

ESTIMACIÓN DE CALIDAD EN POLÍMEROS EMPLEANDO SENSORES VIRTUALES

MOLECULAR WEIGHT DISTRIBUTION ESTIMATION IN BATCH POLYESTERIFICATION USING A MODEL- BASED SOFT SENSOR

HUGO HERNÁNDEZ G.

Ing. Químico M.Sc., Andercol S.A., Medellín, hernandez@andercol.com.co

JAIME AGUIRRE C.

Profesor Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Minas, Medellín jaguirre@unalmed.edu.co

Recibido para revisión 14 de Agosto de 2004, aceptado 28 de Marzo de 2005, versión final 29 de Abril de 2005

RESUMEN: En el presente trabajo se plantea una metodología para el desarrollo de sensores virtuales basados en modelos fenomenológicos para la estimación de propiedades de calidad de productos químicos. Se presenta un ejemplo de aplicación del desarrollo de un sensor virtual para estimación de distribución de pesos moleculares durante la poliesterificación de un diácido carboxílico con un diol (A-A/B-B) en un reactor discontinuo de tanque agitado. Los resultados obtenidos demuestran que es posible utilizar un sensor virtual basado en modelos como elemento sensor de un sistema de control automático de calidad. El error obtenido con el sensor virtual es comparable al error obtenido mediante sensores físicos, con la ventaja que la señal del sensor virtual estaría disponible en línea y en tiempo real.

PALABRAS CLAVE: Sensor virtual, Calidad, Polímeros, Distribución de pesos moleculares, Control de procesos.

ABSTRACT: In this paper, a methodology for the development of a first principles model based soft sensor is proposed for the estimation of quality properties of chemical products. A practical example is presented where a soft sensor is developed to estimate the molecular weight distribution of a polymer during the polyesterification of a carboxylic diacid and a diol (A-A/B-B) in a stirred-tank batch reactor. Results obtained in the validation stage show that it is possible to employ a model-based soft sensor as the input element of an automatic quality control system. The estimation error of the soft sensor is comparable to the measurement error of physical sensors currently available, but the former has the advantage of providing on-line and real-time measurements.

KEYWORDS: Soft sensor, Quality, Polymers, Molecular weight distribution, Process control.

1. INTRODUCCIÓN

Ante el continuo crecimiento de la industria de polímeros a nivel mundial, las exigencias del mercado por obtener productos cada vez más competitivos, de mejor calidad y con

mayor homogeneidad lote a lote, ha propiciado la búsqueda de formas cada vez más eficientes de controlar el proceso y la calidad del producto. Una de las técnicas más prometedoras para asegurar la calidad de los polímeros consiste en el uso de sensores

virtuales, es decir, de algoritmos de estimación de propiedades del producto a partir de mediciones del proceso y de un modelo matemático adecuado.

Los modelos matemáticos empleados en el sensor virtual pueden ser de caja negra (como por ejemplo, redes neuronales, modelos borrosos, modelos empíricos), de caja blanca (modelos fenomenológicos) o de caja gris. Los modelos de caja negra son computacionalmente muy eficientes debido a su simplicidad matemática, pero pueden llegar a ser demasiado sensibles a cambios en los parámetros del proceso, requiriendo un mantenimiento frecuente del modelo. Los modelos de caja blanca pueden llegar a ser bastante precisos, pero también demasiado complejos y difíciles de implementar a nivel industrial. Los modelos de caja gris son híbridos entre caja negra y caja blanca, que permiten obtener muy buenos resultados en la estimación de propiedades a la vez que son fáciles de implementar.

Las principales propiedades de calidad de los polímeros (viscosidad, punto de fusión, grado de polimerización, índice de refracción, propiedades de desempeño, etc.) que se deben controlar en un proceso de polimerización están relacionadas directamente con la distribución de pesos moleculares del polímero. Debido a que la distribución de pesos moleculares es muy sensible a las variaciones tanto en la carga de materias primas como a las variaciones de proceso, (p.ej., temperatura), el control de las propiedades finales del polímero resulta bastante difícil especialmente si no se cuenta con mediciones confiables en línea y en tiempo real de dicha distribución.

En el presente artículo se exponen los principales aportes relacionados con la estimación de propiedades de calidad, se propone una metodología para el desarrollo de sensores virtuales adecuados para la estimación de propiedades de calidad y se presenta un ejemplo de aplicación para la estimación de distribución de pesos moleculares en procesos de poliesterificación discontinuos.

2. ESTADO DEL ARTE

La falta de mediciones en línea confiables y de fácil acceso a partir de las cuales se puedan inferir las propiedades de los polímeros, ha motivado considerables esfuerzos en tres direcciones principales (*Soroush y Kravaris, 1993*)

- El desarrollo de nuevos sensores en línea.
- El desarrollo de técnicas de estimación de estados capaces de predecir propiedades de los polímeros, a partir de mediciones fuera de línea.
- El estudio y el entendimiento de relaciones cuantitativas y cualitativas entre mediciones en línea disponibles como densidad, viscosidad, índice de refracción, y ciertas características de los polímeros como grado de polimerización y peso molecular promedio, para desarrollar sensores virtuales.

Assis y Filho (2000) definen un sensor virtual como la asociación de sensores tradicionales (hardware) con un algoritmo de estimación (software), con el fin de proporcionar estimaciones en línea de variables no medidas, de variables con tiempos muertos en la medición, o de parámetros de un modelo.

El primer trabajo exitoso sobre inferencia en línea de propiedades de calidad de polímeros fue presentado por *McAuley y MacGregor (1991)*. Ellos propusieron un método para predecir el índice de fusión y la densidad en un reactor industrial de lecho fluidizado para la fabricación de polietileno basado completamente en modelos teóricos que relacionaban las propiedades de calidad con las condiciones de operación del reactor. *Soroush y Kravaris (1993)* propusieron una correlación para inferir y controlar la conversión de una reacción de polimerización de metil metacrilato a partir de mediciones de densidad y temperatura. *Tsen et al. (1996)* presentaron una estrategia de control predictivo de calidad en reactores de polimerización discontinuos empleando modelos híbridos de redes neuronales artificiales, con el fin de cuantificar con precisión los efectos de las impurezas en la calidad final del producto en reacciones de polimerización.

Muchos problemas de control han sido reformulados con énfasis en la calidad final del producto (*Russell et al., 2000*). El principal problema es que en muchas industrias las mediciones en línea de las variables de calidad de interés no se encuentran disponibles, y por lo tanto el control retroalimentado resulta inútil. En estos casos es necesario recurrir a técnicas de control inferencial basadas en modelos de calidad. El modelo de calidad es la relación matemática entre las propiedades finales del producto y las variables de proceso. Generalmente es empleado junto con una técnica de filtración de señales para estimar la calidad de los productos en línea. Una vez que se posee un modelo de predicción de calidad en línea, éste puede utilizarse para monitorear la calidad del producto final y calcular las acciones de control requeridas para obtener las especificaciones de calidad.

Oshima y Tanigaki (2000) proponen que el uso del control de calidad basado en sensores virtuales puede llegar a convertirse en la mayor ventaja competitiva en la industria de polímeros ya que permitiría obtener productos de excelente calidad, de manera consistente y a más bajos costos. Ellos presentan un ejemplo de aplicación de una planta de producción continua de polietileno. *Özkan et al. (2001)* afirman que es posible lograr un incremento significativo de la rentabilidad y un mejoramiento de la operación de una planta de producción de polímeros mediante el desarrollo e implementación de la estimación de estados, la optimización de procesos y el control predictivo basado en modelos. *Rallo et al. (2002)* desarrollaron un sensor virtual empleando redes neuronales para la predicción de la calidad en polietileno de baja densidad, a partir de la medición de variables de proceso.

Yi et al. (2003) emplearon un método patentado de estimación de propiedades de polímeros fabricados en reactores continuos (*Lee et al. 2002*) para desarrollar una estrategia óptima para efectuar transiciones de calidad en la producción de polietileno de alta densidad. *Hanai et al. (2003)* desarrollaron un modelo basado en redes

neuroborrosas y en algoritmos genéticos para estimar ciertas propiedades del polibutadieno tales como el índice de polidispersidad, y el grado de polimerización.

3. METODOLOGÍA PROPUESTA

Para obtener un sensor virtual basado en modelos para obtener estimaciones confiables, “en línea” y “en tiempo real” de propiedades de calidad, se propone el empleo de la siguiente metodología de trabajo:

- a) Definir el proceso y el sistema de interés.
- b) Identificar las consideraciones básicas para el modelamiento.
- c) Formular el modelo basado en principios fenomenológicos.
- d) Obtener el modelo de sensor virtual, es decir, los algoritmos de estimación simplificados obtenidos a partir del modelo fenomenológico.
- e) Diseñar los experimentos de validación (pueden ser por simulación o por experimentación en plantas piloto o plantas de escala industrial).
- f) Simular el modelo fenomenológico y el sensor virtual bajo las condiciones del diseño de experimentos y analizar los resultados obtenidos.
- g) Implementar el sensor virtual en la planta industrial.
- h) Realizar los ensayos de validación en planta y analizar los resultados obtenidos.

4. EJEMPLO DE APLICACIÓN: POLIESTERIFICACIÓN DISCONTINUA A-A/B-B

4.1. DESCRIPCIÓN DEL PROCESO Y DEL SISTEMA

El proceso analizado consiste en una reacción de poliesterificación entre un diol y un ácido dicarboxílico, es decir, una reacción de policondensación tipo A-A/B-B. Este tipo de reacción se seleccionó considerando que no se encontraron referencias de sensores virtuales para policondensación, sino únicamente para procesos de poliadición.

El equipo empleado para llevar a cabo el proceso consiste en:

- Un reactor discontinuo agitado con una camisa externa para calentamiento con

aceite térmico y un serpentín interno para enfriamiento con agua de torre (de esta manera se garantiza el control de temperatura).

- Un condensador parcial para la rectificación de los vapores generados en el reactor.
- Un condensador total para asegurar la separación del agua de reacción.
- Un separador para retirar el agua de reacción y retornar el alcohol al reactor.

En la Figura 1 se presenta un diagrama del sistema.

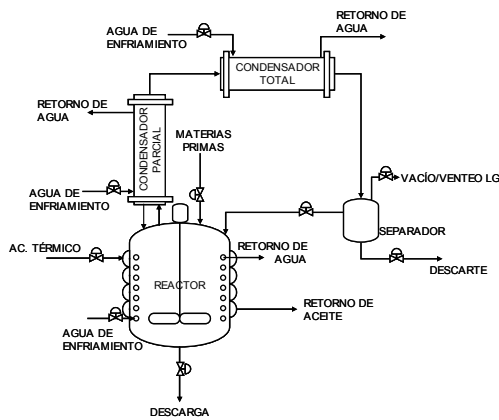


Figura 1. Reactor discontinuo de poliesterificación

Figure 1. Polyesterification Batch Reactor

El proceso consta de las siguientes etapas básicas:

- Carga de materias primas: Consiste en la carga del diol y del diácido al reactor. Es la única carga durante todo el proceso.
- Calentamiento: Consiste en obtener la temperatura de esterificación deseada en el reactor, empleando para ello el sistema de calentamiento con aceite térmico.
- Reacción: Es la formación del polímero. Durante esta etapa se retira el agua de esterificación para favorecer el avance de la reacción. El final de esta etapa está determinado por la obtención de las propiedades fisicoquímicas o de desempeño deseadas del polímero.
- Enfriamiento: Consiste en reducir la temperatura en el reactor para detener la polimerización. Se realiza empleando el

sistema de enfriamiento con agua de torre.

- Descarga: Es la entrega del producto terminado, ya sea a un tanque de almacenamiento, a la zona de envasado, o a otra etapa de procesamiento.

4.2. CONSIDERACIONES BÁSICAS

Con el ánimo de formular el modelo fenomenológico logrando una representación sencilla del proceso pero con muy buena aproximación a la realidad, se realizan las siguientes consideraciones:

- Se supone que existe retiro perfecto de agua durante la etapa de reacción. De esta manera, es posible considerar que todas las reacciones de poliesterificación son irreversibles.
- Se supone mezcla perfecta en el reactor, ya que los tiempos de mezclado son mucho más cortos que los tiempos de reacción.
- A partir de resultados experimentales (*Odian, 1970*), se considera que la cinética de la reacción no catalítica es de tercer orden, de primer orden con respecto al alcohol y de segundo orden con respecto al ácido.
- Para asegurar un mayor avance de reacción se emplea un reactivo en exceso. Como los alcoholes son, en general, mucho más volátiles que los ácidos, se considera que el reactivo límite siempre será el ácido dicarboxílico. Esta suposición garantiza además un mejor retiro de agua, ya que el exceso de alcohol actúa como solvente de arrastre.
- Se considera que la energía de activación y el factor preexponencial de la ecuación de Arrhenius son los mismos para todas las reacciones de poliesterificación que ocurren en el proceso. Esta suposición es apoyada por resultados experimentales (*Odian, 1970*) así como por la teoría molecular de Hartree-Fock (*Leach, 1996*).
- La densidad del ácido y del alcohol se considerarán constantes durante el proceso y la densidad del polímero se determinará considerando siempre volúmenes aditivos.

- El modelo propuesto considera que los pesos moleculares del ácido y del alcohol son significativamente diferentes. Esto quiere decir que el ácido y el alcohol no se comportarán como una misma unidad monomérica.
- El proceso se considera no isotérmico.

4.3. FORMULACIÓN DEL MODELO FENOMENOLÓGICO

Las ecuaciones que describen fenomenológicamente el comportamiento de este proceso se deducen a partir de balances de masa y de moles, y de algunas ecuaciones constitutivas.

4.3.1. Balance de masa

La disminución en la masa del reactor por unidad de tiempo es igual al flujo másico de agua de reacción retirado del sistema, que a su vez es igual a la velocidad de formación de agua de reacción, ya que se supone retiro perfecto de agua:

$$\frac{dM_{\text{Reactor}}}{dt} = -m_{\text{agua retirada}} = -\frac{r_{\text{Formación de agua}}}{M_{w \text{ agua}}} \quad (1)$$

4.3.2. Balance de moles

La variación en el número de moles por unidad de tiempo para cada una de las especies químicas presentes en el reactor es igual a la sumatoria de todas las moles de dicha especie formadas a partir de especies más pequeñas menos la sumatoria de todas las moles de dicha especie consumidas para formar especies de mayor tamaño.

$$\frac{dn_i}{dt} = \frac{1}{2} \sum_{j=1}^{i-1} \frac{kn_{i-j}n_j}{V^2} [H^+] - \sum_{k=1}^{\infty} \frac{kn_i n_k}{V^2} [H^+] \quad (2)$$

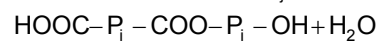
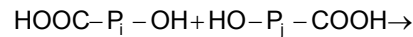
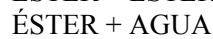
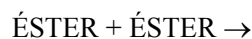
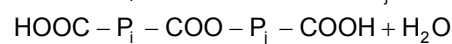
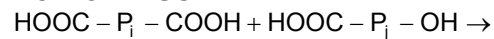
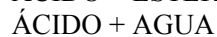
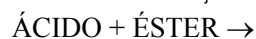
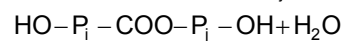
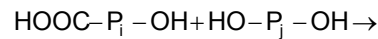
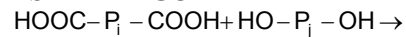
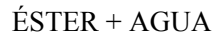
En la ecuación anterior se observa la cinética de tercer orden: un orden por la concentración de cada especie que reacciona y otro por la concentración de ácido total $[H^+]$. El término cinético k es igual a $k_0 e^{-\frac{E_a}{RT}}$, siendo k_0 el factor de choque de la reacción, E_a la energía de activación, R la constante universal de los gases y T la temperatura en el reactor.

4.3.3. Reacciones de poliesterificación

Existen cuatro tipos básicos de moléculas presentes en el sistema:

- Especies tipo ácido: Dos grupos carboxílicos terminales.
- Especies tipo alcohol: Dos grupos hidroxilos terminales.
- Especies tipo éster: Un grupo carboxílico y un grupo hidroxilo terminales.
- Agua.

En este proceso ocurren cuatro tipos básicos de reacciones de poliesterificación:



Donde P_i y P_j indican cadenas de poliéster compuestas por i y j unidades monoméricas respectivamente.

4.3.4. Distribución de pesos moleculares

La distribución de pesos moleculares de un polímero se puede representar de diferentes maneras. Entre ellas están los diversos tipos de pesos moleculares promedios y el índice de polidispersidad.

Peso molecular promedio en número. Es el resultante de sumar el peso molecular de cada molécula de polímero y dividirlo entre el número total de moléculas presentes en la masa. El peso molecular promedio en número representa el avance de la reacción de polimerización.

$$\bar{M}_n = \frac{\sum_{i=1}^{\infty} n_i M_{wi}}{\sum_{i=1}^{\infty} n_i} = \frac{L_1}{L_0}$$

(3)

L_0 es el “momento cero del polímero” y equivale al número total de moléculas. L_1 es el “primer momento del polímero” y corresponde a la masa total.

Peso molecular promedio en peso. Es el promedio ponderado de los pesos moleculares de los polímeros con base en la fracción másica de los mismos.

$$\bar{M}_w = \frac{\sum_{i=1}^{\infty} n_i M_{wi}^2}{\sum_{i=1}^{\infty} n_i M_{wi}} = \frac{L_2}{L_1}$$

L_2 es conocido como el “segundo momento del polímero” pero no tiene significado físico como los otros dos momentos descritos anteriormente.

Índice de polidispersidad. El índice de polidispersidad es una medida del grado de dispersión de un polímero. Se define como el cociente entre el peso molecular promedio en peso y el peso molecular promedio en número. Cuando el índice de polidispersidad es igual a 1, entonces todas las especies poliméricas en la masa tienen el mismo peso molecular y en este caso no existe dispersión. Cuanto más grande es el índice de polidispersidad mayor es la dispersión en la distribución de pesos moleculares del polímero.

$$Q = \frac{\bar{M}_w}{\bar{M}_n} = \frac{L_2 \cdot L_0}{L_1^2}$$

Peso molecular promedio en viscosidad. Es una forma de expresar el peso molecular que está directamente relacionada con la viscosidad en solución del polímero y que se utiliza para medir experimentalmente distribuciones de pesos moleculares. La constante a es propia del sistema polímero-solvente empleado.

$$\bar{M}_v = \left(\frac{\sum_{i=1}^{\infty} n_i M_{wi}^{(1+a)}}{\sum_{i=1}^{\infty} n_i M_{wi}} \right)^{\frac{1}{a}} = \left(\frac{L_a}{L_1} \right)^{\frac{1}{a}} \quad (6)$$

En este caso L_a corresponde al “momento a -ésimo del polímero”.

4.3.5. Modelo de calidad

En la mayoría de las aplicaciones de los polímeros, la viscosidad es una medida importante de la calidad del polímero ya que está directamente relacionada con el grado de polimerización y con el grado de dispersión de pesos moleculares. Un método muy empleado para relacionar la viscosidad con el peso molecular del polímero, consiste en emplear la ecuación de Mark-Houwink (*Schork et al., 1993*):

$$[\mu] = K^1 \cdot \bar{M}_v^a \quad (7)$$

En esta ecuación $[\mu]$ representa la viscosidad intrínseca de una solución muy diluida del polímero en un solvente específico. Los parámetros K^1 y a son característicos del sistema polímero-solvente empleados.

De otro lado la viscosidad intrínseca se define como:

$$[\mu] = \frac{\mu - \mu_0}{c \mu_0} \quad (8)$$

donde μ es la viscosidad del polímero, μ_0 es la viscosidad del solvente y c es la concentración del polímero en el solvente. De esta manera se encuentra que la viscosidad del polímero se puede expresar como:

$$\mu = (cK^1 \bar{M}_v^a + 1) \cdot \mu_0 \quad (9)$$

4.4. MODELO DE SENSOR VIRTUAL

El objetivo del sensor virtual es estimar la distribución de pesos moleculares del polímero en cualquier instante de una reacción de poliesterificación a partir de información básica del proceso. Una vez estimada la distribución de pesos moleculares será posible determinar ciertas características del polímero tales como el peso molecular promedio (en número y en peso), el índice de polidispersidad y la viscosidad.

Para la formulación del sensor virtual se propone representar la distribución de pesos moleculares en fracción molar relativa a cada uno de los tres tipos de moléculas poliméricas (ácido, alcohol y éster) empleando la siguiente ecuación:

$$x_{X,i} = (\alpha_X)^{i-1} \cdot (1 - \alpha_X) \quad (10)$$

En la que α_X es igual a la fracción molar de polímero tipo X (siendo X ácido, alcohol o éster), igual a 1 menos la fracción molar de monómero tipo X. Haciendo una analogía a la teoría de la distribución más probable de Flory (*Odian, 1970*), se podría decir que α_X corresponde a una probabilidad de reacción relativa a los grupos funcionales propios de las moléculas tipo X.

A partir de esta representación se pueden obtener las siguientes ecuaciones diferenciales que conforman el sensor virtual:

$$\frac{dN_{A,1}}{dt} = - \frac{k(t) \cdot N_{A,1} \cdot N_{T0}^2 \cdot (2P_D + P_E)(2P_A + P_E)}{V^2} \quad (11)$$

$$\frac{dN_{D,1}}{dt} = - \frac{k(t) \cdot N_{D,1} \cdot N_{T0}^2 \cdot (2P_A + P_E)^2}{V^2} \quad (12)$$

$$\frac{dN_{E,1}}{dt} = \frac{k(t) \cdot N_{T0} \cdot (2P_A + P_E)}{V^2} \cdot (2N_{A,1}N_{D,1} - N_{E,1}N_{T0}(P_A + P_D + P_E) - N_{E,1}^2) \quad (13)$$

$$\frac{dp(t)}{dt} = \frac{k(t) \cdot \left(2P_A P_D + P_A P_E + P_D P_E + \frac{P_E^2}{1 + \alpha_E} \right) \cdot (1 - p(t))}{\left[\frac{r w_{A,1} + w_{D,1}}{\rho(1+r)} - \frac{w_w 2rp(t)}{\rho_w(1+r)} \right]^2} \quad (14)$$

En las ecuaciones anteriores $N_{X,i}$ representa el número de moles del polímero tipo X de longitud i, P_X es la fracción molar de moléculas tipo X con respecto al número inicial total de moléculas, $p(t)$ es el avance de la reacción en el tiempo t, r es la relación entre moles de ácido y moles de alcohol iniciales, ρ es la densidad, $w_{X,i}$ es peso molecular y k es el coeficiente cinético de la reacción, el cual depende de la temperatura de acuerdo con la ecuación de Arrhenius.

Es importante observar que gracias a la ecuación propuesta es posible representar el comportamiento dinámico de un sistema caracterizado por cientos o miles de ecuaciones diferenciales simultáneas,

únicamente con cuatro ecuaciones diferenciales.

La estrategia propuesta de operación del sensor virtual para la estimación de viscosidad y distribución de pesos moleculares en polímeros es la siguiente:

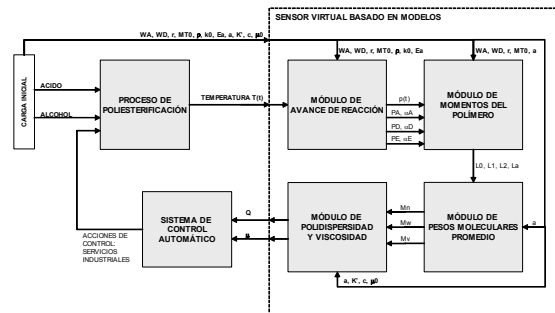


Figura 2. Representación de la operación del sensor virtual

Figure 2. Schematic operation of the model-based Soft Sensor

- Módulo de avance de reacción:**
Este módulo calcula la velocidad de avance de reacción $\frac{dp}{dt}$ a partir de las condiciones iniciales del proceso, empleando las ecuaciones 11 al 14. De esta manera se estima el valor actual del avance de reacción. Este resultado puede ser validado en línea si se tiene un sistema adecuado de medición de la masa de agua de reacción retirada, o mediante un balance de energía, estimando el calor de reacción.
- Módulo de momentos del polímero:**
En este módulo se estimarían los cuatro momentos básicos del polímero, a partir de las condiciones iniciales del proceso y del conocimiento del avance de la reacción.
- Módulo de pesos moleculares promedio:**
En este módulo se aplican las ecuaciones 3, 4 y 6 para obtener los pesos moleculares promedio en número, en peso y en viscosidad.
- Módulo de polidispersidad y viscosidad:**
Finalmente, se ejecutarían los modelos de cálculo de polidispersidad (Ecuación 5) y de viscosidad (Ecuación 9) en función de los pesos moleculares promedio del

polímero estimados en el módulo anterior y de las características del sistema polímero-solvente empleado en la determinación de la viscosidad.

Una vez obtenidos los resultados de polidispersidad y viscosidad en el sensor virtual, esta información estaría disponible para ser utilizada en una estrategia de control de calidad que permita tomar acciones preventivas y correctivas sobre el proceso, asegurando las especificaciones finales deseadas en el polímero.

4.5. SIMULACIÓN Y VALIDACIÓN DEL SENSOR VIRTUAL

Con el fin de validar el modelo de sensor virtual a partir de la simulación del modelo fenomenológico y del modelo de sensor virtual, se planteó un diseño de 50 experimentos considerando varios factores de la carga inicial (pesos moleculares, densidades, cargas al reactor, parámetros cinéticos) y un factor de proceso (temperatura). Los factores de la carga inicial fueron variados lote a lote empleando distribuciones aleatorias uniformes. El factor de proceso (temperatura) fue variado continuamente durante cada lote empleando una señal persistentemente excitante, es decir, empleando varios cambios escalonados de amplitud y duración aleatorias.

Cada una de las simulaciones realizadas alcanzó un avance de reacción entre el 88 y el 98%. Se obtuvo un error promedio de estimación del índice de polidispersidad del polímero del 2.57%, con un error máximo del 3.99%, magnitudes comparables a los errores de medición de un cromatógrafo de permeación de gas - GPC (Cooper, 1989).

En la Figura 3 pueden compararse los resultados de la estimación del índice de polidispersidad empleando el sensor virtual basado en modelos, con el comportamiento simulado por un modelo fenomenológico y el valor predicho por la teoría clásica de Flory, para una de las corridas de simulación. Puede apreciarse claramente que el sensor virtual es capaz de predecir mejor que la teoría clásica el comportamiento del índice de polidispersidad con respecto al avance de la reacción.

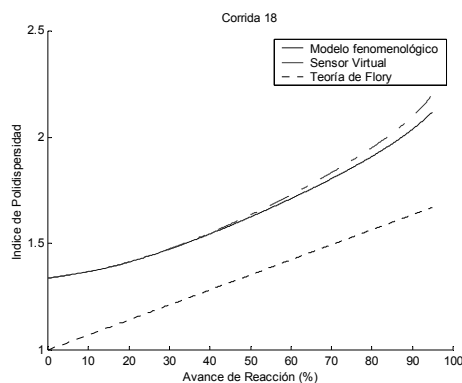


Figura 3. Validación de la estimación del índice de polidispersidad del polímero

Figure 3. Polydispersity index estimation

De los resultados obtenidos se puede concluir que el sensor virtual diseñado ofrece bajos errores de estimación empleando un modelo relativamente simple, fácil de implementar a nivel industrial. Los sensores virtuales mejoran el control de calidad de los productos fabricados, e incluso permiten optimizar los procesos.

5. CONCLUSIONES Y TRABAJOS A FUTURO

- En la actualidad, la ventaja competitiva en la industria de polímeros es dada por las tecnologías de punta, por un conocimiento más profundo de los procesos y por un control cada vez más preciso de la calidad y del costo de los productos.
- La mayor dificultad presente en el control de calidad de los polímeros es la falta de mediciones confiables en línea y en tiempo real, razón por la cual se está trabajando en el desarrollo de técnicas de estimación e inferencia de la calidad, en particular, de la distribución de pesos moleculares.
- El modelo de sensor virtual propuesto consta de 4 módulos: El módulo de avance de la reacción, que estima el avance de reacción a partir de las condiciones iniciales del proceso y de la temperatura en el reactor; el módulo de momentos del polímero, obtenidos a partir de las condiciones iniciales y del

avance de reacción estimado en el primer módulo; el módulo de pesos moleculares promedios, que emplea las estimaciones de los momentos del polímero; y el módulo de polidispersidad y viscosidad, que calcula las propiedades de calidad de interés a partir de los momentos del polímero estimados.

- De acuerdo con la estructura de sensor virtual planteada, es posible integrar el sensor virtual a un sistema automático de control de calidad que permita obtener la distribución de pesos moleculares deseada mediante la manipulación de la temperatura de reacción.
- Otros trabajos que se podrían desarrollar en el futuro son:
 - ✓ El análisis de estrategias de control, como por ejemplo control en cascada con un lazo de control de temperatura secundario, o control por anulación cuando el producto ya cumpla con la especificación de polidispersidad o de viscosidad.
 - ✓ La sintonización de controladores PID para el control de la viscosidad o de la distribución de pesos moleculares.
 - ✓ El análisis de sensibilidad de la estimación realizada por el sensor virtual a los posibles errores o a la incertidumbre en los parámetros del modelo.
 - ✓ El estudio del proceso para plantear una estrategia de control de múltiple entrada - múltiple salida (MIMO), controlando simultáneamente tanto la viscosidad como el índice de polidispersidad.

REFERENCIAS

- [1] ASSIS, A. J. y FILHO, R. M. Soft sensors Development for On-line Bioreactor State Estimation, *Comp. Chem. Eng.*, 24, 1099-1103, 2000.
- [2] COOPER, A.R. *Determination of Molecular Weight*. John-Wiley & Sons, New York, 1989.
- [3] HANAI, T. et al. Analysis of Initial Conditions for Polymerization Reaction using fuzzy neural network and genetic algorithm, *Comp. Chem. Eng.*, 27, 1011-1019, 2003.
- [4] LEE, J., KIM, W. y KIM, S. Method of *Estimating the Properties of a Polymer Product*, WIPO-PCT Patent No. WO02/16932, 2002.
- [5] LEACH, A. R. *Molecular Modelling. Principles and Applications*, Addison Wesley Longman, Singapur, 1996.
- [6] MCAULEY, K. B. y MACGREGOR, J. F. On-Line Inference of Polymer Properties in an Industrial Polyethylene Reactor, *AIChE Journal*, 37 (6), 825-835, 1991.
- [7] ODIAN, G., *Principles of Polymerization*, John Wiley & Sons, New York, 1970.
- [8] OHSHIMA, M. y TANIGAKI, M. Quality Control of Polymer Production Processes, *J. Proc. Control*, 10, 135-148, 2000.
- [9] ÖZKAN, G., et al. Nonlinear Control of Polymerization Reactor, *Comp. Chem. Eng.*, 25, 757-763, 2001.
- [10] RALLO, R., et al. Neural virtual sensor for the inferential prediction of product quality from process variables, *Comp. Chem. Eng.*, 26, 1735-1754, 2002.
- [11] RUSSELL, S. A., et al. Model-based Quality Monitoring of Batch and Semi-Batch Processes, *J. Proc. Control*, 10, 317-332, 2000.
- [12] Schork et al. *Control of Polymerization Reactors*, Marcel Dekker, New York, 1993.
- [13] SOROUSH, M. y KRAVARIS, C. Multivariable Nonlinear Control of a Continuous Polymerization Reactor: an Experimental Study, *AIChE Journal*, 39, 1920-1937, 1993.
- [14] TSEN, A.Y. et al. Predictive Control of Quality in Batch Polymerization Using Hybrid ANN Models, *AIChE Journal*, 42 (2), 455-465, 1996.
- [15] YI, H.S. et al. Plantwide Optimal Grade Transition for an Industrial High-Density Polyethylene Plant, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 42, 91-98, 2003.