planta de ciclohexanona se utilizó la siguiente metodología:

- i. Objetivos. Se persiguen los siguientes objetivos:
  - a. Maximizar la carga a la que puede operar el sistema de manera estable.
  - b. Minimizar la cantidad de ciclohexanol y ciclohexanona en el ciclohexano de recirculación al sistema de oxidación (caso I).
  - c. Probar la validez de un nuevo esquema de operación que involucra el calentamiento de los reflujos a cada una de las dos columnas de destilación de ciclohexano. Aquí se persiguen simultáneamente los objetivos (a) y (b) (caso II).
- ii. Simulación. Realizar una simulación del sistema utilizando el programa HYSYS 3.1.

---

<sup>3</sup> Aquellos que permitan maximizar la carga y la pureza del ciclohexano de recirculación



- iii. Calibración del modelo. Con el propósito de asegurarnos que la simulación refleja de manera correcta la operación de la planta el modelo debe ser calibrado con los datos de operación de la planta. Para esto se plantea escoger un período de operación estable de la misma (10 días de operación) a la mayor carga observada, procesar los datos de cada una de las variables de importancia dentro del sistema; como por ejemplo: flujos de alimento a las columnas, temperaturas de cima y fondo, caídas de presión, flujos de vapor entre otros. Luego se calcularán la media y desviación estándar para cada una de las variables de interés y como criterio para aceptar que el modelo se encuentra calibrado se tomará cuando los datos de todas las variables se encuentren dentro de rango comprendido por la media más o menos dos (2) desviaciones estándar.
- iv. Realización de entrevistas. Con el propósito de determinar cuáles son las variables que más afectan la operación del sistema (variables pareto) se realizarán entrevistas con diferentes tipos de expertos en la operación del mismo: ingenieros de diseño, jefe de planta, ingenieros de proceso y operadores maestros. Con lo anterior, se preparará una tabla comparativa.
- v. Experimentación inicial. Una vez determinadas las variables pareto del sistema, se harán dos (2) experimentos de "screening" (uno para cada caso de estudio) con el propósito de determinar cuales de esas variables (tratamientos) tienen mayor efecto en la operación del sistema. Los experimentos serán realizados con experimentos  $2^k$ . Una vez determinados los efectos que tienen mayor relevancia sobre el sistema se ejecutaran dos (2) experimentos adicionales del tipo  $3^k$  con el propósito de determinar curvatura de la superficie de respuesta.

- vi. Implementación de la metodología de Superficie de Respuesta RSM. Una vez determinados los tratamientos que más influyen en la operación del sistema, se aplicará una variante de la metodología RSM al modelo partiendo de las condiciones de la optimización de las ecuaciones obtenidas después de correr el experimento  $3^k$ . En este caso se determinarán, para cada una de las ecuaciones obtenidas, los valores de los tratamientos que hagan que la suma del Ciclohexanol y la Ciclohexanona enviados a la sección de oxidación de la planta sea mínimo. Luego con los valores óptimos obtenidos, se realizará un experimento adicional en la vecindad para determinar si los mínimos obtenidos son absolutos o si por el contrario existen mínimos mejores a los calculados inicialmente. Este procedimiento se repetirá hasta encontrar el mínimo absoluto para cada una de las corrientes a ser analizadas.
- vii. Conclusiones y recomendaciones del estudio. La información adquirida en el estudio permitirá determinar en que valor se deben situar las variables Pareto del sistema y se identificará la necesidad de realizar o no modificaciones mayores a este (nuevos equipos, etc.) para que este pueda operar de manera óptima. Esta información será usada para proponer a la organización que administra la planta las corridas y/o modificaciones del caso que permitan minimizar los costos de operación de la misma.

## 2. MARCO DE REFERENCIA

La metodología de superficie de respuesta es un método experimental para la optimización y la exploración de respuestas con respecto a un conjunto dado de factores. Es una aproximación secuencial que procede a través de varias fases. La primera fase consiste de una serie de pequeños experimentos, usualmente del tipo factorial de dos niveles. Estos son usados para estimar los efectos de los factores y para un problema de minimización, proveen direcciones para moverse a lo largo del camino demarcado por la mayor pendiente de ascenso o descenso (dependiendo si es maximización o minimización) desde la combinación de efectos que origina una respuesta pobre hacia unas condiciones cerca de las optimas. Si el optimo esta bastante lejos de las condiciones iniciales dadas a los factores, esto puede ser el caso para un nuevo proceso o producto, la superficie de respuesta tiende a ser como la subida o bajada de una colina con una curvatura muy pequeña. En estos casos, los efectos principales, los cuales corresponden a la primera derivada de la función de respuesta, proveen adecuada información para determinar la dirección adecuada de la pendiente de ascenso o descenso. Para el caso de una respuesta numérica simple, la dirección de la pendiente de ascenso o descenso es establecida de una manera fácil. Sin embargo, los problemas más prácticos tienen múltiples respuestas y el juicio debe ser ejercitado para determinar la importancia relativa de cada respuesta. Basado en la dirección de la pendiente de ascenso o descenso, los factores se configuran para el siguiente experimento y son determinados. Cuando el nuevo experimento es corrido, una

nueva dirección de la pendiente es establecida y el ciclo continúa hasta un punto donde solo un decremento o incremento marginal de la pendiente sea alcanzado. A menudo si un gran número de factores están siendo estudiados, los términos de primer orden del modelo pueden ser determinados usando diseños factoriales fraccionados, los cuales reducen el número de ensayos experimentales.

Cuando las condiciones cercanas a las óptimas son alcanzadas, generalmente hay más curvatura en la superficie de respuesta. Esto marca el comienzo de la segunda fase de un estudio de RSM, donde un modelo polinomial de segundo orden para la respuesta es estimado. Este permite un estudio más detallado de la curvatura y posible determinación de óptimos locales, valles y otros tipos de propiedades locales de la superficie de respuesta. Con el propósito de estimar el modelo de segundo orden, el último factorial de dos niveles realizado en la fase inicial es aumentado con puntos centrales y de estrella. Cuando el ensamble está realizado, el diseño combinado, es llamado un diseño central compuesto y es adecuado para la estimación de modelos de segundo orden.

La ventaja principal de la metodología de superficie de respuesta sobre otros métodos, es la naturaleza secuencial de las decisiones que se realizan, esto le permite al experimentador ganar mucho más conocimiento de las pocas corridas iniciales antes de emprender fuentes de experimentación adicionales. Después de cada pequeño experimento, la aproximación secuencial le permite al experimentador re evaluar los factores, respuestas y aún objetivos. Esto abre un abanico único de oportunidades para el pensamiento creativo, el balance de objetivos en conflicto y la reducción de ensayos costos

Para el desarrollo de la metodología empleada para este trabajo el análisis de las siguientes publicaciones fue de especial relevancia:

En el artículo titulado **“Optimization of the ACC Facility using LINGO and ASPEN”** [1], describen la optimización de un complejo de producción de Alcohol, Acetaldehído y Ciclohexano. En este complejo, las plantas de etanol y acetaldehído producen parte del hidrógeno requerido (25% aproximadamente) para la producción de Ciclohexano a partir de la hidrogenación del benceno. En ítem “c” del capítulo III, se estudia la optimización de una planta convencional para la de producción de ciclohexano, la cual fue simulada en ASPEN. Inicialmente el autor hace una revisión de una patente para la producción de Ciclohexano con el propósito de encontrar alternativas de mejoramiento en términos de conversión de benceno y funcionalidad de la Planta. Seguidamente se hace una descripción detallada del proceso y de algunos artificios usados en la simulación en ASPEN para que fuese más precisa. Para la optimización de los principales equipos de la planta se intentaron usar las herramientas de sensibilidad y optimización de ASPEN, pero debido a frecuentes e irreconciliables errores en la subrutina en FORTRAN del la herramienta, el análisis de sensibilidad y la optimización tuvieron que ser llevados a cabo de manera manual. Estos análisis se concentraron en encontrar las condiciones de presión y temperatura en el ‘Flash Drum’ que maximizan la producción de ciclohexano de este sistema y el reflujo óptimo del sistema de destilación de ciclohexano. Adicionalmente, se realizó un primer acercamiento de integración energética de las corrientes que generan energía (rehervidores) vs. los sumideros (condensadores), el autor deja abierto este análisis para estudios posteriores.

Por otro lado, Mathijssen Andreas en su artículo titulado **“Experimental Validation of the Steady-state Simulation of an Industry-sized Distillation Column”** [2] muestra la metodología seguida para realizar la validación de modelos de estado estacionario para un sistema de destilación.

Inicialmente una serie de experimentos fueron realizados en una columna de destilación industrial, localizada en el Centro de Investigación de Procesos de Separación de la Universidad de Austin, Texas. Después tres diferentes modelos fueron probados y los resultados comparados con los datos experimentales. Uno de los modelos estuvo basado en el equilibrio y los otros dos estuvieron basados en ‘rate based approach’ para procesos de destilación. Estos últimos se distinguen uno de otro por utilizar diferentes modelos de transferencia de masa. Para el cálculo de los modelos se utilizó la herramienta Aspen Plus.

En el artículo titulado **“Optimization of Manufacturing Conditions for Activated Carbon from Turkish Lignite by Chemical Activation using Response Surface Methodology”** [3], los autores F. Karacan, U. Ozden y S. Karacan inicialmente hacen una revisión de las diferentes materias primas y tecnologías disponibles para la producción de carbones activados, con el propósito de buscar diferencias que justifiquen la fabricación del carbón activado por un método u otro; es así como, para la fabricación se utilizó una variedad de carbón llamada “Turkish Lignite” y el método de activación usado fue el químico y el precursor,  $K_2CO_3$ . Seguidamente los autores hicieron una revisión de los diferentes estudios realizados en el área de carbones activados encontrando que prácticamente no existían aplicaciones de RSM a este tipo de procesos. Seguidamente los autores hacen una descripción del proceso empleado para la fabricación del carbón activado haciendo énfasis en las variables críticas del

proceso, que definen las principales características del carbón activado; estas son: relación g de carbón/ g de  $K_2CO_3$  y temperatura de carbonización, °C. Con base en estos tratamientos realizaron un experimento tipo estrella, para las siguientes variables de respuesta (características de calidad del carbón): rendimiento de carbón (%), área superficial ( $m^2/g$ ), volumen total de los poros ( $m^3/g$ ) y fracción de micro poros (%). En total se realizaron 11 corridas. La información del experimento fue procesada usando el software "*Design Expert Software Package (version 6.0.4) from Stat-Ease Inc.*" El análisis estadístico incluyó el análisis de varianza, la aplicación de la técnica de mínimos cuadrados para determinar los coeficientes de los modelos de segundo orden propuestos, la significancia de los modelos, pruebas de bondad de ajuste y finalmente la optimización de la cada una de las variables de respuesta. Los autores no hacen específico los métodos utilizados para la optimización, por lo que se supone que se realizaron mediante métodos clásicos para optimización no restringida. Adicionalmente, no se presenta el método usado para la conciliación de los óptimos encontrados para cada una de las variables de respuesta, ya que claramente se ve que son diferentes; es decir, los valores que optimizan una característica del carbón difieren de los que optimizan otra. En contraprestación por esta "debilidad" en los resultados corrieron casos de manera experimental en los puntos recomendados por los modelos obtenidos logrando resultados adecuados desde el punto de vista estadístico.

Albert Prat y Xavier Tort en su artículo "**Case Study: Experimental Design in a Pet Food Manufacturing Company**" [4] muestran como mediante la implementación de técnicas de diseño de experimentos unidas a un conocimiento profundo de los conceptos en los que se fundamenta el proceso que esta siendo estudiado, se puede realizar optimización de un proceso a nivel industrial.

En el artículo los autores describen un experimento que fue llevado a cabo en una planta procesadora de alimentos para mascotas. Varias respuestas fueron medidas para lograr mejoramientos en calidad, cantidad y costos. El ingeniero de procesos, el ingeniero de aseguramiento de la calidad y dos operadores junto a los autores del artículo conformaron el equipo de trabajo encargado de realizar el proceso de optimización. El artículo describe de manera detallada las principales etapas para utilizadas por el equipo de trabajo para como parte de la estrategia para resolver el problema, así:

- a. ¿Cuál es el problema? Y ¿Por qué es importante? Después de describir el proceso (Formulación, mezclado y acondicionamiento, extrusión y corte, enfriamiento y secado) , establecieron los siguientes problemas básicos de calidad a resolver:
  - i. Durante el enfriamiento y el secado de los cilindros que constituyen la comida para los conejos, una pérdida de producto en forma de polvo estaba ocurriendo. La reducción de esta pérdida fue uno de los objetivos.
  - ii. El problema más importante desde el punto de vista del consumidor era que después del empaque, durante la manipulación y el transporte, los cilindros se erosionaban ocasionando la formación de un polvo fino. Esta situación creaba problemas de digestión en los conejos, esto además de la pérdida económica que representaba la formación de finos.



La primera respuesta (cantidad de polvo generado durante el proceso de producción) pudo ser fácilmente medida como un porcentaje de conversión del proceso. La segunda respuesta (la cantidad de polvo que llega al cliente junto con el producto final) no podía ser medida directamente en la planta. Sin embargo, el proceso de erosión del producto durante el transporte fue simulado en dos equipos especiales llamados "Checkers". Durante cada corrida (batch), cuatro muestras de tres kilogramos fueron tomadas a intervalos de cinco minutos. Entonces, cada muestra fue dividida en dos partes las cuales fueron colocadas en los "checkers" por un período de treinta minutos. La respuesta fue el promedio de ocho observaciones y esta fue medida como el porcentaje de polvo presente en una muestra de 1.5 kg de producto.

Aunque el principal objetivo fue mejorar la calidad del producto, los ingenieros también estaban interesados en controlar la productividad y el costo. Por consiguiente, dos respuestas adicionales fueron consideradas. La Productividad fue medida por la carga del proceso (t/h) y el costo fue considerado en la forma de consumo de energía por Batch.

- b. El proceso para desarrollar una solución. Aunque el experimento fue desarrollado en un solo día, tomo varias semanas de planeación por parte del equipo de trabajo. El primer obstáculo que hubo que superar fue el de convencer al gerente de la planta de realizar el experimento en pro del mejoramiento del producto y del proceso. Esto fue logrado a través de una presentación de dos horas, la cual fue realizada después de dos días en los

que se realizó una visita detallada a la planta con el propósito de conseguir información de primera mano sobre cuál era el problema, el lay out de la planta, las restricciones del proceso y otro conocimiento relevante sobre la operación de la planta. Un segundo punto de especial interés fue el convencer a los ingenieros que sí uno quiere conseguir información útil con un número reducido de corridas, es esencial garantizar la calidad de los datos que serán recolectados durante los experimentos. Así, ellos procedieron a entrenar los operadores y a realizar estudios de capacidad de los "Checkers" y otros instrumentos de medición. Estos estudios convencieron al equipo que el error de las mediciones era despreciable cuando este se comprobaba con el error del proceso.

Con el propósito de facilitar la recolección de los datos, el equipo preparó un formato especial para los operadores de planta, con información detallada sobre el orden de las corridas, los valores y cuales de los factores del experimento deben ser ajustados, espacio para recolectar los valores de las respuestas para cada corrida y un espacio para anotar cualquier incidente que se pueda presentar durante el período de experimentación.

Con el propósito de decidir cuales factores afectan la calidad, productividad y el costo, los autores les hicieron a los ingenieros la siguiente pregunta:

Qué se hace, durante la operación diaria del proceso, cuando la calidad se deteriora? (esta respuesta solo era válida para el polvo que se genera en el proceso).

En resumen, la respuesta de los ingenieros fue:

- i. Reducir el flujo de mezcla al proceso de extrusión, aunque esto reduce la producción.
- ii. Aumentar la temperatura de acondicionamiento. Esto incrementa el consumo de energía.
- iii. Aumentar el tiempo de compresión en la etapa 3 del proceso de extrusión. Esto consume bastante tiempo y reduce la producción.
- iv. Como último recurso, se puede cambiar la formulación adicionando material aglomerante.

Por consiguiente, debido a consideraciones económicas y al conocimiento del proceso, se decidió que el experimento se llevaría a cabo con cuatro factores, cada uno de ellos a dos niveles, así: formulación, temperatura de acondicionamiento, flujo y tiempo de compresión en la etapa de extrusión.

Finalmente la aleatorización fue discutida. Debido a que se determinó que el factor tiempo de compresión era difícil cambiar, los autores consideraron inicialmente un diseño tipo "split-plot" con este factor confundido con

los gráficos principales. El problema con este tipo de diseño era que el efecto de alguna variable que pudiese afectar de manera negativa las respuestas estaría confundida con este factor. Otra alternativa fue hacer que el diseño fuese completamente aleatorizado. Finalmente, se decidió cambiar este factor tres veces durante el día.

Como resultado del análisis anterior, se realizó un experimento de resolución V el cual estuvo constituido por doce (12) corridas. Este tipo de experimento permitió hacer estimados de los cuatro efectos principales y de todas las interacciones de segundo orden.

- c. Descripción de resultados. Aquí los autores muestran en detalle el proceso como se llevó a cabo el análisis de los resultados del experimento. Aunque de los análisis realizados: "Scatter plots" entre respuestas y "value análisis of D" mostraron la existencia de correlación entre algunas de las respuestas, ellos realizaron el análisis de cada respuesta de manera separada. La correlación fue tomada en cuenta al final del estudio al mirar todas las respuestas de manera conjunta.

El análisis utilizado consistió en inicialmente partir de un modelo para cada respuesta que involucraba todos los efectos principales y las interacciones de segundo orden. Luego a partir de este y mediante la utilización de un gráfico de probabilidad normal de los efectos, se determinaban cuales de estos eran importantes y se calibraba un nuevo modelo más sencillo que el inicialmente planteado. Unido a todo este proceso se realizaron pruebas

para determinar la existencia de "outliers" u observaciones influenciadas. Es así como encontraron:

- i. Para la respuesta principal, finos en el producto final, que esta estaba mayormente influenciada por el tiempo de compresión en la zona de extrusión y ligeramente por la temperatura de acondicionamiento. El R2 ajustado alcanzado fue de 63.2%.
  - ii. Para la segunda respuesta, finos en el proceso, se encontró que esta estaba afectada básicamente por la cantidad de material aglutinante especificado en la fórmula. El R2 ajustado fue de 33%.
  - iii. El análisis de la tercera respuesta, capacidad de producción, reportó que esta dependía directamente del tiempo de compresión en la zona de extrusión. El R2 ajustado fue de 68.3%.
  - iv. Para la última respuesta, consumo de energía, el análisis reportó que los efectos significativos eran: temperatura de acondicionamiento y flujo. El R2 ajustado fue de 97.5%.
- d. Con el propósito de conseguir una retroalimentación científica, los autores trataron de buscar explicaciones desde el punto de vista de ingeniería a los modelos obtenidos (en especial los signos con los que aparecen los

diferentes factores). Como en muchas situaciones reales únicamente explicaciones parciales fueron posibles.

Leesawat, Laopongpaisan y Sirethunyalug en su estudio titulado: **“Optimization of Direct Compression Aspirin Tablet Using Statistical Mixture Design”** [5] basados en un experimento estadístico tipo “Mixture” realizan el proceso de optimización de la formulación de la aspirina basado en las siguientes variables de respuesta: ángulo de reposo, porcentaje de compresibilidad, dureza de la tableta, porcentaje de “fiability”, tiempo de desintegración logarítmico y perfil de liberación de la droga. Quizás el aporte más importante de estos investigadores al proceso de optimización consistió en que partiendo de los óptimos individuales para cada uno de las variables de respuesta plantean la realización de un gráfico de contorno combinado que permite conciliar los óptimos individuales con el propósito de satisfacerlos todos de manera simultánea. Una vez encontrada la región de formulaciones óptima, realizaron una corrida a nivel industrial y lo compararon con las características de la aspirina comercial. Los resultados obtenidos sugirieron que la fórmula seleccionada tenía claramente una dureza mayor y menor tiempo de desintegración que la aspirina comercial. El estudio de disolución no mostró diferencia significativa entre la fórmula optimizada y la comercial. Por lo anterior, se pudo concluir que la optimización utilizando procedimientos estadísticos es una técnica efectiva, la cual puede ser usada para obtener una fórmula farmacéutica con determinadas características.

Ankenman, Bisgaard y Osswald en su artículo **“Experimental Optimization of Computer Models”** [6] muestran como a través de la combinación de la

simulación de procesos y la optimización basada en RSM se puede optimizar el desarrollo de prototipos de productos.

En la industria automotriz se ha incrementado el uso de polímeros reforzados con fibras para algunos componentes de los automóviles. Uno de estos componentes típico es un panel del cuerpo del auto llamado "hood scoops". Este tipo de partes se fabrican por medio de un método llamado "compression holding" (moldeado a presión). Para la fabricación de partes de alta calidad, es importante entender como es el patrón de flujo del material durante el proceso de moldeado, debido a que la presencia de patrones de flujo inadecuados pueden llevar a fracturas en la pieza y/o problemas de calidad en la superficie de la misma.

Descripción del proceso. La primera etapa en el proceso de moldeo a presión consiste en colocar una carga del componente de moldeo (materia prima) dentro de un molde de acero abierto, el cual esta precalentado y que tiene una forma que corresponde al inverso de la pieza que se desea fabricar. La carga consiste principalmente de una resina de poliéster termo resistente reforzada con fibra de vidrio. La carga tiene usualmente el mismo volumen que la pieza final, pero es mucho más delgada y con un área menor. Usando una gran prensa hidráulica, el molde es cerrado a una velocidad constante, forzando la carga fluir a través de la cavidad hasta que el molde esta completamente cerrado y el material ha asumido su forma final. El tiempo de ciclo para el caso en estudio es de cinco (5) segundos.

Modelamiento del Proceso de Fabricación de las Piezas. Como parte inicial del proceso de optimización, los autores usaron como punto de partida los valores

actuales de los factores de interés (localización de la carga y tamaño), debido a que la parte ya se encontraba en fabricación. Sin embargo, aclaran que si el proceso de optimización se estuviera aplicando realmente en la fase de diseño de un pre-prototipo ellos hubiesen tenido que usar su mejor juicio para determinar el punto inicial para las variables.

Una vez que las condiciones iniciales de las variables fueron fijadas, realizaron el modelamiento del proceso de llenado y moldeado de la pieza, mediante el uso del software CADPRESS (un paquete de simulación para elementos finitos y volúmenes de control).

Objetivos y Respuestas de la Optimización. La experiencia así como los estudios de teoría de materiales muestran que una orientación aleatoria (uniforme) de la fibra de vidrio en la parte terminada provee una resistencia más homogénea en todas las direcciones. Los factores más importantes que influyen la orientación de las fibras son el tamaño de la carga y la forma y localización de esta en el molde. Antes de que el proceso de moldeo a presión comience, se asume que las fibras están orientadas aleatoria y uniformemente. Sin embargo, debido al flujo de materiales durante la compresión, ellas tienen la tendencia a incrementar su orientación a lo largo de las líneas de flujo de material.

Una manera de asegurar una orientación aleatoria en la parte final podría ser usar una carga que es idéntica a la forma final. Sin embargo, esta es una solución poco sensible ya que se requiere un flujo de material para obtener la forma y una superficie pulida.



Adicional a las respuestas visuales que cualitativamente muestran la forma como fue llenado el molde y la orientación de las fibras, se crearon dos respuestas numéricas para cuantificarlas. La primera respuesta numérica indica la uniformidad del proceso de llenado del molde.

Con el propósito de reducir los gradientes de velocidad, los cuales causan orientación de la fibra, se requiere que el llenado del molde sea uniforme. Idealmente cada punto sobre el frente de flujo debería alcanzar la pared del molde al mismo tiempo. Sin embargo, en la práctica cada punto sobre el frente de flujo puede alcanzar la pared del molde en tiempos diferentes. La respuesta numérica llamada 'fill time tolerance', es definida como una medida que es proporcional a la desviación estándar de los tiempos a los que los puntos del frente de flujo alcanzan las paredes del molde. Conceptualmente, cada borde de la pared del molde es llenado en un tiempo promedio  $t$  más o menos la tolerancia. Para lograr una máxima uniformidad durante el proceso de llenado del molde y así una orientación más uniforme de la fibra, la 'fill time tolerance' debe ser minimizada.

La segunda respuesta es la *orientación promedio de las fibras*. Este promedio es calculado primero encontrando la altura de la distribución de las direcciones de la fibra en cada elemento. Entonces cuando se promedian las alturas a través de todos los elementos se obtiene la orientación promedio de las fibras.

Como parte del cómputo de la distribución elemental de la orientación de la fibra, el experimentador tuvo que seleccionar nodos en la simulación, los cuales fueron considerados para determinar las condiciones de frontera. Sin embargo, a medida

que ellos ganaron experiencia con la simulación del modelo se notó que el promedio de orientación de las fibras fue bastante sensible a las condiciones de frontera escogidas por el experimentador. Ellos encontraron que pequeños cambios en las condiciones de frontera, tales como la adición de un nodo simple, a menudo era suficiente para cambiar de la mejor a la peor corrida en todo el experimento. Debido a estas razones y debido a que la orientación promedio de las fibras había mostrado ser demasiado sensible a las decisiones arbitrarias del experimentador, ellos consideraron que eso era una pérdida de confianza en sus experimentos en esta medición como un criterio de optimización confiable. Entonces ellos decidieron apoyarse en los últimos experimentos para la tolerancia al tiempo de llenado, los cuales no mostraron este tipo de inestabilidad.

Factores del experimento y restricciones. Los factores más importantes para el control del proceso de moldeado a compresión son:

- i. El área de carga expresada como un porcentaje del área del molde (A).
- ii. La relación altura – ancho de la carga (L).
- iii. La posición del centro de la carga expresada como una medida en centímetros desde el fondo del molde (P).

Para calibrar y ejecutar los experimentos computacionales varias asunciones tuvieron que ser realizadas y varias restricciones implementadas para limitar el tamaño y la complejidad del proceso de optimización. Las siguientes asunciones y restricciones fueron usadas a través de la experimentación:

- i. Todas las corridas fueron realizadas con un molde vertical a una velocidad de 1 cm/s.
- ii. Se asumió que el molde era delgado y de un espesor uniforme.
- iii. El volumen de la carga era siempre igual al volumen del molde cerrado.
- iv. La carga era de un espesor uniforme.
- v. Únicamente una carga era permitida in el molde.
- vi. La temperatura del molde fue asumida constante.
- vii. La carga tenía siempre una forma rectangular.

Estas asunciones y restricciones fueron consideradas reales y sin mayor efecto en la aplicabilidad práctica de los experimentos.

Experimentación. En el proceso de moldeo a compresión discutido antes, un total de cuatro experimentos fueron diseñados y analizados. Los primeros tres experimentos fueron del tipo factorial  $2^3$  donde cada uno de los niveles del factor en cada experimento fueron escogidos con base en el conocimiento obtenido del análisis de el experimento previo. El cuarto y último experimento fue un diseño central compuesto el cual fue construido usando el diseño  $2^3$  del último experimento el cual fue aumentado por puntos centrales y de estrella.

Resultados. Después de estudiar los resultados y la superficie de respuesta obtenidos las siguientes conclusiones fueron alcanzadas:

- i. La superficie de respuesta revelo que el área de mínima tolerancia de llenado ('minimum fill time tolerance') se incrementa a medida que el área de carga incrementa. Esto significa que para grandes cargas la importancia de la forma y la localización de la carga es reducida. Así, sí es costoso controlar la forma o la localización de carga en producción, una gran área de carga podría ser usada y otros factores podrían permitir ser variados sin afectar significativamente la uniformidad del proceso de llenado del molde.

- ii. La diferencia entre la mínima tolerancia de llenado entre la carga más grande y la más pequeña es probablemente insignificante. Por consiguiente, pequeñas áreas de carga pueden ser usadas sin reducir seriamente la uniformidad del proceso de moldeo.
  
- iii. El punto óptimo para el suministro de la carga está muy cerca del centro del molde y este con cambia mucho con el área de carga. Así, la carga debe ser centrada independiente del tamaño.
  
- iv. Se recomienda el uso de una relación largo – ancho de 1:2 cuando se usan pequeñas cargas, pero a medida que la cargas incrementan, la forma de carga óptima comienza a parecerse a un cuadrado que tiende a adquirir la forma del molde. Este resultado no es obvio y da un dato muy importante relacionado con la dinámica que se esperaría del sistema cuando la evaluación del prototipo comience.

Tor-Martin y Tveit en su artículo titulado: **“Experimental design methods and flowsheet sintesis of energy systems”** [7] presenta una discusión de cómo utilizar los métodos bien conocidos del diseño experimental en la síntesis de sistemas de energía. Este trabajo esta basado en un trabajo anterior, donde la metodología para el mejoramiento de sistemas de energía a gran escala usando una combinación de simulación, diseño experimental y programación matemática fue presentado. La metodología es adecuada para la síntesis de problemas complejos y de gran escala con pocos grados de libertad. Una micro turbina experimental indirectamente calentada con un bio-combustible fue usada para

ilustrar como una modelo de simulación y el diseño experimental puede ser usado para construir un modelo de optimización de un sistema de energía y como este modelo funciona comparado a el modelo donde todas las unidades son modeladas con detalle (MINLP – mixed integer non linear programming). La nueva metodología tiene un buen potencial para reducir el problema de optimización y por consiguiente la solución de problemas más complejos que aquellos que los métodos tradicionales pueden resolver.

Para la aplicación de la metodología se uso una micro turbina indirectamente calentada con un biocombustible. Aquí los autores plantean inicialmente el modelo de optimización riguroso, el cual es usado posteriormente efectos comparativos con el modelo basado en experimentación y técnicas de regresión.

El propósito del estudio es el de mostrar como ayudar a tomar la decisión de escoger adecuadamente el par compresor y expandir para el proceso con el propósito de alcanzar determinada eficiencia eléctrica para el sistema. Esto resulta en un modelo donde compuesto de dos partes parámetros (temperatura y presión) y estructural (escoger el par compresor/expandir). Esto surge debido a que los compresores y expanders pueden operar a diferentes condiciones de operación las cuales son las variables dependientes de la función eficiencia, así:

$$\eta = f(T, P) \quad (1)$$

Donde,

$T$ , es la temperatura antes del expander.

$P$ , es la presión después del compresor.

El trabajo de optimización consiste en minimizar los costos de operación del sistema dada una eficiencia eléctrica.

La primera etapa consistió entonces en desarrollar el modelo tradicional MINLP para el problema, donde todas las unidades en el sistema son modeladas en detalle. Sin embargo, el modelo MINLP no será tan detallado como el modelo de simulación. El modelo consiste de una serie de unidades y corrientes, sus conexiones y los balances de masa y energía para cada unidad. El compresor y el expander fueron modelados usando el concepto de gas ideal con presiones relativas y eficiencias isentrópicas. La composición del gas de cola fue fijada y la temperatura de combustión adiabática fue calculada usando el poder calorífico bajo para el combustible. Las discontinuidades debidas a las cotas superior e inferior de los valores correspondientes a las condiciones de operación del par compresor/expander fueron modeladas usando big-M-formulations. El modelo resultante consiste de 89 ecuaciones y 119 variables, de las cuales tres son discretas.

La siguiente etapa consistió en construir un modelo MINLP usando la nueva metodología. Las discontinuidades relacionadas con el escogimiento del par compresor/expander fueron modeladas usando el mismo método que el modelo tradicional MINLP. El trabajo principal fue el de desarrollar un modelo de regresión donde la eficiencia eléctrica total este relacionada con la presión (P) después del compresor y la temperatura (T) después del "expander".

Una etapa crucial en la metodología consistió en la generación de un modelo de regresión basado en una serie de corridas de simulación. El experimento fue desarrollado utilizando un diseño factorial simétrico ( $2^k$ ). La regresión se probó con 100 puntos simulados, dando un valor de  $R^2$  de 0.982. Sin embargo, los datos no mostraron acomodarse bien a un modelo de primer orden, por lo que un modelo de segundo orden tuvo que ser ajustado usando un diseño central compuesto. Este último se obtuvo realizando nueve corridas adicionales alrededor del punto central. El modelo obtenido de esta forma mostró un valor  $R^2$  de 0.999 el cual mostró ser adecuado para explicar las variaciones observadas en los datos.

Después de haber desarrollado el modelo de regresión, el modelo MINLP pudo ser formulado nuevamente. Este consistió solamente de 19 ecuaciones y 14 variables de las cuales 3 son binarias.

Al hacer una comparación de los resultados de ambos modelos para las variables de interés, eficiencia y costos, se encontraron pocas diferencias, lo que prueba que la metodología empleada no solo disminuye la complejidad del problema, sino también arroja buenos resultados.



Así la nueva metodología tiene un buen potencial para reducir los problemas de optimización y por consiguiente tener un método de solución que permita resolver problemas de diseño de sistemas de flujo de energía de mayor complejidad. Sin embargo, como los grados de libertad del sistema se incrementan, el valor de la nueva metodología disminuye, debido a que se requiere un mayor esfuerzo computacional para obtener un modelo de regresión representativo.

Prieto, Okumoto, Takashima, Katsura, Mizuno, Prieto y Gay en su artículo titulado **“Nonthermal plasma reactors for the production of light hydrocarbon olefins from heavy oil”** [8] aplican la metodología de superficie de respuesta a un proceso experimental en el que estudian la forma como se descomponen aceites pesados en dos tipos de reactores de plasma:

(a) Reactor de plasma tipo lecho empacado.

(b) Reactor de plasma tipo plato-plato.

En el artículo los autores describen las diferencias entre cada uno de los reactores para los cuales se escogieron los siguientes tratamientos y variable de respuesta:

Variable / Respuesta	Reactor de Plasma Tipo	
	Lecho Empacado	Plato – Plato
Flujo de gas de arrastre, mL/min.	50 – 400	50 – 400
Distancia entre la malla superior e inferior del reactor, cm.	0.5 – 3	0.3 – 1
Potencia de entrada al reactor, W	5 - 25	3 – 12

Tabla No. 1. Descripción de las variables de estudio y la respuesta para el experimento.

El desempeño de cada reactor fue registrado mediante la eficiencia, (E) expresada como  $\mu\text{L}/\text{J}$ .

La eficiencia es definida como la relación entre el flujo total de componentes de carbón con respecto a la potencia de entrada.

El flujo total de componentes de carbón fue calculado midiendo los componentes de carbón en la salida del reactor de plasma. Para lo anterior, se utilizó la cromatografía de gases.

En el artículo no se menciona de manera amplia el tipo de procedimiento experimental que se utilizó para obtener la ecuación de superficie de respuesta para cada uno de los reactores. Sin embargo, hace énfasis en la forma como se realizó el análisis e interpretación de los datos, así:

Para el reactor tipo lecho empacado, el modelo ajustado resultante es uno de segundo orden para los tres tratamientos en estudio e interacciones importantes para la potencia suministrada y la distancia entre las mallas de soporte de camada. Aquí no se observó un incremento importante en la eficiencia cuando el flujo de gas de arrastre se incremento de 120 a 330 mL/min.

Para el reactor tipo plato – plato, el modelo ajustado resultante es también de segundo orden para los tres tratamientos estudiados y con interacciones importantes para: la potencia de entrada/la distancia entre las mallas y el flujo de gas/distancia entre las mallas. Se obtuvo una mayor selectividad en la producción de etileno (valores por encima de 85%).

Una vez obtenida las ecuaciones de RSM para cada reactor, se optimizaron obteniendo que el reactor tipo plato – plato es doce (12) veces más eficiente que el reactor tipo lecho empacado. Adicionalmente, en este tipo de reactor se

obtienen eficiencias más de alrededor de  $70 \mu\text{L}/\text{J}$  a valores bajos de potencia 5 W.

Duarte, Neto, Lisboa, Santana, Barrozo y Murata presentaron en su artículo titulado **“Experimental study and simulation of mass distribution of the covering layer of soybean seeds coated in a spouted bed”** [9] una aplicación interesante donde confluye el diseño experimental y la simulación para determinar el espesor óptimo de recubrimiento de semillas de soya con bacterias y micronutrientes con el propósito de evitar el uso de fertilizantes a base de amoníaco. El objetivo del trabajo fue el de estudiar la influencia de las variables del proceso en el espesor de la cubierta.

Como equipo para la dosificación de la solución de bacterias, micro nutrientes y fungicidas se utilizó un equipo llamado “spouted bed” (camada de aspersión), el cual presentaba para el proceso en cuestión las siguientes ventajas:

- a. Dosificación adecuada de micro nutrientes.
- b. Disminución de la remoción de micro nutrientes “leaching” por parte del agua.
- c. Reducción de los costos de combustible y de mano de obra.

d. Optimización del uso de fertilizantes a base de nitrógeno.

El proceso de inoculación permite la fijación del nitrógeno, así que si alguna parte de la planta de soya lo necesita, este puede ser obtenido del aire minimizando el uso de fertilizantes amoniacales. El proceso consiste en la adherencia de la bacteria fijadora de nitrógeno *Bradyrhizobium* a la superficie de la semilla. La Bacteria se adherirá a las raíces de la planta como un nódulo y convertirá el nitrógeno del aire para cumplir con los requerimientos de esta sustancia por parte de la planta.

El inoculante es mezclado con agua, micronutrientes como molibdeno y cobalto, los cuales son importantes para el proceso de fijación del nitrógeno. Este slurry es usado para cubrir las semillas. El resultado del incremento en la fijación del nitrógeno son plantas más vigorosas.

En estudios anteriores se encontró que la calidad final de las semillas de soya así como la eficiencia del proceso era fuertemente dependiente de las variables operaciones del equipo de recubrimiento. Sin embargo, es importante no solamente evaluar la cantidad total de recubrimiento adherido a las semillas, sino también estudiar la distribución de la masa de recubrimiento sobre las semillas de soya.

Adicional a la cantidad de recubrimiento sobre las semillas, la distribución de la masa de recubriendo es de importancia primaria. El espesor de la capa debe

asegurar la germinación de las semillas y también la actividad de las bacterias. Esto significa que se debe proveer de un intercambio gaseoso ideal, la fijación del nitrógeno y la concentración adecuada de micro nutrientes. Debido a esto, capas muy gruesas causan que el proceso de germinación de las semillas no sea adecuado porque impiden el intercambio gaseoso, mientras que capas delgadas no aseguran la actividad ideal de las bacterias in el proceso de fijación del nitrógeno y pueden no contener la cantidad ideal de micro nutrientes.

El objetivo de este trabajo fue el de identificar las condiciones bajo las cuales la distribución de la masa de la capa de recubrimiento tiene la mejor uniformidad. Con el propósito de entender la influencia de las principales variables operacionales del proceso de recubrimiento, un modelo matemático simplificado basado en un balance de la población fue desarrollado. El modelo fue validado con valores experimentales obtenidos por análisis usando una técnica fotográfica.

## EL EXPERIMENTO Y EL MODELAMIENTO

*Equipos y materiales para el experimento.* El equipo utilizado para realizar los experimentos constituyó de: un solador de aire 'spouted air', calentador de aire, un enfriador de doble tubo, un medidor de flujo, de temperatura, el "spouted bed" y un sistema de dosificación y aspersion del "slurry" dentro del "spouted bed". Los materiales fueron: semillas de soya con una rata de germinación de 90%, "slurry" de recubrimiento con 95% de micro nutrientes y 5% de inculo.

*El índice de dispersión, (DI)* es un valor adimensional que está relacionado con el grado de uniformidad de las semillas y se define como la pendiente de las líneas rectas de la siguiente figura:

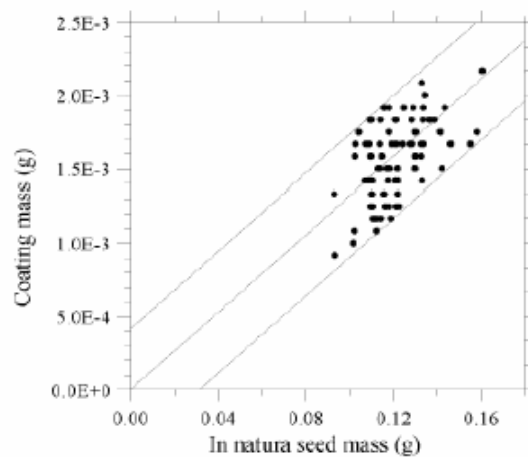


Figura No. 1. Gráfico de masa de recubrimiento vs. Masa de las semillas.

*El espesor del recubrimiento* fue calculado como la diferencia entre el diámetro promedio de las semillas recubiertas y el diámetro de las semillas cuyo recubrimiento había sido removido. El diámetro fue medido por medio de una técnica de análisis de imágenes usando una cámara fotográfica digital. La imagen fue calibrada usando una esfera de acero con un diámetro de 9.5 mm.

*Eficiencia y espesor.* El objetivo de esta etapa de este trabajo fue el de verificar la influencia de las variables de proceso sobre la eficiencia ( $\eta$ ) y el espesor del recubrimiento (E). Las variables estudiadas fueron la *rata de flujo del "spouted air", aire de atomización y slurry*. Los valores de estas variables fueron definidos usando un diseño central compuesto.

*Modelamiento matemático.* Aquí los investigadores plantearon un modelo basado en la ecuación de continuidad aplicada a un volumen arbitrario, R.

$$\frac{d}{dt} \int_R \psi dR = \int_R (B - D) dR \quad (2)$$

Donde B y D son las velocidades de aparición y desaparición de nuevas partículas y  $\psi$  es una función general de distribución.

En este trabajo,  $\psi$  es la función de distribución de la masa de semillas,  $Nf(m)$ , donde la coordenado de estado es la masa de las semillas de solla.

Después de algunas consideraciones y tratamientos matemáticos (donde se incluye la discretización de la ecuación), se obtuvo el siguiente modelo matemático:



$$\frac{\partial}{\partial t}(Nf(m)) = -\frac{\partial}{\partial m}(G(m)Nf(m)) \quad (3)$$

Donde la rata de crecimiento esta dada por:

$$G(m) = \frac{dm}{dt} = Km \quad (4)$$

Donde el coeficiente de proporcionalidad (K) puede ser obtenido para un tiempo, T de la siguiente ecuación de balance:

$$\int_{m_{\min}}^{m_{\max}} Nf(m)G(m)dm = Q_s C_s \eta \quad (5)$$

Donde  $Q_s$  es la rata de flujo del "slurry",  $C_s$  es la concentración del slurry,  $\eta$  la eficiencia del proceso,  $m_{\min}$  es el mínimo y  $m_{\max}$  el máximo valor de la masa de semillas alimentadas.

Una forma discretizada de la ecuación anterior para el crecimiento dependiente de la masa esta dada por la siguiente ecuación:

$$\frac{dN_i}{dt} = \frac{1}{m_i} (aG_{i-1}N_{i-1} + bG_iN_i + cG_{i+1}N_{i+1}) \quad (6)$$

Dónde  $m_i$  es el valor más pequeño de la masa en el intervalo,  $i$  y los coeficientes  $a$ ,  $b$  y  $c$  son las soluciones de los momentos de cero, primero y segundo orden dados por:

$$a = \frac{2r}{(1+r)(r^2-1)}, b = \frac{2}{1+r}, c = \frac{-2r}{(1+r)(r^2-1)} \quad (7)$$

Donde  $r = \frac{m_{i+1}}{m_i}$ , es la relación entre el los valores límite más grande y más pequeño de masa en cada intervalo.

La rata de crecimiento en su forma discretizada esta dada por la ecuación:

(8)

$$G_i = \frac{\eta Q_s C_s \overline{m}_i}{\sum_{j=1}^{\infty} N_j \overline{m}_j}$$

Donde,  $\overline{m}_i$  es el valor medio de las masas en el intervalo discreto  $i$  y  $N_j$  representa el número total de semillas en el intervalo. La eficiencia del recubrimiento,  $\eta$  como una función de las variables operacionales: rata de flujo de "spouted air", rata de flujo de aire de atomización y rata de flujo de slurry fue obtenida empíricamente utilizando la metodología de superficie de respuesta.

El modelo fue resuelto usando un código específico en Maple V.

## RESULTADOS

*Índice de dispersión.* Las condiciones operacionales y la configuración al interior del "spouted bed" que minimizan el índice de dispersión fueron obtenidos mediante un diseño factorial de dos (2) niveles. Las siguientes variables cualitativas fueron consideradas:

Variable	Level = 1	Level = -1
Xq <sub>1</sub>	with internal tube	without internal tube
Xq <sub>2</sub>	Nozzle at center	Nozzle at 0.66R
Xq <sub>3</sub>	50% "Sieve" 11 and 50% "Sieve" 13	100% "Sieve" 13

Tabla No. 2. Descripción del diseño del experimento.

El análisis del experimento muestra que índice de refracción, DI esta influenciado en el orden  $X_{q1}$ ,  $X_{q2}$  y  $X_{q3}$  y una interacción entre  $X_{q1}$  y  $X_{q2}$ . La mejor condición (el grado de uniformidad más alto) fue obtenido con el uso del tubo de distribución interno y con la posición radial de la boquilla del atomizador fuera del centro.

*Eficiencia y Espesor.* Los modelos empíricos obtenidos para la eficiencia y el espesor del recubrimiento, contienen únicamente parámetros con niveles de significancia por debajo de 5% con coeficientes de correlación de 94,2% y 98,3%, respectivamente, y con una distribución de residuos distribuidas aleatoriamente, están dados por las siguientes ecuaciones:

$$\begin{aligned} \eta = & 77.96 - 5.142X_1 + 1.720 X_2 + 6.150 X_3 - \\ & -3.598X_1^2 - 2.408X_3^2 + 2.385X_1X_3 \end{aligned} \quad (9)$$

$$\begin{aligned} E = & 0.026 - 0.0028X_1 + 0.0050X_2 + 0.0047X_3 - \\ & -0.0011X_1^2 - 0.0018X_1X_2 - 0.0029X_1X_3 \end{aligned}$$

Donde  $X_1$ ,  $X_2$  y  $X_3$  son variables adimensionales dadas por las siguientes ecuaciones.

$$\begin{aligned}
 X_1 &= \frac{Q_{SA} - 32.9}{2.5} \\
 X_2 &= \frac{Q_{AT} - 0.42}{0.12} \\
 X_3 &= \frac{Q_S - 0.25}{0.05}
 \end{aligned}
 \tag{10}$$

Donde,

$Q_{SA}$  (L/s), rata de flujo de "spouted air".

$Q_{AT}$  (L/s), rata de flujo de aire de atomización.

$Q_S$  (L/s), rata de flujo de slurry.

La superficie de respuesta obtenida para el espesor muestra que este se incrementa con una disminución de la rata de flujo de "spouted air", altas ratas de flujo de slurry y un incremento del flujo de aire de atomización como consecuencia del proceso de elutriación. Un análisis similar se puede hacer con respecto a la eficiencia.

*Simulación.* La siguiente figura muestra una comparación entre los resultados del modelo simulado y los datos experimentales. Esta figura muestra un buen comportamiento entre los datos simulados y los experimentales para la distribución de la masa de las semillas de los dos experimentos realizados a diferentes ratas de flujo y con distribuciones similares de alimento de semillas y eficiencias. Pudo ser verificado que el incremento en la rata de flujo de “slurry” causa un incremento en la masa del recubrimiento para una misma semilla.

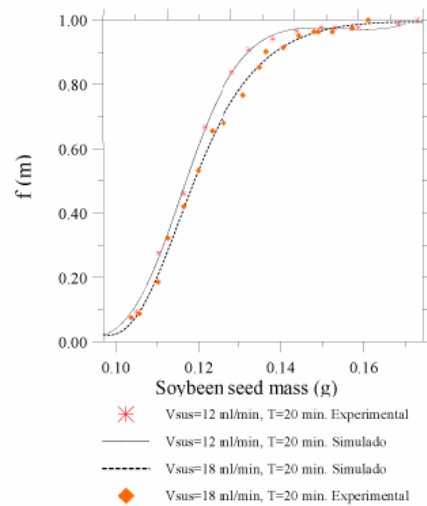


Figura No. 2. Comparación entre los datos experimentales y los resultados de la modelación para el experimento.

### 3. MODELAMIENTO DEL PROCESO

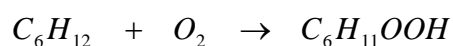
#### 3.1. DESCRIPCIÓN DEL PROCESO

La planta de CICLOHEXANONA utiliza como materias primas las siguientes sustancias: ciclohexano, aire, soda cáustica y agua. El proceso esta dividido en las siguientes etapas: oxidación del ciclohexano hacia ciclohexil – hidroperóxido, descomposición del ciclohexil – hidroperóxido hacia ciclohexanol y ciclohexanona, recuperación de ciclohexano, saponificación de esteres, sección de purificación y deshidrogenación de ciclohexanol a CICLOHEXANONA.

##### 3.1.1. Química del Proceso

El mecanismo como se llevan a cabo los procesos de oxidación y descomposición de ciclohexano es complejo e involucra reacciones en serie y en paralelo. Sin embargo, las reacciones químicas que dan lugar a los productos de interés, se conocen:

##### i. Oxidación del Ciclohexano hacia Ciclohexil – hidroperóxido

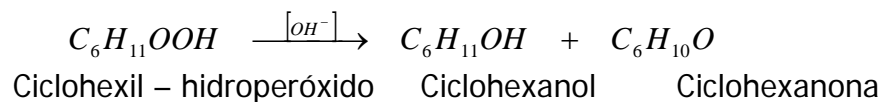


Ciclohexano    Oxígeno    Ciclohexil - hidroperóxido

Aquí el ciclohexano líquido reacciona con el oxígeno del aire para producir ciclohexil – hidroperóxido. Esta reacción se lleva a cabo en un rango de temperatura de 165 a 173 °C y a una presión de 10.6 kg/cm<sup>2</sup> (g).

Debido a la naturaleza misma del ciclohexil – hidroperóxido, una vez formado se descompone parcialmente a ácidos carboxílicos (AC) y moléculas de bajo peso molecular llamadas LIVIANOS (incluye alcoholes, aldehídos y cetonas). Además de lo anterior, parte de los livianos reaccionan entre sí con algo de ciclohexanol y ciclohexanona para dar origen a ESTERES e hidrocarburos de alto peso molecular llamados PESADOS.

## ii. Descomposición del Ciclohexil – hidroperóxido hacia Ciclohexanol y Ciclohexanona.



La reacción de ciclohexil hidroperóxido se lleva a cabo en medio alcalino en un rango de temperatura de 85 a 96°C a una presión de 6 kg/cm<sup>2</sup> (g).

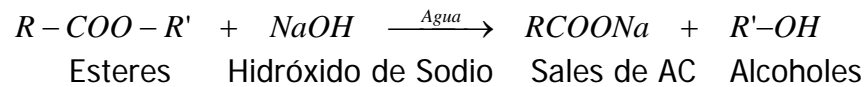
Adicionalmente a la descomposición hacia ciclohexanol y ciclohexanona, los ácidos carboxílicos formados en la etapa de reacción previa son neutralizados para dar lugar a la formación del EFLUENTE CÁUSTICO de la planta.

## iii. Saponificación de Esteres

Aquí los ESTERES producidos en el proceso de oxidación hacia ciclohexil – hidroperóxido, se hacen reaccionar con hidróxido de sodio (soda cáustica) en



medio acuoso para formar sales de ácidos carboxílicos y alcoholes de bajo peso molecular los cuales se integran al efluente cáustico de la planta y a los subproductos livianos. La reacción procede de la siguiente forma:



### 3.1.2. El Proceso

En la sección de oxidación, el ciclohexano es oxidado con aire parcialmente hacia hidroperóxido. El proceso se lleva a cabo en cuatro reactores arreglados en serie. Debido a la naturaleza de la reacción de oxidación, ésta da lugar a la formación de subproductos, los cuales son removidos de los productos de interés en las etapas posteriores del proceso. El ciclohexil – hidroperóxido formado de esta manera, se descompone en medio alcalino hacia ciclohexanol y ciclohexanona que son los productos de interés. Esto último ocurre en un arreglo de tres reactores colocados en serie.

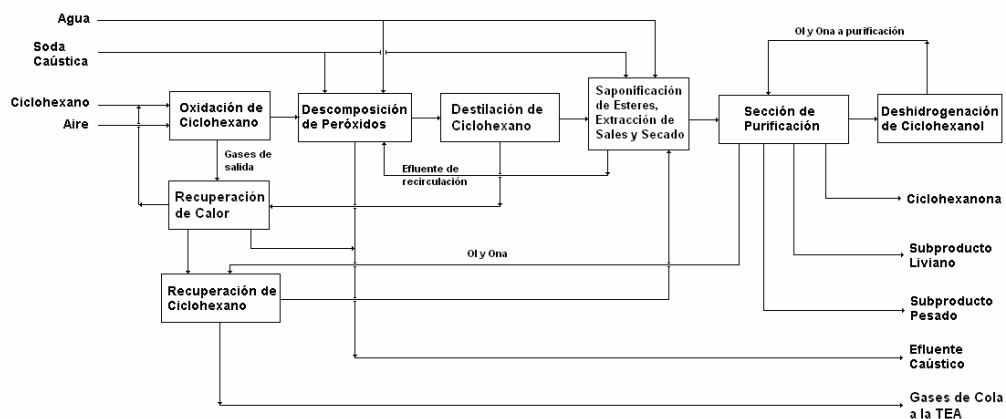


Figura No. 3. Diagrama de Flujo del Proceso

El primer subproducto de la reacción de oxidación está constituido por ácidos mono y di carboxílicos. Estos ácidos son removidos del sistema en la sección de descomposición, mediante la adición de soda cáustica y agua a un sistema de tres separadores líquido – líquido colocado en serie. El sistema opera de la siguiente manera: los ácidos provenientes de la sección de oxidación reaccionan con la soda cáustica en presencia de agua y se separan de la fase orgánica, constituida principalmente, por el ciclohexano que no fue oxidado en la etapa previa. Como la fase acuosa es más densa que la fase orgánica, ésta sale por el fondo de cada uno de los tres separadores formando el afluente cáustico de la planta el cual es tratado en la planta de tratamiento de afluentes.

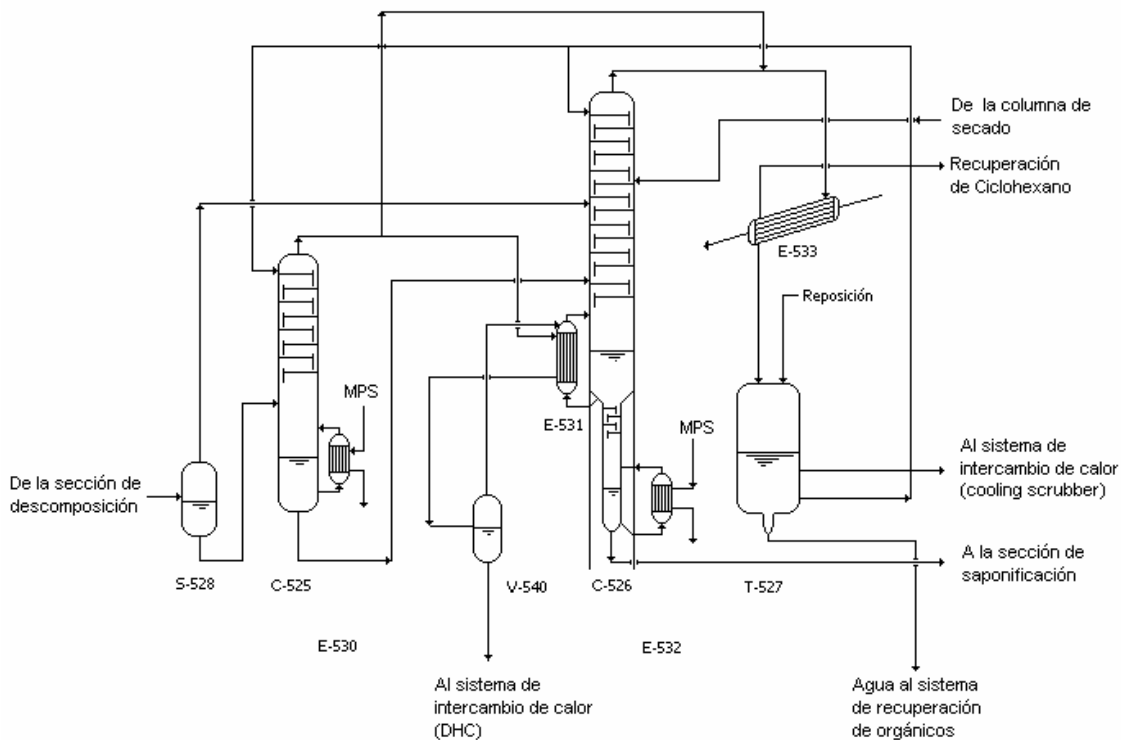


Figura No. 4. Sistema de destilación de ciclohexano.

Posteriormente, la fase orgánica fluye de la sección de neutralización a la **sección de recuperación de ciclohexano**<sup>4</sup>. En ésta etapa, el ciclohexano que no reaccionó en la etapa de oxidación es removido de los productos de interés y subproductos, utilizando para tal propósito dos columnas de destilación arregladas en serie (ver figura No. 2). El ciclohexano recuperado, sale por la cima de dichas columnas y se recicla nuevamente hacia la sección de oxidación (vía sistema de recuperación de calor); mientras que el fondo de la segunda columna va a la sección de saponificación de esteres.

Los esteres, subproductos de la reacción de oxidación, son saponificados con soda en presencia de agua. El proceso se lleva a cabo en un sistema constituido por dos reactores en serie, en donde los esteres, solubles en fase orgánica, reaccionan con la soda, soluble en fase acuosa, para producir sales de ácidos carboxílicos y alcoholes de bajo peso molecular. Las sales, solubles en la solución acuosa de soda cáustica, son separadas en la columna de extracción de sales y enviadas a la sección descomposición. Esta corriente es denominada soda débil. El agua presente en la fase orgánica restante es retirada en una columna de despojo (o también llamada de secado). La fase orgánica resultante (aceite sin refinar) es enviada posteriormente a la sección de purificación de la planta.

En la sección de purificación, la CICLOHEXANONA es separada del ciclohexanol, el subproducto liviano y el subproducto pesado, mediante un arreglo de tres columnas de destilación dispuestas en serie. En la primera columna, llamada columna de livianos, se obtiene el **subproducto liviano** constituido principalmente por alcoholes entre los que se destacan el pentanol, ciclopentanol y butanol, el fondo de esta columna, es el alimento a la segunda, donde por la cima

---

<sup>4</sup> Sistema objeto de estudio.

se obtiene la CICLOHEXANONA. El fondo de la segunda columna, es alimentado a la tercera, donde por la cima se obtiene el ciclohexanol y por el fondo se obtiene *el subproducto pesado*, el cual, como se dijo anteriormente, es una mezcla de compuestos orgánicos de alto peso molecular.

Por último, el ciclohexanol obtenido en la cima de la tercera columna es enviado al reactor de deshidrogenación donde el ciclohexanol es convertido parcialmente a CICLOHEXANONA. La mezcla resultante se une a la proveniente de la sección de saponificación formando de esta manera, el alimento de la columna de livianos en la sección de purificación de la planta.

### **3.2. SIMULACIÓN Y CALIBRACIÓN DEL MODELO**

Para el desarrollo del trabajo se utilizó el Simulador de Procesos, HYSYS 3.1. A continuación se hace una descripción breve de las razones por las que este paquete fue escogido para el desarrollo de la simulación del proceso:

- i. El proceso que se desea simular es del tipo petroquímico, involucra la presencia de más de dos sustancias (tipo multicomponente) y su constitución física es compleja, en el sentido que involucra dos torres de destilación, intercambiadores de calor, separadores gas/líquido, intercambiadores de calor. En otras palabras, aunque teóricamente este proceso puede ser simulado basándose en los principios de la conservación de la masa, energía y la termodinámica el tiempo para realizar la simulación por estos medios involucraría un estudio a parte, el cual bien podría ser considerado para tesis de pregrado en Ingeniería Química.

- ii. Hysys presenta varias ventajas para realizar optimizaciones en procesos continuos, como por ejemplo:
  - a. Utiliza el concepto de **un único modelo y muchos usos**. Esto significa que el modelo que se desarrolla puede ser adaptado y/o reorganizado para mostrar como operaria el sistema para cualquier combinación de las variables de interés. En otras palabras, se pueden desarrollar en él experimentos de tipo factorial no replicados de manera óptima sin ningún problema.
  - b. Al utilizar como ambiente de trabajo un esquema de diagrama de flujo basado en los principios de la conservación de la masa, energía, termodinámica y las operaciones unitarias (transferencia de cantidad de movimiento, calor y masa) lo hacen apto para el modelamiento de procesos continuos, como es el caso que atañe a este trabajo. Lo anterior asegura, que una vez el modelo haya sido calibrado adecuadamente los resultados obtenidos serán confiables y puedan ser replicados, dentro de un margen de error adecuado, en la planta real.

### **3.3. DESARROLLO DEL MODELO**

**3.3.1. Definición de los fluidos de trabajo.** El primer paso para el desarrollo de un modelo en HYSYS consiste en definir cual es el paquete de propiedades fisicoquímicas que mejor reproducen las diferentes interacciones entre las sustancias que intervienen en el proceso, como por ejemplo puntos de ebullición y concentración de las sustancias en cada una de las corrientes de interés. El escoger adecuadamente el

paquete de propiedades asegura en gran medida la exactitud de los resultados del modelo, la cual es evaluada a nivel macro en términos de los requerimientos de energía y eficiencia de la separación de las sustancias de interés con respecto al proceso real. En el proceso, materia de este estudio, intervienen las siguientes sustancias: ciclohexano, ciclohexanol, ciclohexanona y agua. Las tres primeras son de naturaleza orgánica, mientras que el agua es de carácter inorgánico. Esto le imprime una dificultad adicional al modelo, puesto si bien soluciones ricas en las tres primeras sustancias se comportarán aproximadamente de manera ideal<sup>5</sup> permitiendo escoger un modelo sencillo para representar el sistema. Sin embargo, soluciones "ricas en agua" serán extremadamente no ideales, llegando hasta el punto de haber separación entre las fases, situación que se presenta en el sistema después de los procesos de condensación de las corrientes de proceso que salen de las cimas de de las columnas destilación. Para este caso se necesita un modelo más complejo como el del UNIQUAC para representar de manera adecuada las interacciones de las sustancias en este tipo de sistemas.

Hysys ofrece dentro de su entorno varios paquetes de propiedades, por ejemplo: Margules, Van Laar, Wilson, Peng Robinson, NRTL y UNIQUAC entre otros. Estos modelos buscan predecir el comportamiento de mezclas de sustancias, como se explicó antes, y varían en su complejidad siendo Margules el más sencillo y UNIQUAC uno de los más complejos. Suerte que modelos más complejos, como UNIQUAC, representan también de manera adecuada el comportamiento de

---

<sup>5</sup> Es fácil determinar la forma en que interactuarán estas sustancias, ya que son parecidas químicamente .

soluciones formadas por sustancias de estructura química similar, por lo que este paquete fue escogido para el desarrollo de la simulación.

**3.3.2. Construcción de la topología del diagrama de flujo para el proceso.** Seguidamente se procedió a la construcción del modelo para el sistema en estudio dentro del ambiente de Hysys dando como resultado el diagrama de flujo que se presenta en el anexo No. 1.

**3.3.3. Calibración del Modelo en Hysys.** Con el propósito de asegurarnos que la simulación refleja de manera correcta la operación de la planta, el modelo debe ser calibrado con datos de operación tomados de la misma. Para realizar esto, se escogió un período de operación estable de la planta (10 días de operación) a la mayor carga observada (esto constituye el caso base para el análisis). Los datos de cada una de las variables de importancia dentro del sistema; como por ejemplo: flujos de alimento a las columnas, temperaturas de cima y fondo, caídas de presión, flujos de vapor entre otros fueron procesados en el ordenador utilizando Excel como programa base. Posteriormente, se calcularon la media y desviación estándar para cada una de las variables de interés (Ver detalle en el anexo No. 2). Como criterio inicial para aceptar que el modelo se encuentra calibrado se tomó el hecho que todas las variables de interés para el análisis se encuentren dentro de rango comprendido por la media más o menos dos (2) desviaciones estándar.

**3.3.4. Comparación entre los resultados del modelo y los datos de planta.** En el anexo No. 3 se presentan los resultados arrojados por el modelo después del proceso de calibración para las condiciones de operación que se muestran en la tabla No. 3.

Tabla No. 3. Condiciones de operación para la calibración del modelo.

EQUIPO	IDENTIFICACION	DESCRIPCION	UNIDADES	CONDICIONES DEL OPERACION
S 528	FT 5D03	Flujo de carga al sistema de destilación	kg/h	94.092,5
	TI 5A13	Temperatura de equilibrio en el equipo	C	141,7
	PIC 5E15	Presión de operación del separador	kg/cm <sup>2</sup> (g)	4,6
Columna, C 525	FT 5E02	Alimento a la columna	kg/h	96.729,6
	TI 5E01 8	Temperatura del alimento	C	139,3
	FIC 5E01	Reflujo	kg/h	20.269,3
	T 5E01 11	Temperatura del reflujo	C	51,2
	T 5E01 3	Temperatura de fondo	C	137,8
	T 5E02 1	Temperatura de cima	C	130,7
	PIC 5E15	Presión de cima	kg/cm <sup>2</sup> (g)	2,9
	P <sub>C 525F</sub>	Presión de fondo	kg/cm <sup>2</sup> (g)	3,2
	FT 5E09	Flujo de vapor de media presión al rehedidor, E 530	kg/h	9.962,0
Columna, C 526	FIC 5E04	Flujo de alimentación a la columna	kg/h	54.454,8
	FIC 5E03	Reflujo	kg/h	20.468,3
	T 5E02 3	Temperatura de fondo de la columna	C	141,8
	T 5E01 6	Temperatura de la parte media de la columna	C	98,3
	T 5E02 2	Temperatura de cima de la columna	C	93,1
	FT 5E07	Flujo de fondo de la columna	kg/h	4.765,1
	FT 5E08	Flujo de vapor al rehedidor, E 532	kg/h	1.132,0
	PT 5E35	Presión de cima de la columna	mm H <sub>2</sub> O	3.428,4
	P <sub>C 526F</sub>	Presión de fondo de la columna	kg/cm <sup>2</sup> (g)	0,6041
	T <sub>V 540</sub> (°C)	Temperatura de operación de la vasija, V 540	C	117,9
	FT 5E06	Flujo de la V 540 a la DHC	kg/h	49.488,3

En la tabla No. 4, la cual se presenta a continuación, se hace una comparación entre los datos arrojados por el modelo para el caso base y los equivalentes arrojados por la planta:

Tabla No. 4. Comparación entre los datos arrojados por el modelo con los datos arrojados por la planta.

EQUIPO	IDENTIFICACION	DESCRIPCION	UNIDADES	DATOS TOMADOS DE LA PLANTA				RESULTADOS DEL MODELO
				X	s	X + 2s	X - 2s	
S 528	TI 5A13	Temperatura de equilibrio en el equipo	C	141,7	0,55	142,8	140,6	140,6
	FT 5E02	Alimento a la columna	kg/h	96.729,6	2.059,89	100.849,4	92.609,8	93.256,0
	TI 5E01 8	Temperatura del alimento	C	139,3	0,28	139,9	138,7	139,2
Columna, C 525	FIC 5E01	Reflujo	kg/h	20.269,3	203,17	20.675,6	19.862,9	20.107,0
	T 5E01 11	Temperatura del reflujo	C	51,2	0,71	52,6	49,8	46,9
	T 5E01 3	Temperatura de fondo	C	137,8	2,44	142,7	132,9	136,7
	T 5E02 1	Temperatura de cima	C	130,7	0,37	131,5	130,0	131,3
	FT 5E09	Flujo de vapor de media presión al rehedidor, E 530	kg/h	9.962,0	63,29	10.088,6	9.835,4	10.900,0
	FIC 5E04	Flujo de alimentación a la columna	kg/h	54.454,8	673,17	55.801,2	53.108,5	55.116,0
	FIC 5E03	Reflujo	kg/h	20.468,3	109,62	20.687,5	20.249,1	20.300,0
	T 5E02 3	Temperatura de fondo de la columna	C	141,8	4,13	150,0	133,5	133,4
	T 5E01 6	Temperatura de la parte media de la columna	C	98,3	0,57	99,4	97,1	96,3
Columna, C 526	T 5E02 2	Temperatura de cima de la columna	C	93,1	0,58	94,3	92,0	92,2
	FT 5E07	Flujo de fondo de la columna	kg/h	4.765,1	91,57	4.948,2	4.582,0	3.390,9
	FT 5E08	Flujo de vapor al rehedidor, E 532	kg/h	1.132,0	-	-	-	1.132,0
	T <sub>V 540</sub> (°C)	Temperatura de operación de la vasija, V 540	C	117,9	0,25	118,4	117,4	118,0
	FT 5E06	Flujo de la V 540 a la DHC	kg/h	49.488,3	189,22	49.866,7	49.109,8	49.387,0

Como era de esperarse, existen algunas diferencias entre los datos arrojados por el modelo, se procederá ahora a explicar las diferencias observadas:

- i. **Temperatura de reflujo.** Con respecto a esta variable se presenta un error con respecto al valor medio de 9.6%. La causa de esta diferencia radica en el hecho que es necesario conciliar otros datos de entrada provenientes de la planta con el dato de temperatura de los reflujo. Sucede que los reflujo provienen del proceso de



condensación de los vapores del tope de la columna de destilación, C 526. El condensador, E 533 opera con agua y para el caso específico de este trabajo se hicieron mediciones de las temperaturas de entrada y salida de agua de enfriamiento y del flujo que circula por este condensador. Con lo anterior, se espera según esas mediciones una temperatura de condensación del orden de los 47 C y no una de 52 C como consistentemente muestran los datos de la planta. La causa más probable de lo anterior, es la que el transmisor de temperatura, T 5E01 11 se encuentra localizado en un punto dentro del tanque, T 523 donde no ha habido un mezclado completo de todas las corrientes de proceso que aseguren que la temperatura ha alcanzado el estado estacionario. Otro problema puede presentarse con la escogencia del paquete de propiedades, pero este queda descartado puesto que con la diferencia observada en la temperatura del reflujo se predicen correctamente la mayoría de las variables de interés del proceso.

- ii. **Flujo de vapor de media presión al rehervidor, E 530.** Esta variable presenta un error medio de 8.4% el cual se puede explicar atendiendo a que la medición se realiza con un medidor de flujo tipo platina de orificio. Estos medidores por lo general presentan un error que oscila entre el 3 y 7%. Adicionalmente, durante las inspecciones generales de la planta de los años 1998 y 2000 la platina de orificio de este medidor se encontró dañada (se observaba como un cono truncado con el diámetro menor en el sentido del flujo de vapor). Estas dos situaciones hacen prever que muy posiblemente la medición del flujo de vapor no sea confiable. Nuevamente una conciliación con otros datos del proceso prevén lo mismo como se

explica a continuación: si el flujo de vapor fuese 9962 kg/h el alimento a la columna, C 526 estaría alrededor de los 58000 kg/h y la temperatura de fondo de la misma columna estaría alrededor de los 108 C, situación esta que es inaceptable para la operación del sistema, debido a que una excesiva cantidad de ciclohexano pasaría hacia las secciones posteriores de la planta.

- iii. **Flujo de fondo de la columna, C 526.** Este flujo corresponde al alimento a la sección de saponificación de la planta. Esta variable presenta el error medio más alto 30%. En la planta esta variable se mide con un medidor de flujo tipo platina de orificio, cuyo error típico se encuentra entre 3 y 7%. Aún así la diferencia observada en la medición es muy alta, lo que se hizo con el modelo fue conciliar la concentración de ciclohexano en el fondo de la columna con los datos que arroja el laboratorio (10 a 15 % kg/kg en ciclohexano) la concentración de ciclohexano arrojada por el modelo fue de 12% (kg/kg). Adicionalmente, también se concilió la temperatura de fondo con los datos arrojados por la planta. La temperatura de fondo de la columna calculada por el modelo fue de 133.4 C la cual se encuentra dentro de la condición impuesta para aceptar el modelo como válido que es de la media más o menos dos desviaciones estándar. Por último es importante anotar, que como subproducto de la reacción de oxidación se producen compuestos livianos y pesados en cantidades de 8 y 50 kg/t de Ciclohexanona<sup>6</sup>. Estos subproductos no fueron considerados durante el proceso de simulación y corresponden a un flujo equivalente en el fondo de la columna, C 526 de 200 kg/h adicionales al flujo que la simulación predice. La razón

---

<sup>6</sup> La planta tiene una capacidad de producción de 83 t/día.

por la cual no se consideraron estos subproductos en la simulación es en primera medida porque no se conoce exactamente que tipo de alcoholes, esterres y compuestos de elevado peso molecular se encuentran presentes en el sistema y porque la relación del flujo de estos productos al flujo principal de alimento al sistema es muy baja, usualmente 0.2% situación que no afecta la validez del modelo, salvo en esta corriente donde las cantidades de estos subproductos ya comienzan a ser importantes (4 a 5 %).

#### **3.4. MODELAMIENTO PARA EL CASO II**

Con el propósito de encontrar un esquema de operación para el sistema de destilación de ciclohexano que permita minimizar los costos de operación en términos de menor consumo de energía y pérdidas de producción (obtener en la destilación un ciclohexano más puro – ciclohexanol y ciclohexanona mínimo) se ha propuesto evaluar como operaría el sistema si se colocara un precalentador de los reflujos a las columnas. Este precalentador utilizaría como fluido de calentamiento parte de los gases que salen por la cima de la columna, C 526 los cuales serían condensados en el nuevo equipo. En el anexo No. 4 se presenta los resultados arrojados por el modelo, para las siguientes condiciones de operación:

**Tabla No. 5. Condiciones de operación para la evaluación del caso II.**

EQUIPO	IDENTIFICACION	DESCRIPCION	UNIDADES	CONDICIONES DEL OPERACIÓN
S 528	FT 5D03	Flujo de carga al sistema de destilación	kg/h	94.092,5
	TI 5A13	Temperatura de equilibrio en el equipo	C	141,7
	PIC 5E15	Presión de operación del separador	kg/cm <sup>2</sup> (g)	4,6
Columna, C 525	FT 5E02	Alimento a la columna	kg/h	96.729,6
	TI 5E01 8	Temperatura del alimento	C	139,3
	FIC 5E01	Reflujo	kg/h	20.269,3
	T 5E01 11	Temperatura del reflujo	C	(1)
	T 5E01 3	Temperatura de fondo	C	137,8
	T 5E02 1	Temperatura de cima	C	130,7
	PIC 5E15	Presión de cima	kg/cm <sup>2</sup> (g)	2,9
	P <sub>C 525F</sub>	Presión de fondo	kg/cm <sup>2</sup> (g)	3,2
	FT 5E09	Flujo de vapor de media presión al rehervidor, E 530	kg/h	-2,0
Columna, C 526	FIC 5E04	Flujo de alimentación a la columna	kg/h	54.454,8
	FIC 5E03	Reflujo	kg/h	20.468,3
	T 5E02 3	Temperatura de fondo de la columna	C	141,8
	T 5E01 6	Temperatura de la parte media de la columna	C	98,3
	T 5E02 2	Temperatura de cima de la columna	C	93,1
	FT 5E07	Flujo de fondo de la columna	kg/h	4.765,1
	FT 5E08	Flujo de vapor al rehervidor, E 532	kg/h	1.132,0
	PT 5E35	Presión de cima de la columna	mm H <sub>2</sub> O	3.428,4
	P <sub>C 526F</sub>	Presión de fondo de la columna	kg/cm <sup>2</sup> (g)	0,6041
	T <sub>V 540</sub> (°C)	Temperatura de operación de la vasija, V 540	C	117,9
	FT 5E06	Flujo de la V 540 a la DHC	kg/h	49.488,3

(1) En consultas realizadas con el licenciator de la Tecnología de la planta ha recomendado operar precalentando los reflujo hasta 65 C. Esto con el propósito de ahorrar energía y disminuir la carga de gases al interior de la columna.

(2) La condición anterior implica un menor consumo de energía al comparar con el caso base inicial (sin precalentador). Por esta razón esta variable debe ser evaluada utilizando el modelo.

En la tabla No. 6 se hace una comparación entre los resultados arrojados por el modelo para los casos I y II.

**Tabla No. 6. Comparación entre los resultados arrojados por el modelo para los casos I y II.**

EQUIPO	IDENTIFICACION	DESCRIPCION	UNIDADES	RESULTADOS CASO BASE (I)	RESULTADOS CASO II
S 528	TI 5A13	Temperatura de equilibrio en el equipo	C	140,6	140,6
Columna, C 525	FT 5E02	Alimento a la columna	kg/h	93.356,0	93.356,0
	TI 5E01 8	Temperatura del alimento	C	139,2	139,2
	FIC 5E01	Reflujo	kg/h	20.107,0	20.102,0
	T 5E01 11	Temperatura del reflujo	C	46,9	67,4
	T 5E01 3	Temperatura de fondo	C	136,7	136,6
	T 5E02 1	Temperatura de cima	C	131,3	131,3
	FT 5E09	Flujo de vapor de media presión al rehervidor, E 530	kg/h	10.900,0	10.000,0
Columna, C 526	FIC 5E04	Flujo de alimentación a la columna	kg/h	55.116,0	58.153,0
	FIC 5E03	Reflujo	kg/h	20.300,0	20.296,0
	T 5E02 3	Temperatura de fondo de la columna	C	133,4	133,3
	T 5E01 6	Temperatura de la parte media de la columna	C	98,3	98,3
	T 5E02 2	Temperatura de cima de la columna	C	92,2	92,2
	FT 5E07	Flujo de fondo de la columna	kg/h	3.390,9	3.359,8
	FT 5E08	Flujo de vapor al rehervidor, E 532	kg/h	1.132,0	1.132,0
	T <sub>V 540</sub> (°C)	Temperatura de operación de la vasija, V 540	C	118,0	118,0
	FT 5E06	Flujo de la V 540 a la DHC	kg/h	49.387,0	49.678,0

El análisis de la tabla anterior muestra que la inclusión de un precalentador para los reflujo de las columnas de destilación de ciclohexano permite ahorrar aproximadamente el 8.5 % del vapor que consume el sistema con respecto a los

resultados arrojados para el caso base (I). Esto como resultado del incremento de 20.5 C en la temperatura de los reflujo a las columnas.

Un aspecto que es importante para analizar consiste en evaluar el grado de separación del sistema, expresado en términos de la pureza del ciclohexano producto. Esto es medido en términos de la cantidad de ciclohexanol y ciclohexanona enviados como retorno al sistema de oxidación de ciclohexano, así:

**Tabla No. 7. Comparación entre la eficiencia de separación de Ciclohexanol y Ciclohexanona para los casos I y II.**

CORRIENTE	DESCRIPCION	Caso I		Caso II	
		Ciclohexanol, kg/h	Ciclohexanona, kg/h	Ciclohexanol, kg/h	Ciclohexanona, kg/h
723	Alimento al Cooling Scrubber	158,80	0,71	177,16	1,51
706B	Alimento a la DHC	304,60	0,55	310,09	0,75

En la tabla anterior se observa que la inclusión del precalentador de reflujo causa un incremento de 11,6% (18.4 kg/h) en la cantidad de ciclohexanol y 112% (0.80 kg/h) en la cantidad de ciclohexanona retornados al sistema de oxidación vía Cooling Scrubber. Mientras que por la vía de la DHC, se presentan incrementos de 1.8 % (5,5 kg/h) en la cantidad de ciclohexanol y de 36.4 % (0,2 kg/h) en la cantidad de ciclohexanona retornados al sistema de oxidación.

En general se observa un empeoramiento de la pureza del ciclohexano retornado al sistema de oxidación, producto de la inclusión del precalentador de reflujo. Esta menor pureza equivale a una cantidad de ciclohexanol de 574 kg/día y 24 kg/día de ciclohexanona para un total de 598 kg/día de productos de interés. De este total el 30% (180 kg/día) se pierde como producto de menor eficiencia en el sistema de oxidación de ciclohexano, situación que equivale a una pérdida de ciclohexano que equivale a 64.000 kg/año (US\$ 77.000).

En resumen, la inclusión de un precalentador de reflujos en el sistema en estudio, permite obtener ahorros de vapor con respecto al caso base de 7130 t/año (US\$ 60.500) de vapor de media presión y una pérdida de eficiencia expresada como mayor consumo de ciclohexano de 64.000 t/año (US\$ 77.000). Como se observa hay una pérdida neta de US\$ 16.500 anuales por lo cual esta alternativa en principio no parece atractiva; lo que sucede es que sí con ella el sistema puede operar establemente a la máxima carga posible (101.000 kg/h) la pérdida neta mencionada antes se compensa con los ahorros que se obtendrían por menor consumo de ciclohexano (ver inciso 5).

## **4. EXPERIMENTACIÓN Y CALIBRACIÓN DEL MODELO**

### **4.1. REALIZACIÓN DE ENTREVISTAS**

Con el propósito de determinar de manera más exacta las variables (tratamientos) que más influyen en la operación del sistema se realizaron entrevistas a los siguientes funcionarios de la planta:

- i. Jefe de Planta.
- ii. Ingeniero de Procesos.
- iii. Ingeniero de Asistencia Técnica.
- iv. Supervisor de operaciones (dos).
- v. Técnico maestro de la planta.
- vi. Operador de DCS de la Planta (dos).

Como criterio para determinar la importancia de una u otra variable se tomo como la votación de por lo menos cinco expertos.

En el anexo No. 5 se presenta el resumen de la opinión de los expertos durante las entrevistas realizadas. En la tabla No. 8 se presentan las variables que a consideración de los expertos son las que más afectan la operación del sistema.

**Tabla No. 8. Variables que según la opinión de los expertos afectan de manera apreciable la operación de la planta.**

<b>VARIABLE</b>	<b>IMPORTANCIA SEGÚN LOS EXPERTOS</b>
Carga al Sistema de Destilación	6
Flujo de Vapor al Rehervidor, E 530	8
Control de Presión de la Columna, C 525	8
Reflujo a la Columna, C 525	8
Reflujo a la Columna, C 526	8
Presión de Cima de la Columna, C 526	5
Flujo de Agua al Condensador, E 533	8
Flujo de Vapor al Rehervidor, E 532	5
Temperatura de los reflujos	5

Es importante ahora discutir los resultados de se aprecian en la tabla anterior:

- a. Carga al Sistema de Destilación. Es una opinión generalizada por parte de todos los expertos que la planta no opera de manera estable por encima de 98000 kg/h y aunque el último desembotellamiento del sistema habla que este puede operar a 101000 kg/h la operación a estas cargas es ineficiente, debido a que se incrementa la cantidad de ciclohexanol y ciclohexanona en ciclohexano producto de la destilación. Esta variable es manipulable por los operadores, por lo que *será considerada en el análisis*.
- b. Flujo de Vapor al Rehervidor, E 530. Esta variable es la fuente de energía principal para el desarrollo del proceso de destilación de todo el sistema. Esta variable es manipulable, por lo tanto *será considerada en el análisis*.
- c. Control de Presión de la Columna, C 525. Este control de presión funciona de manera que parte de los gases que salen de la cima de la columna, C 525 son derivados hasta el condensador, E 533 para controlar la presión de este equipo. Al aumentar la presión de la columna, el tráfico de gases disminuye y la columna puede operar



mejor a una carga dada o puede resistir incrementos adicionales de carga. *Esta variable es manipulable por el operador.*

- d. Reflujos a las columnas, C 525 y C 526. Estas variables son importantísimas para el desarrollo del proceso de destilación y principalmente aseguran mantener una pureza adecuada del ciclohexano en la cima de ambas columnas. Estas variables son manipulables por el operador, pero en la situación actual de operación de la planta, las bombas de reflujo se encuentran operando al máximo de su capacidad, por lo cual esta variable no puede manipularse en realidad.
- e. Presión de Cima de la Columna, C 526. Esta variable es vital para la operación del sistema, pero no es manipulable por el operador. Esta depende de la operación adecuada del sistema de recuperación de ciclohexano ubicado aguas abajo del sistema de destilación el cual opera de manera ON/OFF cuando no está disponible la planta tiene que ser parada. Por lo anterior, esta variable no será considerada.
- f. Flujo de Agua al Condensador, E 533. Esta variable es muy importante, ya que cuando el flujo de agua de enfriamiento baja por debajo de 800 m<sup>3</sup>/h la presión de la columna, C 526 se incrementa abruptamente causando pérdidas apreciables de ciclohexano y muchos problemas para lograr el nivel de destilación de ciclohexano esperado. Esta variable no es manipulable por el operador, puesto que depende de la obstrucción del equipo con materiales como bolsas, piedras, etc. Los cuales impiden el paso del agua a través del equipo. La solución en este caso es parar la planta para limpieza del condensador, E 533. Esta variable no será considerada.

- g. Flujo de Vapor al Rehervidor, E 532. Esta variable permite que el operador maneje una concentración de ciclohexano en el fondo de la columna, C 526 dentro del rango de 10 a 15 % (kg/kg). *Esta variable será considerada.*
- h. Temperatura de los Reflujos. El efecto de esta variable no se puede observar en la planta, puesto que no existe medio físico para el control de la misma. Se propuso a los entrevistados con el objetivo que dieran su opinión como expertos relacionada con su posible efecto en la operación del sistema. *Esta variable será considerada sólo para la evaluación del caso II.*

Adicionalmente al análisis anterior, durante el proceso de calibración se observó un efecto importante de la operación del lazo de control de nivel de la vasija de bombeo a la DHC. Por lo que *esta variable será incluida* en el análisis inicial con el propósito de determinar su importancia real dentro de la operación del sistema.

En la tabla No. 9 se presentan las variables que serán consideradas en experimento tipo "Screening" que busca determinar los tratamientos que más afectan la operación del sistema.

**Tabla No. 9. Variables consideradas para el experimento del tipo "Screening".**

<b>VARIABLE</b>	<b>IMPORTANCIA SEGÚN LOS EXPERTOS</b>
Carga al Sistema de Destilación	6
Flujo de Vapor al Rehervidor, E 530	8
Control de Presión de la Columna, C 525	8
Flujo de Vapor al Rehervidor, E 532	5
Control de Nivel de la Vasija, V 540	4
Temperatura de los reflujo	5

## 4.2. EXPERIMENTACIÓN INICIAL

4.2.1. Determinación de los rangos de las variables sobre los cuales se evaluará la operación de la planta. En la tabla No. 10 se presentan los rangos de los tratamientos a ser analizados, estos rangos han sido evaluados de manera conjunta con los expertos y corresponden a los valores de las variables donde existen registros o conocimiento de los expertos que el sistema ha operado.

**Tabla No. 10. Rangos de los tratamientos a ser analizados.**

TRATAMIENTOS A SER ANALIZADOS					
Carga al Sistema	Flujo de Vapor al E 530	Control de Presión C 525	Control de Nivel V 540	Flujo de Vapor al E 532	Temperatura de Reflujos
kg/h	kg/h	kg/cm <sup>2</sup> (g)	% Abertura	kg/h	% Abertura
94000	10500	2.4	3	900	1
	11000	3.4	10	1200	6,5
101000	10500	2.4	3	900	1
	11000	3.4	10	1200	6,5

4.2.2. Caso Base (I). Para este caso se tomarán los tratamientos correspondientes a las cinco (5) primeras columnas. En el anexo No. 6 se presenta el diseño del experimento (2<sup>5</sup>) junto con los resultados obtenidos después de correr el modelo para cada uno de los 32 experimentos. En ese anexo se muestra la pureza del ciclohexano enviado a la sección de oxidación vía DHC (Corriente, 706B en el modelo) y "Cooling Scrubber" (Corriente, 723 en el modelo). El análisis de varianza<sup>7</sup>, se realiza de manera independiente para cada una de las corrientes de interés y son presentados en el anexo No. 7. Los resultados son los siguientes:

<sup>7</sup> Para el análisis de los datos producto del proceso de experimentación se utilizó el programa STATGRAPHICS 5.0.

a. Análisis de la corriente, 706B (Alimento a la DHC). En la tabla No. 11 se presenta el análisis de varianza correspondiente, el cual muestra que los efectos principales que afectan la pureza del ciclohexano alimentado al proceso de oxidación vía DHC son:

- i. Carga al sistema de destilación.
- ii. Alimento de vapor al rehervidor, E 530.
- iii. La presión de operación de la columna, C 525.
- iv. Flujo de ciclohexano que se usa para hacer control de nivel en la vasija, V 540.

Analysis of Variance for Ol_y_Ona_706B - Type III Sums of Squares					
Source	Sun of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
<b>MAIN EFFECTS</b>					
A:Carga	4065,54	1	4065,54	246,95	0,0000
B:Vapor_E530	1965,49	1	1965,49	119,39	0,0000
C:P_C525	133,866	1	133,866	8,13	0,0115
D:Nivel_V540	3302,61	1	3302,61	200,61	0,0000
E:Vapor_E532	60,3077	1	60,3077	3,66	0,0737
<b>INTERACTIONS</b>					
AB	333,659	1	333,659	20,27	0,0004
AC	557,53	1	557,53	33,87	0,0000
AD	3,84338	1	3,84338	0,23	0,6355
AE	69,5315	1	69,5315	4,22	0,0566
BC	1335,54	1	1335,54	81,12	0,0000
BD	0,759528	1	0,759528	0,05	0,8326
BE	110,893	1	110,893	6,74	0,0195
CD	7,45945	1	7,45945	0,45	0,5105
CE	143,186	1	143,186	8,70	0,0094
DE	2,28445	1	2,28445	0,14	0,7144
RESIDUAL	263,411	16	16,4632		
TOTAL (CORRECTED)	12355,9	31			

All F-ratios are based on the residual mean square error.

Tabla No. 11. Análisis de varianza para la corriente, 706B (alimento a la DHC)<sup>8</sup>.

De los efectos evaluados el único que no es significativo es el suministro de vapor al rehervidor, E 532. Adicionalmente, existen algunas interacciones de segundo orden significativas. Estas son: AB, AC, BC, BE y CE.

<sup>8</sup> Evaluado para un nivel de significancia del 95 %.

En la figura No. 5 se presenta el gráfico de Pareto estandarizado para los efectos, el cual ratifica el resultado anterior.

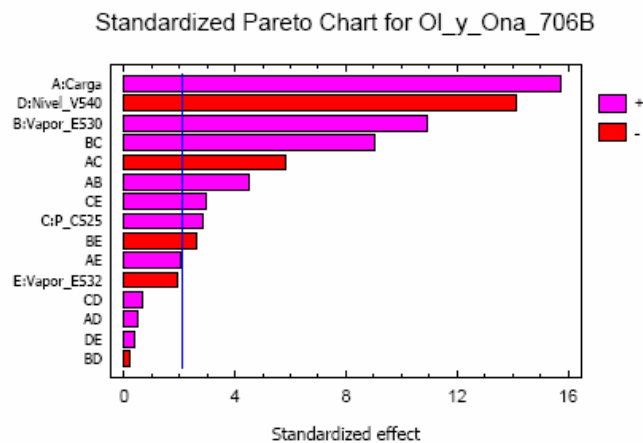


Figura No. 5. Gráfico de Pareto estandarizado para la corriente, 706B.

Situación similar se presenta en la figura No. 6, la cual presenta el gráfico de probabilidad normal para los efectos:

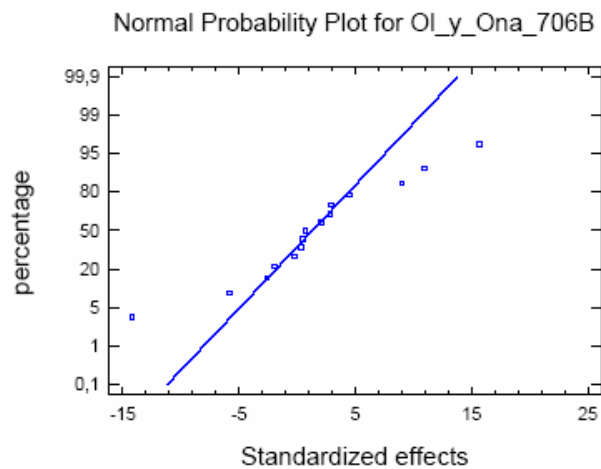


Figura No. 6. Gráfico de probabilidad normal para los efectos de la corriente, 706B

En la figura No. 7 se presentan los gráficos correspondientes a las interacciones entre los factores que se analizan:

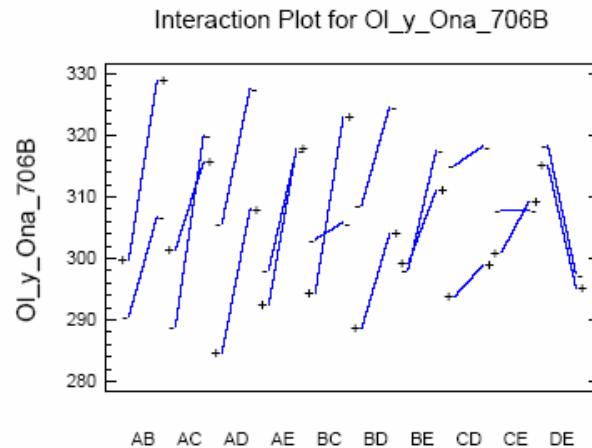


Figura No. 7. Gráfico de interacción entre los factores para la corriente, 706B

Esta figura corrobora la existencia de interacciones importantes entre los factores: A, B y C. Adicionalmente, el efecto del factor E por si solo, no es significativo; sin embargo, en presencia de valores diferentes de los factores A, B y C la interacción correspondiente con este factor es significativa, por lo cual este no se puede descartar en el análisis.

En la figura No. 8 se presenta el gráfico de residuos contra valores predichos:

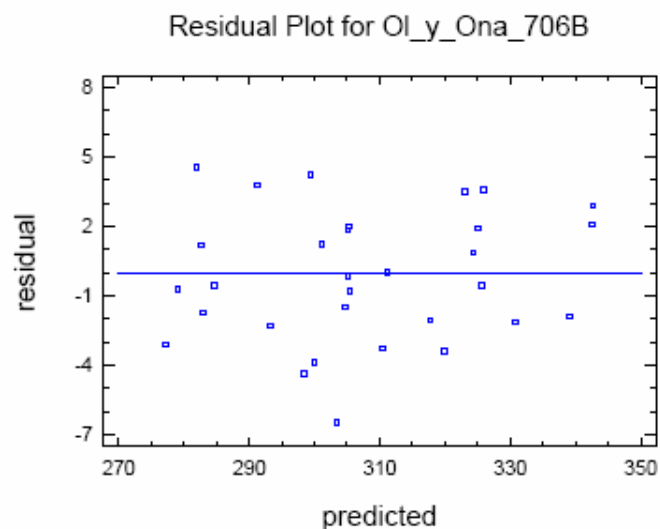


Figura No. 8. Gráfico de Residuos contra valores predichos para la corriente, 706B

Aquí no se observan problemas que afecten en alguna medida la normalidad y/o la varianza del experimento.

En el anexo No. 8 se presentan detalles adicionales producto del análisis del experimento, como por ejemplo: gráficos de los efectos principales, la superficie de respuesta aproximada y gráfico de contornos para el contenido de ciclohexanol (OI) y ciclohexanona (Ona) en la corriente, 706B.

En resumen de los cinco factores considerados ninguno puede ser descartado para análisis posteriores.

b. Análisis de la corriente, 723 (Alimento al Cooling Scrubber). En la tabla No. 12 se presenta el análisis de varianza correspondiente, el cual muestra que los efectos principales que afectan la pureza del ciclohexano alimentado al proceso de oxidación vía "Cooling Scrubber" son:

- i. Carga al sistema de destilación.
- ii. Flujo de vapor al rehervidor, E 530.
- iii. Presión de operación de la columna, C 525.
- iv. Flujo de ciclohexano que se usa para hacer control de nivel en la vasija, V 540.
- v. Flujo de vapor al rehervidor, E 532.

Analysis of Variance for Ol_y_Ona_723 - Type III Sums of Squares					
Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
<b>MAIN EFFECTS</b>					
A:Carqa	3182,42	1	3182,42	287,30	0,0000
B:Vapor_E530	1773,99	1	1773,99	160,15	0,0000
C:P_C525	2953,35	1	2953,35	266,62	0,0000
D:Nivel_V540	2924,98	1	2924,98	264,06	0,0000
E:Vapor_E532	960,754	1	960,754	86,73	0,0000
<b>INTERACTIONS</b>					
AB	42,4581	1	42,4581	3,83	0,0679
AC	3,47161	1	3,47161	0,31	0,5824
AD	120,979	1	120,979	10,92	0,0045
AE	17,4345	1	17,4345	1,57	0,2277
BC	146,034	1	146,034	13,18	0,0022
BD	4,0328	1	4,0328	0,36	0,5547
BE	27,2322	1	27,2322	2,46	0,1365
CD	34,6112	1	34,6112	3,12	0,0962
CE	62,0498	1	62,0498	5,60	0,0309
DE	2,7848	1	2,7848	0,25	0,6229
RESIDUAL	177,233	16	11,077		
TOTAL (CORRECTED)	12433,8	31			

All F-ratios are based on the residual mean square error.

Tabla No. 12. Análisis de varianza para corriente, 723 (alimento al Cooling Scrubber)<sup>9</sup>.

El análisis de varianza también muestra que algunas interacciones de segundo orden son importantes: AD, BC y CE. En las figuras No. 9 y



10 se presentan los gráficos de Pareto estandarizado y el de probabilidad normal para los efectos de la corriente, 723. Estos gráficos corroboran los resultados del análisis de varianza de la tabla 12.

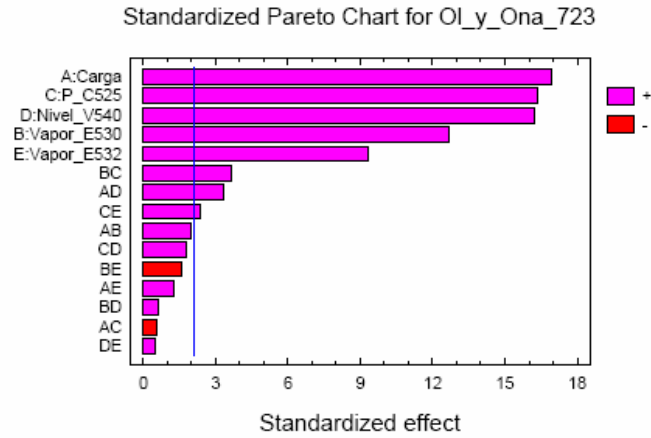


Figura No. 9. Gráfico de Pareto estandarizado para la corriente, 723.

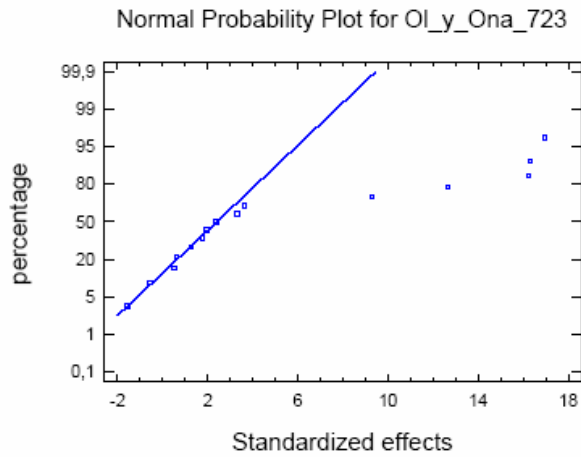


Figura No. 10. Gráfico de probabilidad normal para los efectos de la corriente, 723.

<sup>9</sup> Evaluado para un nivel de significancia de 95%.

En la figura No. 11 se presenta el gráfico de residuos vs. valores predichos para la corriente, 723.

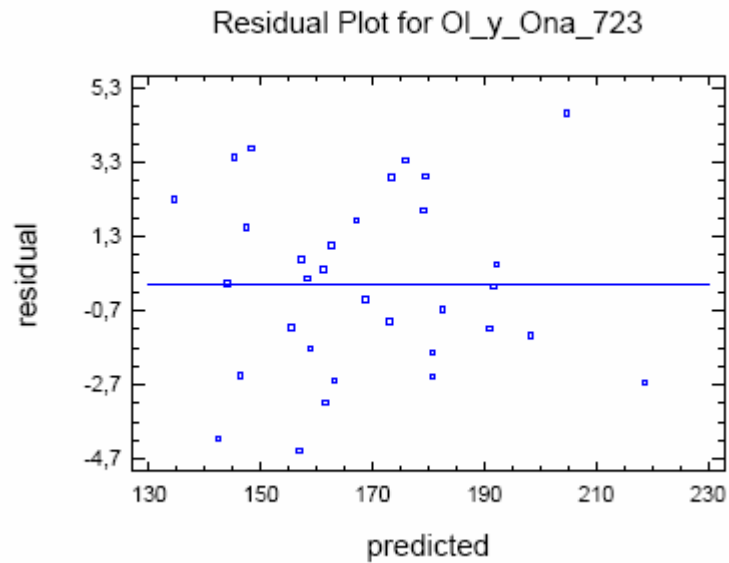


Figura 11. Gráfico de residuos contra valores predichos para la corriente, 723.

Al igual que para la corriente, 706B se observa en la figura No. 11 no hay razones para pensar que la varianza y la normalidad están siendo afectadas en el experimento.

En el anexo No. 9 se presentan detalles adicionales relacionados con el análisis del experimento para la corriente, 723.

### 4.3. DETERMINACIÓN DE CURVATURA EN LA REGIÓN DE EXPLORACIÓN

Una vez determinados, para cada una de las corrientes de interés (706B<sup>10</sup> y 723<sup>11</sup>), los factores que más influyen, se realizó un experimento del tipo (3<sup>k</sup>) teniendo en cuenta los siguientes rangos para los tratamientos:

TRATAMIENTOS A SER ANALIZADOS				
Carga al Sistema kg/h	Flujo de Vapor al E 530 kg/h	Control de Presión C 525 kg/cm <sup>2</sup> (g)	Control de Nivel V 540 % Abertura	Flujo de Vapor E 532 kg/h
94000	10500	2,4	3	900
	11000	3,4	10	
101000	10500	2,4	3	1200
	11000	3,4	10	

Tabla No. 13. Rangos de los tratamientos para el experimento (3<sup>k</sup>).

En el anexo No. 10 se presenta el diseño del experimento (3<sup>5</sup>)<sup>12</sup> junto con los resultados obtenidos después de correr el modelo para cada uno de los 243 experimentos. En ese anexo se muestra la pureza del ciclohexano enviado a la sección de oxidación vía DHC (Corriente, 706B en el modelo) y “Cooling Scrubber” (Corriente, 723 en el modelo). El análisis de varianza<sup>13</sup>, se realiza de manera independiente para cada una de las corrientes de interés y son presentados en el anexo No. 11. Los resultados son los siguientes:

- a. Análisis de la corriente, 706B (Alimento a la DHC). En la tabla No. 14 se presenta el análisis de varianza correspondiente, el cual muestra

<sup>10</sup> Alimento a la DHC.

<sup>11</sup> Alimento al “Cooling Scrubber”.

<sup>12</sup> Montgomery Douglas C. “Diseño y Análisis de Experimentos”. Capítulo 12.

<sup>13</sup> Para el análisis de los datos producto del proceso de experimentación se utilizó el programa STATGRAPHICS 5.0.

los efectos principales y las interacciones que afectan la pureza del ciclohexano alimentado al proceso de oxidación vía DHC, así:

Analysis of Variance for Ol y Ona 706					
Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
A:Carga	2992,03	1	2992,03	401,27	0,0000
B:Vapor E530	636,095	1	636,095	85,31	0,0000
C:Presión C525	316,96	1	316,96	42,51	0,0000
D:Nivel V540	1771,38	1	1771,38	237,56	0,0000
E:Vapor E532	78,0695	1	78,0695	10,47	0,0014
AA	146,444	1	146,444	19,64	0,0000
AB	1816,46	1	1816,46	243,61	0,0000
AC	1899,83	1	1899,83	254,79	0,0000
AD	4,40441	1	4,40441	0,59	0,4431
AE	73,7552	1	73,7552	9,89	0,0019
BE	347,304	1	347,304	46,58	0,0000
BC	4703,42	1	4703,42	630,79	0,0000
BD	0,0481333	1	0,0481333	0,01	0,9360
BE	343,149	1	343,149	46,02	0,0000
CC	2187,93	1	2187,93	293,43	0,0000
CD	139,492	1	139,492	18,71	0,0000
CE	1215,58	1	1215,58	163,03	0,0000
DD	8,49924	1	8,49924	1,14	0,2870
DE	41,8507	1	41,8507	5,61	0,0188
EE	35,3431	1	35,3431	4,74	0,0307
AAB	22,3939	1	22,3939	3,00	0,0847
AAC	30,403	1	30,403	4,08	0,0449
AAD	1,85111	1	1,85111	0,25	0,6189
AAE	0,070225	1	0,070225	0,01	0,9228
ABB	5,87254	1	5,87254	0,79	0,3759
ABC	381,985	1	381,985	51,23	0,0000
ABD	11,6725	1	11,6725	1,57	0,2124
ABE	0,544272	1	0,544272	0,07	0,7873
ACC	92,8332	1	92,8332	12,45	0,0005
ACD	13,6155	1	13,6155	1,83	0,1782
ACE	201,905	1	201,905	27,08	0,0000
ADD	0,00173611	1	0,00173611	0,00	0,9878
ADE	58,4641	1	58,4641	7,84	0,0056
AEE	25,4857	1	25,4857	3,42	0,0660
BBC	79,3683	1	79,3683	10,64	0,0013
BBD	0,794079	1	0,794079	0,11	0,7445
BBE	2,31547	1	2,31547	0,31	0,5780
BCC	78,5981	1	78,5981	10,54	0,0014
BCD	57,5128	1	57,5128	7,71	0,0060
BCE	67,7254	1	67,7254	9,08	0,0029
BDD	16,1425	1	16,1425	2,16	0,1428
BDE	8,85503	1	8,85503	1,19	0,2772
BEE	0,00290401	1	0,00290401	0,00	0,9843
CCD	1,92901	1	1,92901	0,26	0,6116
CCE	45,2705	1	45,2705	6,07	0,0146
CDD	0,938746	1	0,938746	0,13	0,7231
CDE	28,0376	1	28,0376	3,76	0,0540
CEE	104,097	1	104,097	13,96	0,0002
DDE	1,14134	1	1,14134	0,15	0,6961
DEE	20,9815	1	20,9815	2,81	0,0951
Total error	1431,63	192	7,45641		
Total (corr.)	65311,1	242			

Tabla No. 14. Análisis de varianza para la corriente, 706B (alimento a la DHC)<sup>14</sup>.

<sup>14</sup> Evaluado para un nivel de significancia del 95 %.

Dado que veintiocho (28) efectos tienen P-valores menores que 0.05, indicando que ellos son significativamente diferentes de cero (0) cuando se evalúan a un nivel de confianza de 95%.

En la figura No. 12 se presenta el gráfico de Pareto estandarizado para los efectos, el cual ratifica el resultado anterior.

### Standardized Pareto Chart for OI\_y\_Ona\_706

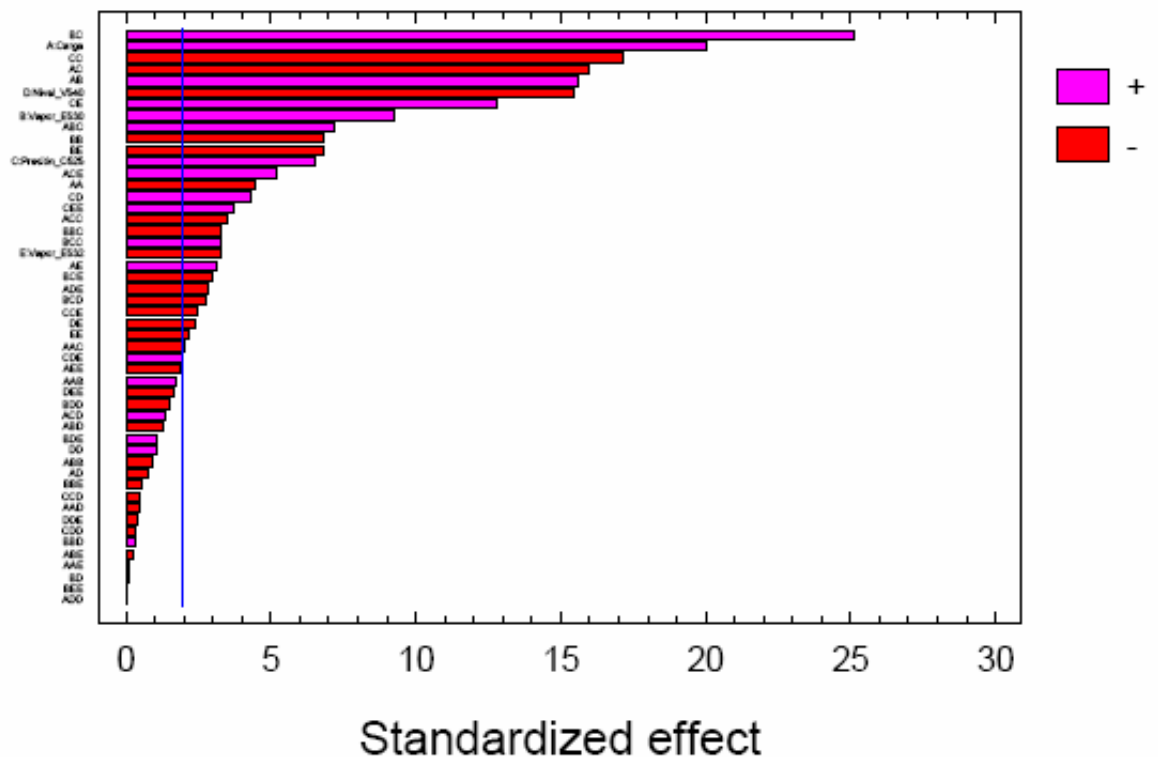


Figura No. 12. Gráfico de Pareto estandarizado para la corriente, 706B.

Situación similar se presenta en la figura No. 13, la cual presenta el gráfico de probabilidad normal para los efectos:

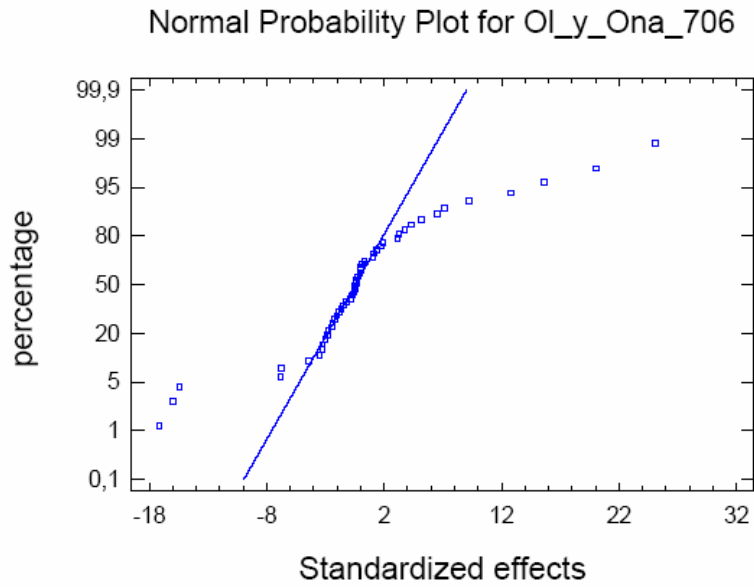


Figura No. 13. Gráfico de probabilidad normal para los efectos de la corriente, 706B.

En la figura No. 14 se presentan los gráficos correspondientes a los efectos principales:

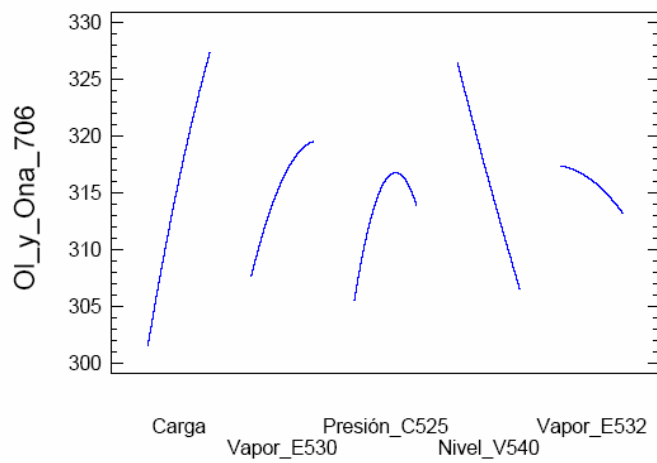


Figura No. 14. Gráfico de los efectos principales para la corriente, 706B.

El gráfico anterior muestra un efecto cuadrático importante en los siguientes efectos: vapor al rehervidor, E 530; presión de la columna, C 525 y vapor al rehervidor, E 532.

A continuación se presenta el gráfico de las interacciones entre los factores que se analizan:

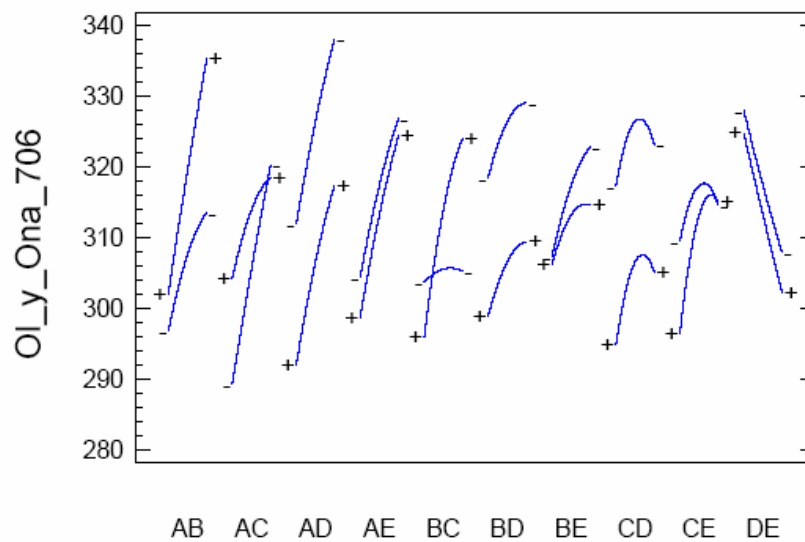


Figura No. 15. Gráfico de las interacciones de primer orden para la corriente, 706B.

Esta figura corrobora la existencia de interacciones importantes entre la mayoría de factores analizados.

En la figura No. 16 se presenta el gráfico de residuos contra valores predichos:

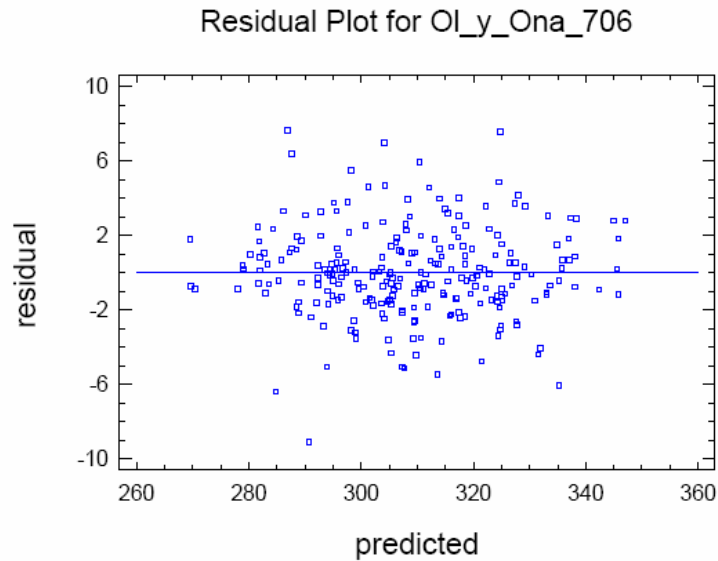


Figura No. 16. Gráfico de Residuos contra valores predichos para la corriente, 706B

Aquí no se observan problemas que afecten en alguna medida la normalidad y/o la varianza del experimento.

Con los veintiocho efectos significativos se puede plantear la siguiente ecuación:

$$\begin{aligned}
 F_{OI\_y\_Ona} = & k + k_1 x_A + k_2 x_B + k_3 x_C + k_4 x_D + k_5 x_E + k_6 x_A^2 + k_7 x_A x_B + k_8 x_A x_C + k_9 x_A x_E + k_{10} x_B^2 + \dots \\
 & \dots + k_{11} x_B x_C + k_{12} x_B x_E + k_{13} x_C^2 + k_{14} x_C x_D + k_{15} x_C x_E + k_{16} x_D x_E + k_{17} x_E^2 + k_{18} x_A x_B x_C + \dots \\
 & \dots + k_{19} x_A^2 x_C + k_{20} x_A x_C^2 + k_{21} x_A x_C x_E + k_{22} x_A x_D x_E + k_{23} x_B^2 x_C + k_{24} x_B x_C^2 + k_{25} x_B x_C x_D \dots \\
 & \dots + k_{26} x_B x_C x_E + k_{27} x_C^2 x_E + k_{28} x_C x_E^2 + k_{29} x_A x_E^2 + k_{30} x_A x_C x_D + k_{31} x_C x_D x_E
 \end{aligned} \quad (11)$$

Donde las variables codificadas son:

- $x_A$ , carga de ciclohexano al S 528.
- $x_B$ , Flujo de vapor al E 530.
- $x_C$ , Presión de la C 525.
- $x_D$ , Control de nivel de la V 540.
- $x_E$ , Flujo de vapor al E 532.



Estas variables están codificadas y varían dentro del intervalo [-1,1].

Los coeficientes de regresión se muestran en la siguiente tabla:

<b>Coeficiente</b>	<b>Tratamiento/Interacción</b>	<b>Valor</b>
k		316,374
k <sub>1</sub>	A	12,6282
k <sub>2</sub>	B	6,03
k <sub>3</sub>	C	4,08864
k <sub>4</sub>	D	-10,6356
k <sub>5</sub>	E	-2,34093
k <sub>6</sub>	AA	-1,64679
k <sub>7</sub>	AB	4,10111
k <sub>8</sub>	AC	-4,19417
k <sub>9</sub>	AE	0,826389
k <sub>10</sub>	BB	-2,53605
k <sub>11</sub>	BC	6,59926
k <sub>12</sub>	BE	-1,7825
k <sub>13</sub>	CC	-6,36531
k <sub>14</sub>	CD	1,13648
k <sub>15</sub>	CE	3,35491
k <sub>16</sub>	DE	-0,6225
k <sub>17</sub>	EE	-0,809012
k <sub>18</sub>	ABC	-0,100463
k <sub>19</sub>	AAC	0
k <sub>20</sub>	ACC	-1,60583
k <sub>21</sub>	ACE	-0,365787
k <sub>22</sub>	ADE	-0,901111
k <sub>23</sub>	BBC	0
k <sub>24</sub>	BCC	1,47759
k <sub>25</sub>	BCD	-2,37856
k <sub>26</sub>	BCE	-3,57606
k <sub>27</sub>	CCE	0
k <sub>28</sub>	CEE	1,70046
k <sub>29</sub>	AEE	-0,841389
k <sub>30</sub>	ACD	-0,918981
k <sub>31</sub>	CDE	-1,12139

Tabla 15. Coeficientes de regresión para el modelo de la ecuación No. 11.

El estadístico R-squared para la ecuación No. 12 indica que el modelo ajustado explica el 97,5781% de la variabilidad del Anol y la Anona en la corriente 706B. El estadístico R-squared ajustado, que es más adecuado para comparar modelos con diferente número de variables independientes tiene un valor de 97,2484%. El error medio absoluto (MAE), que corresponde al valor promedio de los residuos, tiene un valor de 1,91778. El Test Durbin – Watson (DWT) para los residuos, presenta un P-value de 0.1056 (más grande que 0.05), que indica que no hay auto correlación serial en los residuos.

*Los resultados anteriores muestran que la ecuación No.11 representa con una muy buena aproximación (97,6%) la variabilidad observada en el contenido de Anol y Anona que se alimenta a la DHC.*

En el anexo No. 12 se presentan detalles adicionales relacionados con el análisis del experimento para la corriente, 706B.

- b. Análisis de la corriente, 723 (Alimento al Cooling Scrubber). En la tabla No. 16 se presenta el análisis de varianza correspondiente, el cual muestra los efectos principales y las interacciones que afectan la pureza del ciclohexano alimentado al proceso de oxidación vía Cooling Scrubber, así:

Analysis of Variance for Ol y Ona 723

Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
A:Carga	2694,11	1	2694,11	272,34	0,0000
B:Vapor E530	700,877	1	700,877	70,85	0,0000
C:P C525	2644,75	1	2644,75	267,35	0,0000
D:Nivel V540	2616,46	1	2616,46	264,49	0,0000
E:Vapor E532	572,498	1	572,498	57,87	0,0000
AA	0,0201582	1	0,0201582	0,00	0,9640
AB	178,872	1	178,872	18,08	0,0000
AC	21,2091	1	21,2091	2,14	0,1448
AD	113,673	1	113,673	11,49	0,0008
AE	0,853333	1	0,853333	0,09	0,7693
BE	7,5538	1	7,5538	0,76	0,3833
BC	572,332	1	572,332	57,85	0,0000
BD	38,7481	1	38,7481	3,92	0,0492
BE	190,536	1	190,536	19,26	0,0000
CC	473,64	1	473,64	47,88	0,0000
CD	584,877	1	584,877	59,12	0,0000
CE	1964,97	1	1964,97	198,63	0,0000
DD	36,5944	1	36,5944	3,70	0,0559
DE	140,79	1	140,79	14,23	0,0002
EE	231,868	1	231,868	23,44	0,0000
AAB	22,2103	1	22,2103	2,25	0,1357
AAC	17,2502	1	17,2502	1,74	0,1882
AAD	10,2471	1	10,2471	1,04	0,3101
AAE	0,0693444	1	0,0693444	0,01	0,9334
ABB	11,4959	1	11,4959	1,16	0,2824
ABC	204,357	1	204,357	20,66	0,0000
ABD	6,21281	1	6,21281	0,63	0,4291
ABE	11,6725	1	11,6725	1,18	0,2787
ACC	89,2185	1	89,2185	9,02	0,0030
ACD	42,3353	1	42,3353	4,28	0,0399
ACE	192,898	1	192,898	19,50	0,0000
ADD	6,98134	1	6,98134	0,71	0,4019
ADE	47,3364	1	47,3364	4,79	0,0299
AEE	24,2611	1	24,2611	2,45	0,1190
BBC	82,3859	1	82,3859	8,33	0,0044
BBD	2,60105	1	2,60105	0,26	0,6087
BBE	2,10734	1	2,10734	0,21	0,6449
BCC	0,0252457	1	0,0252457	0,00	0,9598
BCD	2,34361	1	2,34361	0,24	0,6270
BCE	4,10411	1	4,10411	0,41	0,5203
BDD	11,6092	1	11,6092	1,17	0,2800
BDE	1,1679	1	1,1679	0,12	0,7315
BEE	8,43257	1	8,43257	0,85	0,3570
CCD	72,7514	1	72,7514	7,35	0,0073
CCE	413,241	1	413,241	41,77	0,0000
CDD	4,403	1	4,403	0,45	0,5055
CDE	270,436	1	270,436	27,34	0,0000
CEE	344,535	1	344,535	34,83	0,0000
DDE	7,7748	1	7,7748	0,79	0,3764
DEE	112,843	1	112,843	11,41	0,0009
Total error	1899,37	192	9,89254		
Total (corr.)	71424,4	242			

Tabla No. 16. Análisis de varianza para la corriente, 723 (alimento a la Cooling Scrubber)<sup>15</sup>.

En este caso veintiséis (26) efectos tienen P-values menores que 0.05, indicando que ellos son significativamente diferentes de cero (0) cuando se evalúan a un nivel de confianza de 95%.

<sup>15</sup> Evaluado para un nivel de significancia del 95 %.

En la figura No. 17 se presenta el gráfico de Pareto estandarizado para los efectos, el cual ratifica el resultado anterior.

### Standardized Pareto Chart for OI\_y\_Ona\_723

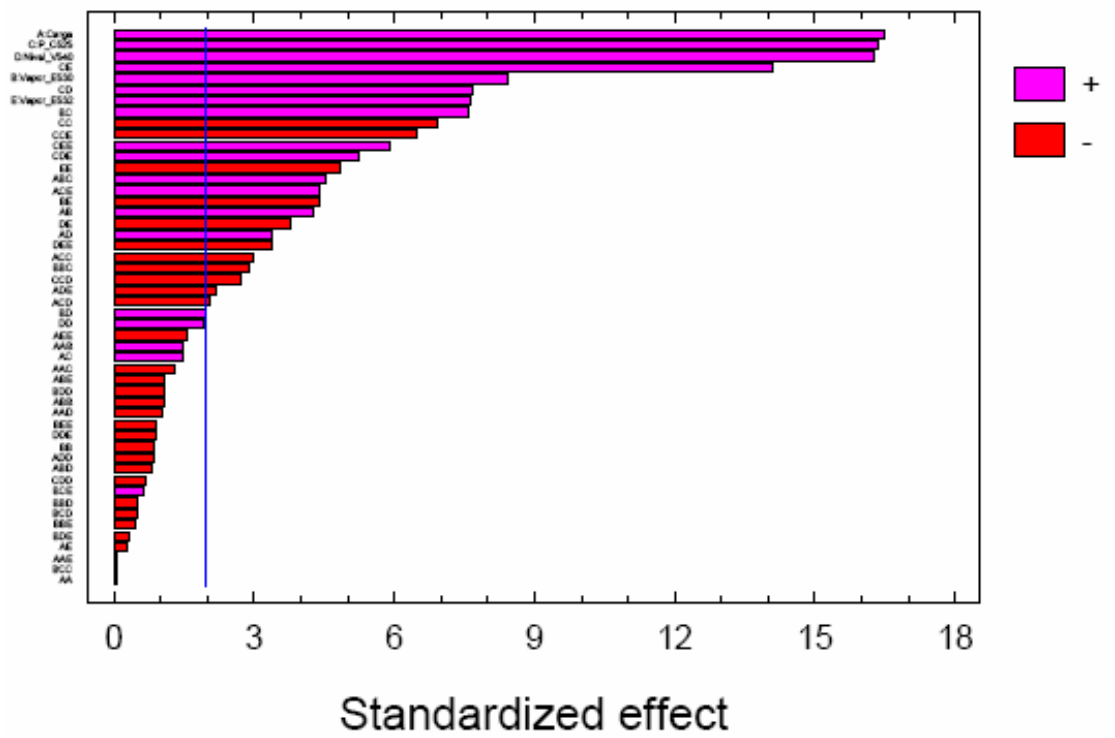


Figura No. 17. Gráfico de Pareto estandarizado para la corriente, 723.

Situación similar se presenta en la figura No. 18, la cual presenta el gráfico de probabilidad normal para los efectos:

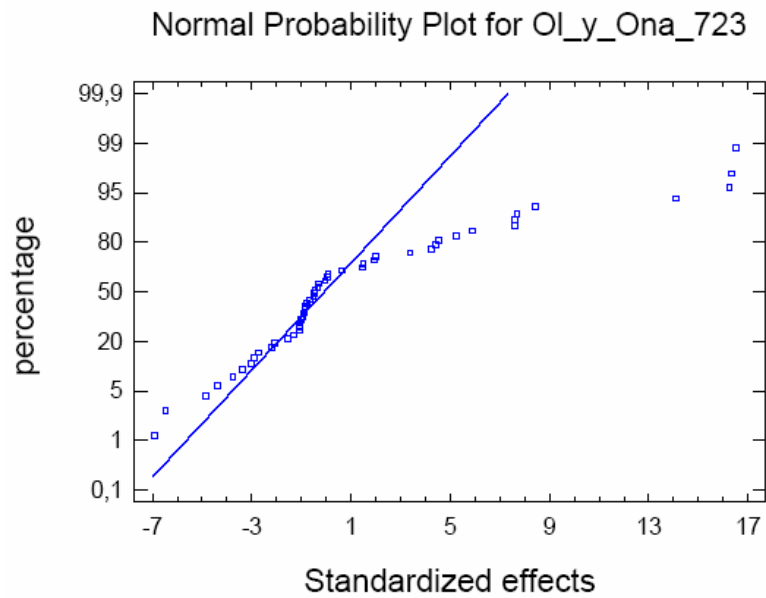


Figura No. 18. Gráfico de probabilidad normal para los efectos de la corriente, 723.

En la figura No. 19 se presentan los gráficos correspondientes a los efectos principales:

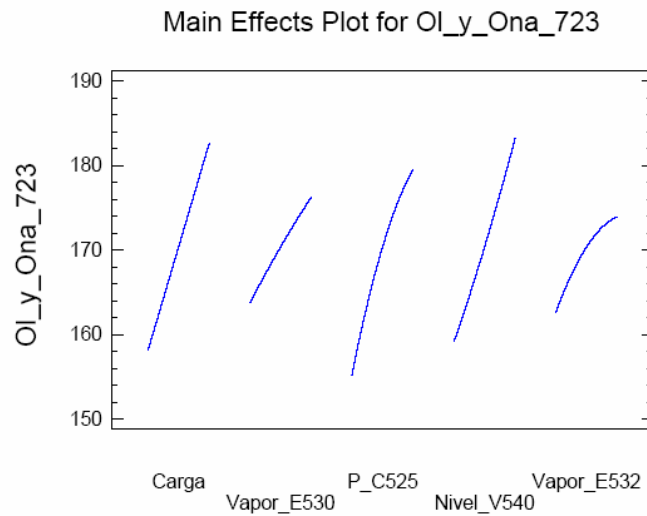


Figura No. 19. Gráfico de los efectos principales para la corriente, 723

El gráfico anterior muestra un efecto cuadrático importante en los siguientes efectos: presión de la columna, C 525 y vapor al rehervidor, E 532.

A continuación se presenta el gráfico de las interacciones entre los factores que se analizan:

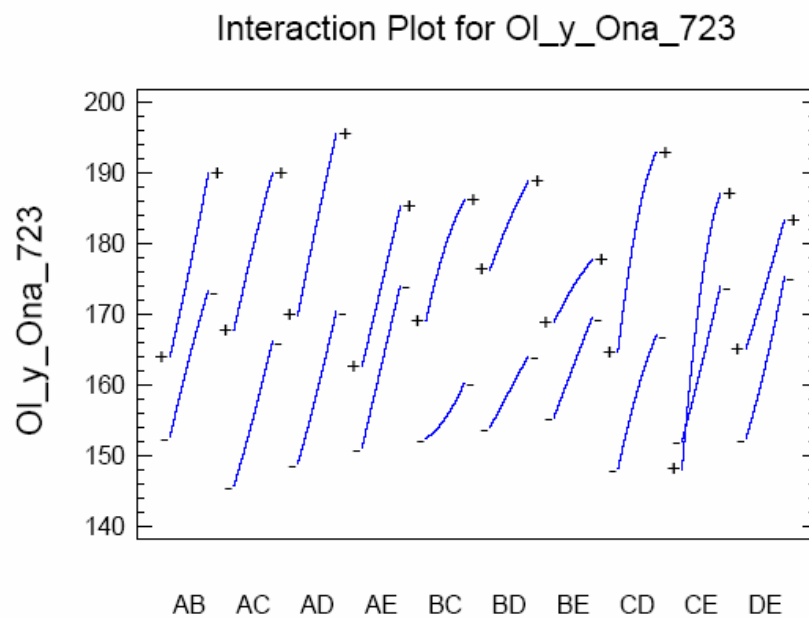


Figura No. 20. Gráfico de las interacciones de primer orden para la corriente, 723.

Esta figura muestra la existencia de interacciones importantes entre algunos de los factores analizados, por ejemplo: CE y DE.

En la figura No. 21 se presenta el gráfico de residuos contra valores predichos:

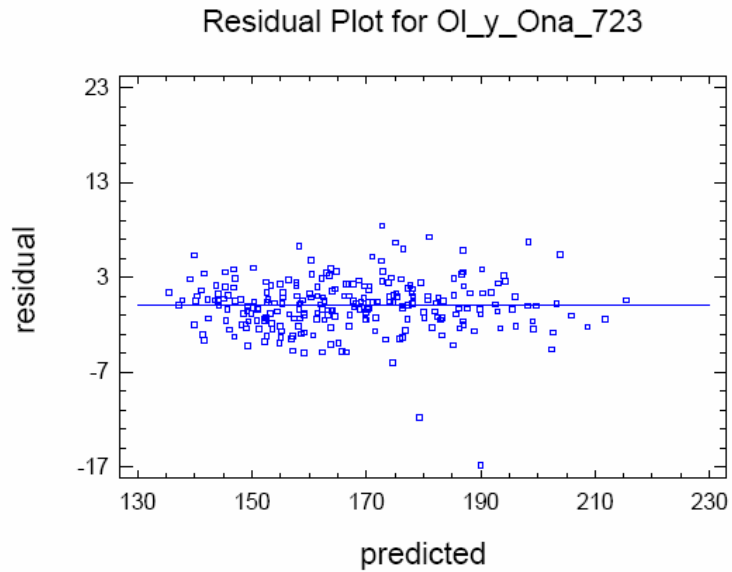


Figura No. 21. Gráfico de Residuos contra valores predichos para la corriente, 723.

Aquí no se observan problemas que afecten en alguna medida la normalidad y/o la varianza del experimento.

Con los veintiséis (26) efectos significativos se puede plantear la siguiente ecuación:

$$\begin{aligned}
 F_{Ol\_y\_Ona} = & k + k_1x_A + k_2x_B + k_3x_C + k_4x_D + k_5x_E + k_6x_Ax_B + k_7x_Ax_D + k_8x_Bx_C + k_9x_Bx_D + \dots \\
 & \dots + k_{10}x_Bx_E + k_{11}x_C^2 + k_{12}x_Cx_D + k_{13}x_Cx_E + k_{14}x_Dx_E + k_{15}x_E^2 + k_{16}x_Ax_Bx_C + \dots \\
 & \dots + k_{17}x_Ax_C^2 + k_{18}x_Ax_Cx_D + k_{19}x_Ax_Cx_E + k_{20}x_Ax_Dx_E + k_{21}x_B^2x_C + \dots \\
 & \dots + k_{22}x_C^2x_D + k_{23}x_C^2x_E + k_{24}x_Cx_Dx_E + k_{25}x_Cx_E^2 + k_{26}x_Dx_E^2 + \dots \\
 & \dots + k_{27}x_Bx_Cx_D + k_{28}x_Bx_Cx_E
 \end{aligned} \tag{13}$$

Donde las variables codificadas son:

- $x_A$ , carga de ciclohexano al S 528.
- $x_B$ , Flujo de vapor al E 530.
- $x_C$ , Presión de la C 525.
- $x_D$ , Control de nivel de la V 540.

$x_E$ , Flujo de vapor al E 532.

Estas variables están codificadas y varían dentro del intervalo [-1,1].

Los coeficientes de regresión son:

<b>Coeficiente</b>	<b>Tratamiento/Interacción</b>	<b>Valor</b>
k		170,657
k <sub>1</sub>	A	11,0165
k <sub>2</sub>	B	6,04475
k <sub>3</sub>	C	11,5216
k <sub>4</sub>	D	5,19778
k <sub>5</sub>	E	1,28694
k <sub>6</sub>	AB	1,02593
k <sub>7</sub>	AD	2,30204
k <sub>8</sub>	BC	2,30204
k <sub>9</sub>	BD	0,598981
k <sub>10</sub>	BE	-1,32824
k <sub>11</sub>	CC	-2,9616
k <sub>12</sub>	CD	2,32713
k <sub>13</sub>	CE	4,26546
k <sub>14</sub>	DE	-1,14176
k <sub>15</sub>	EE	-2,07216
k <sub>16</sub>	ABC	0,171944
k <sub>17</sub>	ACC	-1,57426
k <sub>18</sub>	ACD	-2,18838
k <sub>19</sub>	ACE	-1,75125
k <sub>20</sub>	ADE	-0,810833
k <sub>21</sub>	BBC	0
k <sub>22</sub>	CCD	0
k <sub>23</sub>	CCE	0
k <sub>24</sub>	CDE	-2,87157
k <sub>25</sub>	CEE	3,09361
k <sub>26</sub>	DEE	-1,77046
k <sub>27</sub>	BCD	-2,93435
k <sub>28</sub>	BCE	-4,90083

Tabla 17. Coeficientes de regresión para el modelo de la ecuación No. 12.



El estadístico R-squared para la ecuación No. 2 indica que el modelo ajustado explica el 97,031% de la variabilidad del Anol y la Anona en la corriente 723. El estadístico R-squared ajustado, que es más adecuado para comparar modelos con diferente número de variables independientes tiene un valor de 96,6737%. El error medio absoluto (MAE), que corresponde al valor promedio de los residuos, tiene un valor de 2,21932. El Test Durbin – Watson (DWT) para los residuos, presenta un P-value menor que 0.05, que indica que es posible que exista auto correlación serial en los residuos. Para analizar esto se observará el gráfico de residuos versus el orden de la fila para ver si hay algún patrón que pueda ser visto (ver datos en el anexo No. 13), así:

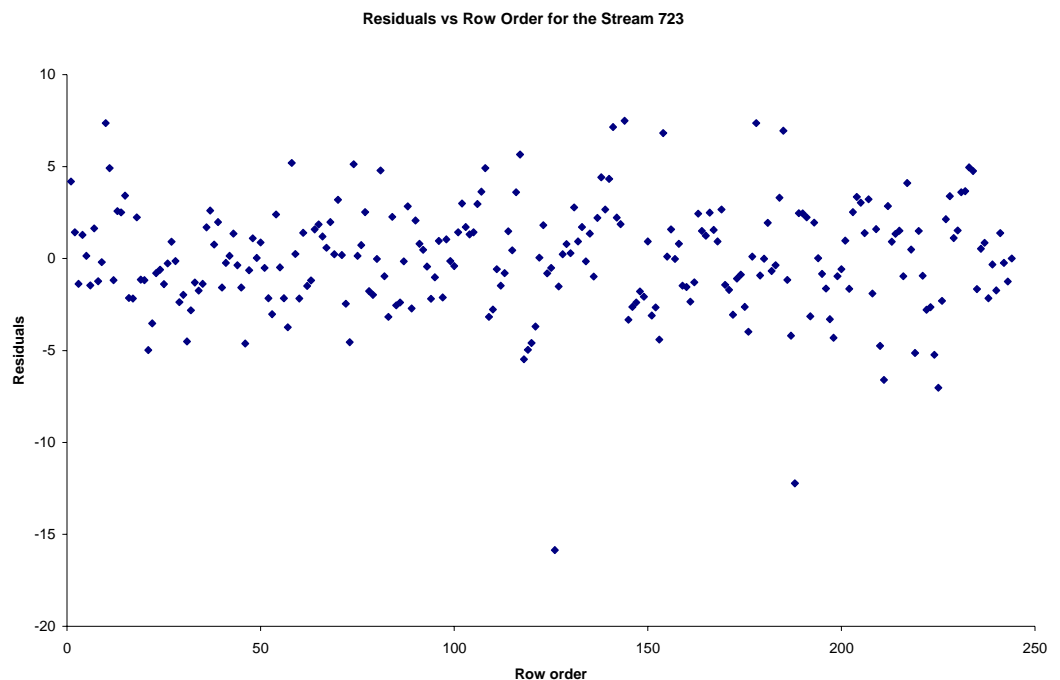


Figura No. 22. Gráfico de residuos vs orden de las filas para el experimento de la corriente 723.

La figura No. 22 no muestra ningún patrón específico que muestre correlación serial de los residuos, por lo tanto el modelo de la ecuación No. 2 será aceptado y tomado como válido.

*Teniendo en cuenta el análisis anterior, se puede concluir que la ecuación No. 12 representa con una muy buena aproximación (96.7 %) la variabilidad observada en el contenido de Anol y Anona que se alimenta al Cooling Scrubber.*

En el anexo No. 14 se presentan detalles adicionales relacionados con el análisis del experimento para la corriente, 723.

#### **4.4. OPTIMIZACION**

Una vez obtenidas las ecuaciones No. 11 y 12, se procedió a buscar una estrategia de optimización eficiente para obtener los mínimos de este problema. Aquí se consideraron algunos procedimientos heurísticos tales como algoritmos evolutivos y algunas estrategias de optimización clásica como los métodos primal dual afín factible, Merhotra, etc.; sin embargo, como se verá más adelante, la mejor estrategia resultó ser realizar la optimización con el Solver de Excel, debido fundamentalmente a la facilidad con la que el modelo y las restricciones pueden ser programados en una hoja de cálculo de este tipo.

4.4.1. Definición del Problema. El problema consiste en determinar la combinación de tratamientos, que hacen que las ecuaciones No. 12 y 13 se obtengan valores mínimos del Ciclohexanol y la Ciclohexanona

enviados a la sección de oxidación de la planta de ciclohexanona vía DHC y Cooling Scrubber respectivamente. Ambas optimizaciones están sujetas a las siguientes restricciones:

$$\begin{aligned}
 -1 &\leq x_A \leq 1 \\
 -1 &\leq x_B \leq 1 \\
 -1 &\leq x_C \leq 1 \\
 -1 &\leq x_D \leq 1 \\
 -1 &\leq x_E \leq 1
 \end{aligned}
 \tag{13}$$

Donde,

$x_A$ , carga de ciclohexano al S 528.

$x_B$ , Flujo de vapor al E 530.

$x_C$ , Presión de la C 525.

$x_D$ , Control de nivel de la V 540.

$x_E$ , Flujo de vapor al E 532.

Estas variables están codificadas y varían dentro del intervalo  $[-1,1]$ . El significado de la codificación es como sigue:

$$\begin{aligned}
 y_A &= 3500x_A + 97500 \\
 y_B &= 250x_B + 10750 \\
 y_C &= 0.5x_C + 2.9 \\
 y_D &= \frac{7x_D + 13}{2} \\
 y_E &= 150x_E + 1050
 \end{aligned}
 \tag{14}$$

Donde,

$y_A$ , carga de ciclohexano al S 528, kg/h

$y_B$ , Flujo de vapor al E 530, kg/h

$y_C$ , Presión de la C 525, kg/cm<sup>2</sup> (g)

$y_D$ , Control de nivel de la V 540, %

$y_E$ , Flujo de vapor al E 532, kg/h

4.4.2. Optimización de la Corriente 706B (alimento a la DHC). Para realizar la optimización inicialmente se programaron las ecuaciones No. 11 y 13 en Excel de la siguiente manera:

- i. Se programa la ecuación No. 11 utilizando un esquema en el que los elementos que la constituyen se encuentran en las filas y la ecuación se determina sumando las mismas sobre una misma columna, como se muestra en la siguiente tabla:

No.	Factor	Coefficiente de Regresión	Elemento
	Constante	316,374	316,374
1	A	12,6282	-12,6282
2	B	6,03	-6,03
3	C	4,08864	-4,08864
4	D	-10,6356	-10,6356
5	E	-2,34093	-2,34093
6	AA	-1,64679	-1,64679
7	AB	4,10111	4,10111
8	AC	-4,19417	-4,19417
9	AE	0,826389	-0,826389
10	BB	-2,53605	-2,53605
11	BC	6,59926	6,59926
12	BE	-1,7825	1,7825
13	CC	-6,36531	-6,36531
14	CD	1,13648	-1,13648
15	CE	3,35491	-3,35491
16	DE	-0,6225	-0,6225
17	EE	-0,809012	-0,809012
18	ABC	-0,100463	0,100463
19	AAC	0	0
20	ACC	-1,60583	1,60583
21	ACE	-0,365787	-0,365787
22	ADE	-0,901111	0,901111
23	BBC	0	0

No.	Factor	Coefficiente de Regresión	Elemento
24	BCC	1,47759	-1,47759
25	BCD	-2,37856	-2,37856
26	BCE	-3,57606	-3,57606
27	CCE	0	0
28	CEE	1,70046	-1,70046
29	AEE	-0,841389	0,841389
30	ACD	-0,918981	-0,918981
31	CDE	-1,12139	1,12139
		<b>f(X<sub>A</sub>,X<sub>B</sub>,X<sub>C</sub>,X<sub>D</sub>,X<sub>E</sub>)</b>	<b>265,795</b>

Tabla No. 18. Programación de la ecuación para la corriente, 706B en Excel.

- j. Paralelamente, se introducen los campos en los cuales las variables del proceso se unen a cada elemento de la ecuación de la tabla anterior, así:

X <sub>A</sub>	X <sub>B</sub>	X <sub>C</sub>	X <sub>D</sub>	X <sub>E</sub>
0	0	0	0	0

Tabla No. 19. Campos para las variables de la ecuación para la corriente, 706B.

- k. Seguidamente, se introdujeron las restricciones:

Restricciones				
-1	<=	X <sub>A</sub>	<=	1
-1	<=	X <sub>B</sub>	<=	1
-1	<=	X <sub>C</sub>	<=	1
-1	<=	X <sub>D</sub>	<=	1
-1	<=	X <sub>E</sub>	<=	1

Tabla No. 20. Campos para las restricciones de la ecuación para la corriente 706B.

- I. Por último, se realizó la programación final en el Solver de Excel<sup>16</sup>, así:



Figura No. 23. Solver de Excel para la ecuación de la corriente, 706B.

- m. Una vez realizados los pasos anteriores el sistema se resuelve arrojando los siguientes resultados:

$X_A$	$X_B$	$X_C$	$X_D$	$X_E$
-1	-1	-1	1	1

$Y_A$	$Y_B$	$Y_C$	$Y_D$	$Y_E$
94000	10500	2,4	10	1200

Tabla No. 21. Resultados para la optimización de la corriente 706B.

En el anexo No. 15 se presenta el resumen de los resultados de la optimización. Así mismo, en el CD adjunto se encuentra el documento en Excel titulado: Optimización tesis.xls se encuentra la hoja de calculo Opt. 706B (modelo exclude) donde aparecen los detalles de la optimización.

<sup>16</sup> Hillier & Liberman. "Investigación de Operaciones". Séptima Edición. Capítulo III, pág. 67-72.

4.4.3. Optimización de la Corriente 723. Por un procedimiento similar al descrito en el inciso anterior (8.4.3) se realizó la optimización para la corriente 723 con los siguientes resultados generales:

$X_A$	$X_B$	$X_C$	$X_D$	$X_E$
-1	-1	-1	1	1

$Y_A$	$Y_B$	$Y_C$	$Y_D$	$Y_E$
94000	10500	2,4	10	1200

Tabla No. 22. Resultados para la optimización de la corriente, 723.

En el anexo No. 16 se presenta el resumen de los resultados de la optimización. Así mismo, en el CD adjunto se encuentra el documento en Excel titulado: Optimización tesis.xls se encuentra la hoja de calculo Opt. 723 (modelo exclude) donde aparecen los detalles de la optimización.

4.4.4. Discusión sobre los resultados obtenidos. Como se puede observar en las tablas 21 y 22 la optimización del sistema arroja una sola combinación de tratamientos que minimiza ambas respuestas, así:

<b>Tratamiento</b>	<b>Unidades</b>	<b>Valor</b>
Carga de ciclohexano	kg/h	94000
Vapor al Rehervidor, E 530	kg/h	10500
Presión de la columna, C 525	kg/cm <sup>2</sup> (g)	2.4
Control de nivel de la vasija, V 540	%	10
Vapor al rehervidor, E 532	kg/h	1200

Tabla No. 23. Valores de los tratamientos que minimizan las respuestas.

Con esta la combinación de tratamientos, se obtuvieron los siguientes mínimos:

Corriente 706B: 266 kg/h

Corriente 723: 126 kg/h

Este resultado es ideal desde el punto de vista de la operación del sistema, debido a que no es necesario encontrar una solución intermedia entre los resultados de la optimización para las dos (2) corrientes objetivo (frente Pareto de soluciones), lo que involucraría la necesidad de establecer criterios adicionales para definir la combinación final de los tratamientos que permitiría optimizar las respuestas.

- 4.4.5. Aplicación de una variante de la metodología, RSM para determinar el mínimo absoluto del sistema. Una vez obtenida la combinación de tratamientos que minimiza la concentración de Ciclohexanol y Ciclohexanona para las respuestas, es necesario probar que el valor obtenido corresponde a un mínimo absoluto, para lo anterior se planteó un último experimento, el cual es un diseño rotatable<sup>17</sup> adecuado para evaluar curvatura de la superficie de respuesta y que fue planteado por primera vez por Box Behnken el se forma por una combinación de un diseño factorial con diseños de bloques incompletos. Los valores de los tratamientos se han tomado en la vecindad de los valores presentados en la tabla 23 y se muestran en la siguiente tabla:

---

<sup>17</sup> Un diseño rotatable minimiza la varianza de la respuesta predicha en un experimento.



TRATAMIENTOS A SER ANALIZADOS				
Carga al Sistema kg/h	Flujo de Vapor al E 530 kg/h	Control de Presión C 525 kg/cm <sup>2</sup> (g)	Control de Nivel V 540 % Abertura	Flujo de Vapor E 532 kg/h
94000	10500	2,4	8	1100
	10600	2,7	10	
95000	10500	2,4	8	1200
	10600	2,7	10	

Tabla No. 24. Valores de los tratamientos para el experimento Box Behnken.

La idea es demostrar que los valores de los tratamientos de la tabla 23 arrojan el mínimo absoluto de la superficie de respuesta evaluada.

El diseño del experimento y los resultados de las corridas de la simulación se muestran en el anexo No. 17.

En el anexo No. 17 se puede observar fácilmente que ninguna combinación de los tratamientos evaluados para el experimento arroja valores de la superficie de respuesta de las variables estudiadas, corrientes 706B y 723, que sean menores a los obtenidos por la combinación de tratamientos de la tabla 23. Sin embargo, esto se demostrará determinando la superficie de respuesta para cada uno de las respuestas y después minimizando la ecuación experimental encontrada.

En el anexo No 18 se presenta el análisis del experimento para cada una de las respuestas y en el anexo No. 19 se presenta la optimización de cada una de las corrientes. Los resultados de la minimización son:

Corriente, 706B:

La ecuación es:

$$F_{Ol\_y\_Ona} = k + k_1 x_A + k_2 x_B + k_3 x_C + k_4 x_D + k_5 x_E \quad (15)$$

Los coeficientes de regresión y los P-value son:

No.	Factor	P-value	Coefficiente Regresión
	Constante		284,408
1	A	0	2,1275
2	B	0,1128	0,334375
3	C	0	3,57563
4	D	0	-2,6025
5	E	0	-1,49125

Tabla 25. Coeficientes de regresión para la ecuación No. 15.

Las restricciones son equivalentes a las expresadas por la ecuación No. 13 y su significado. Para obtener las variables reales a partir de las codificadas, se utilizan las siguientes ecuaciones las cuales fueron obtenidas usando la tabla No. 23:

$$\begin{aligned} y_A &= 94500 + 500x \\ y_B &= 10550 + 50x \\ y_C &= 2,55 + 0,15x \\ y_D &= 9 + x \\ y_E &= 1150 + 50x \end{aligned} \quad (16)$$

Donde,

$y_A$ , carga de ciclohexano al S 528, kg/h

$y_B$ , Flujo de vapor al E 530, kg/h  
 $y_C$ , Presión de la C 525, kg/cm<sup>2</sup> (g)  
 $y_D$ , Control de nivel de la V 540, %  
 $y_E$ , Flujo de vapor al E 532, kg/h

La combinación de tratamientos que optimiza la ecuación (15) es:

Tratamiento	Unidades	Valor
Carga de ciclohexano	kg/h	94000
Vapor al Rehervidor, E 530	kg/h	10500
Presión de la columna, C 525	kg/cm <sup>2</sup> (g)	2.4
Control de nivel de la vasija, V 540	%	10
Vapor al rehervidor, E 532	kg/h	1200

Tabla No. 26. Valores de los tratamientos que minimizan las respuestas.

Con esta combinación de valores de los tratamientos, el valor mínimo obtenido para la corriente, 706B es 274,277 kg/h.

Corriente 723:

La ecuación es:

$$F_{Ol\_y\_ona} = k + k_1x_A + k_2x_B + k_3x_C + k_4x_D + k_5x_E \quad (17)$$

Los coeficientes de regresión y los P-value son:

Factor	P-value	Coficiente de Regresión
Constante		156,488
A	0,0018	1,45375
B	0,0171	1,065
C	0	3,49812
D	0,0001	1,96437
E	0,0007	1,60875

Tabla 27. Coeficientes de regresión para la ecuación No. 17.

Las restricciones son equivalentes a las expresadas por la ecuación No. 13 y su significado. Para obtener las variables reales a partir de las codificadas se utilizan las ecuaciones (16).

La combinación de tratamientos que optimiza la ecuación (17) es:

<b>Tratamiento</b>	<b>Unidades</b>	<b>Valor</b>
Carga de ciclohexano	kg/h	94000
Vapor al Rehervidor, E 530	kg/h	10500
Presión de la columna, C 525	kg/cm <sup>2</sup> (g)	2.4
Control de nivel de la vasija, V 540	%	8
Vapor al rehervidor, E 532	kg/h	1100

Tabla No. 28. Valores de los tratamientos que minimizan las respuestas.

Con esta combinación de valores de los tratamientos, el valor mínimo obtenido para la corriente, 706B es 146,898 kg/h.

Al comparar los valores obtenidos para las respuestas con los obtenidos en el inciso 9.4.4 se concluye que los obtenidos en ese inciso son menores por lo tanto la combinación de tratamientos ahí obtenida corresponde al mínimo global del sistema estudiado.

- 4.4.6. Corrida de los Resultados en Planta. Como se explicó al comienzo del estudio, la planta de ciclohexanona corre normalmente a máxima carga (100 % lado de aire y lado de ciclohexano). Sin embargo, debido a un problema presentado con el suministro de ciclohexano por parte del proveedor habitual, la planta tuvo que correr a cargas inferiores a la máxima; entonces se aprovechó para realizar una corrida en planta con

los datos arrojados por la optimización y los cuales están consignados en tabla No. 23. La corrida duró ocho (8) días desde 7 hasta el 15 del mes de junio de 2006.

La corrida mostró los siguientes beneficios:

- i. Operación estable del sistema de destilación.
- ii. Minimización de la concentración de ciclohexanol y ciclohexanona en las corrientes de interés<sup>18</sup> de 0.20 % a 0.05 %.
- iii. La optimización anterior, permitió obtener ahorros equivalentes a 55 kg de Ciclohexano/t de Ciclohexanona producida. Esto equivale a obtener un consumo unitario de 1,03 vs 1,085 t de Ciclohexano/t de Ciclohexanona.
- iv. Si la planta pudiese seguir operando permanentemente en las condiciones recomendadas por la optimización, esta operación representaría un ahorro de 1089 t/año de ciclohexano, las que a un costo de 1200 US\$/t representaría un ahorro neto de US\$ 1'306.000 anuales.

---

<sup>18</sup> Alimento al Cooling Scrubber y la DHC.

## 5. CONCLUSIONES

Del estudio realizado se concluye que:

- i. Es posible utilizar con éxito el software HYSYS en conjunto con la metodología de superficie de respuesta, RSM con el propósito de optimizar un proceso industrial de destilación de multicomponentes.
- ii. Es posible realizar experimentación usando una simulación de un proceso continuo.
- iii. El método de entrevistas utilizado para determinar las variables (tratamientos) que más impactan sobre la operación del sistema mostró ser efectivo; puesto que durante las simulaciones y la corrida en planta la manipulación de estas variables y no otras son determinantes para la buena operación del sistema.
- iv. La metodología propuesta, sirve para determinar cual es la capacidad máxima de operación de un sistema sin perder las características para las cuales fue diseñado.
- v. El sistema en estudio se encuentra embotellado, de manera que operaciones a cargas superiores a 94000 kg/h de ciclohexano, ocasionarán que la separación (ciclohexano de los productos de interés) que logra el sistema se vea afectada ostensiblemente.

- vi. Como consecuencia de lo anterior, las condiciones de operación óptimas del sistema en estudio son:

<b>Tratamiento</b>	<b>Unidades</b>	<b>Valor</b>
Carga de ciclohexano	kg/h	94000
Vapor al Rehervidor, E 530	kg/h	10500
Presión de la columna, C 525	kg/cm <sup>2</sup> (g)	2.4
Control de nivel de la vasija, V 540	%	10
Vapor al rehervidor, E 532	kg/h	1200

Tabla No. 29. Condiciones de operación óptimas para el sistema.

- vii. Pese a que algunos de los resultados obtenidos durante el estudio, sugirieron algún tipo de correlación en los datos, las pruebas realizadas en el campo estadístico y en la corrida en planta mostraron que esta posibilidad no afecta los resultados finales obtenidos para la optimización del sistema.
- viii. La inclusión de un precalentador de reflujos en el sistema en estudio, permite obtener ahorros de vapor con respecto al caso base de 7130 t/año (US\$ 60.500) de vapor de media presión y una pérdida de eficiencia expresada como mayor consumo de ciclohexano de 64.000 t/año (US\$ 77.000). Como se observa hay una pérdida neta de US\$ 16.500 anuales por lo cual esta alternativa en principio no parece atractiva; lo que sucede es que sí con ella el sistema puede operar establemente a la máxima carga posible (101.000 kg/h) la pérdida neta mencionada antes se compensa con los ahorros que se obtendrían por menor consumo de ciclohexano.

- ix. Los modelos obtenidos mediante la aplicación de la metodología de superficie de respuesta pueden ser minimizados de manera efectiva utilizando el SOLVER de Excel.



## **6. RECOMENDACIONES**

Después de haber realizado este trabajo y de revisar la información disponible a nivel de publicaciones en las áreas de simulación de procesos continuos la recomendación fundamental es la promover la realización de estudios de esta naturaleza aplicados a las diferentes industrias de la región.

Debido a que el sistema de destilación de multicomponentes se encuentra embotellado, se recomienda estudiarlo con el propósito de determinar las modificaciones requeridas para desembotellarlo.

## 7. BIBLIOGRAFÍA

- [1] *Optimization of the ACC Facility using LINGO and ASPEN.*
- [2] Mathijssen Andreas. *Experimental Validation of the Steady-state Simulation of an Industry-sized Distillation Column.* University of Texas at Austin. April 2005.
- [3] Karacan F., Ozden U y S. Karacan. *Optimization of Manufacturing Conditions for Activated Carbon from Turkish Lignite by Chemical Activation using Response Surface Methodology.* General Directorate of Mineral Research and Exploration, Department of Mineral Analysis and Technology, University Ankara, Turkey. 2004.
- [4] Prat Albert, Tort Xavier. *Case Study: Experimental Design in a Pet Food Manufacturing Company.* Center for Quality and Productivity Improvement University of Wisconsin, Madison. Report number 37, 1989.
- [5] Leesawat, Laopongpaisan y Sirethunyalug. *Optimization of Direct Compression Aspirin Tablet Using Statistical Mixture Design.* Department of Pharmaceutical Science, Faculty of Pharmacy, Chiang Mai University. Chiang Mai 50200, Thailand. CMU Journal (2004) Vol. 3. (2), page 97.
- [6] Ankenman, Bisgaard y Osswald. *Experimental Optimization of Computer Models.* Center for Quality and Productivity Improvement. University of Wisconsin. Madison, Wisconsin 53707. Report No. 87, July 1992.
- [7] Tor-Martin, Tveit. *Experimental design methods and flow sheet synthesis of energy systems.* Energy Engineering and Environmental Protection, Helsinki University of Technology, Finland. Applied Thermal Engineering, 25, 2-3 (2005), 283 – 293.
- [8] Prieto, Okumoto, Takashima, Katsura, Mizuno, Prieto y Gay. *Nonthermal plasma reactors for the production of light hydrocarbon olefins from heavy oil.* Brazilian Journal of Chemical Engineering. Vol. 20 No. 1 Sao Paulo Jan. /Mar. 2003.

[9] Duarte, Neto, Lisboa, Santana, Barrozo y Murata. *Experimental study and simulation of mass distribution of the covering layer of soybean seeds coated in a spouted bed*. Brazilian Journal of Chemical Engineering. Vol. 21, No. 1 Sao Paulo Jan./Mar. 2004.

[11] Montgomery Douglas C. *Diseño y Análisis de Experimentos*. Grupo Editorial Iberoamérica. 2da Edición en Español 1991.

[12] Aspen Technology Inc. *Hysys 2004.1 User Guide*. April 2005.

[13] Hillier S. Frederick, Lieberman J. Gerald. *Investigación de Operaciones*. Séptima edición. Editorial Mc. GrawHill. Capítulo 3, pág. 67 – 73.

## **ANEXOS**