

OBSERVADOR NO LINEAL ADAPTATIVO DE ALTA GANANCIA PARA PROCESOS DE COPOLIMERIZACIÓN EN EMULSIÓN

HIGH GAIN ADAPTIVE NONLINEAR OBSERVER FOR EMULSION COPOLYMERIZATION PROCESS

S. Espinoza-Salgado¹, J. Reyes-Reyes^{1*}, A. Álvarez-Castillo¹, C. M. Astorga-Zaragoza², E. Mendizabal-Mijares³ y G. Cadenas-Pliego⁴

¹Departamento de Posgrado e Investigación. Instituto Tecnológico de Zacatepec.
Calz. Instituto Tecnológico No. 27. C.P. 62780, Zacatepec, Morelos, México.

²Centro Nacional de Investigación y Desarrollo Tecnológico. CENIDET.
Interior Internado Palmira s/n, Col. Palmira. C.P. 62490, Cuernavaca, Morelos, México.

³Departamento de Ingeniería Química. Universidad de Guadalajara.
Blvd. M. García Barragán No.1451, Col. Olímpica. C:P: 44430, Guadalajara, Jalisco, México.

⁴Centro de Investigación en Química Aplicada. CIQA.
Blvd. Enrique Reyna Hermosillo No. 140, Saltillo, Coahuila, México.

Recibido 26 de Marzo 2007; Aceptado 22 de Enero 2008

Resumen

En este trabajo se presenta un método de estimación de estados y del parámetro agrupado para reactores de copolimerización en emulsión, mediante el uso de un observador no lineal adaptativo de alta ganancia. Una de las principales características de este observador es que utiliza un modelo matemático incierto del proceso cuyas incertidumbres en el modelado son de tipo multiplicativas.

La validación del observador propuesto, se realizó primero mediante simulaciones numéricas y posteriormente utilizando datos experimentales obtenidos durante una reacción de copolimerización en emulsión llevada a cabo en un reactor de propósito experimental. Los monómeros utilizados fueron el estireno y el acrilato de butilo. Los resultados obtenidos tanto en simulación, como a nivel experimental, demuestran que el observador propuesto puede ser utilizado posteriormente como un sistema de monitoreo basado en observadores no lineales.

Palabras clave: modelo no lineal, observador adaptativo, polimerización en emulsión, estimación de parámetros.

Abstract

An adaptive high-gain observer-based method for state estimation and lumped parameter estimation in copolymerization reactors is presented in this paper. One of the main features of this observer is that it uses an uncertain mathematical model of the process, whose uncertainty belongs to the multiplicative type.

The performance of the proposed observer was firstly evaluated by means of numerical simulations and also by using experimental data obtained from a copolymerization reaction between styrene and butyl acrylate, performed in a prototype experimental reactor. Both the results obtained in the numerical simulations and in the experiments; show that the proposed observer may be used as a observer-based monitoring system.

Keywords: nonlinear model, adaptive observer, emulsion polymerization, parameter estimation.

1. Introducción

Los observadores de estado han sido estudiados desde la década de los años 60. Los trabajos de Kalman (1960) y Luenberger (1971) resolvieron el problema de la estimación de estados para sistemas lineales basándose en la propiedad de observabilidad, caracterizada por la condición del rango de la matriz de observabilidad. En lo que se refiere a sistemas no lineales, no existe una solución general, ya que la propiedad de observabilidad de un sistema no lineal

depende de las entradas del mismo. Así, una de las principales dificultades teóricas en la síntesis de un observador para sistemas no lineales es la existencia de entradas al sistema que hacen que éste último sea no observable (Bornard, y col., 1993). Existen numerosos trabajos reportados en la literatura que presentan el diseño de observadores para diferentes clases de sistemas no lineales. Así, se encuentran los observadores para sistemas afines al control (Gauthier y col., 1992), para sistemas afines al estado (Besancon y col., 2006), para sistemas bilineales

* Autor para la correspondencia: E-mail: juanreyesreyes@ieee.org
Tel. (01-777) 362 7770 Ext. 202. Fax. (01-777) 362 7795.

(Bornard y col., 1988), para sistemas triangulares (Targui y col., 2001), entre otros. Los observadores también pueden ser clasificados dependiendo de la manera en que se calcula la ganancia del observador o bien, por las herramientas matemáticas o principios físicos utilizados. Así, se pueden encontrar en la literatura observadores que utilizan técnicas de geometría diferencial (Kravaris y Kantor, 1990), observadores de modos deslizantes (Slotine y col., 1987), observadores basados en pasividad (Fossen y Strand, 1999), observadores que utilizan la técnica del bond-graph (Roberts y col., 1995) entre otros. Sin embargo, es bien conocido en el área de control automático que entre los observadores para sistemas no lineales que más se aplican en la estimación de variables de estado son los observadores de Kalman extendidos (Filtros de Kalman Extendidos o EKF por sus siglas en inglés) (Boutayeb y Aubry, 1999), los observadores de Luenberger extendidos (Zeitz, 1987) y los observadores de alta ganancia (Gauthier y col., 1992).

Un problema adicional para el diseño de un observador es cuando el modelo matemático del que se dispone, contiene incertidumbres de modelado como parámetros desconocidos, difíciles de medir o físicamente no disponibles para ser medidos. Una alternativa de solución al problema es el uso de observadores adaptativos, los cuales estiman simultáneamente variables de estado y parámetros en un sistema dinámico.

Algunos de los trabajos recientes acerca de observadores adaptativos para sistemas no lineales se basan en un cambio de variables que transforman el sistema original en alguna forma canónica en la cual la presencia de parámetros desconocidos es simplificada hasta cierto punto, obteniendo un modelo con parámetros agrupados (Bastin y Gevers, 1988; Marino y Tomei, 1995).

Los observadores adaptativos han sido utilizados con éxito en una amplia variedad de procesos de la industria química. Algunos ejemplos son: para la estimación de la presión parcial del hidrógeno en el canal del ánodo de celdas de combustible (Arcak y col., 2004), para la estimación de cinéticas de reacción en reactores biológicos (Perrier y col., 2000) y para la estimación del coeficiente de transferencia de calor en intercambiadores de calor (Astorga y col., 2007).

En el caso de la estimación de estados para reactores de polimerización, Mutha y Cluett (1997), proponen un observador de Kalman extendido discreto con períodos de muestreo variables. A pesar de mostrar buenos resultados (comparados con un observador de Kalman extendido tradicional con períodos de tiempo constantes), el algoritmo que proponen es complejo y sólo presentan resultados en simulación para la estimación de variables de estado, asumiendo que todos los parámetros del proceso son conocidos. En uno de los trabajos más recientes de Asúa (2003), los autores realizan la estimación de

parámetros cinéticos en reactores de polimerización en emulsión. En este caso, la precisión de la estimación es dependiente de la precisión del modelo utilizado que no contiene un término de corrección como es el caso de los observadores adaptativos. Immanuel y Doyle III (2003) realizan la estimación de estados y parámetros en un reactor de polimerización en emulsión mediante el uso de un observador híbrido, es decir, la estructura del observador es de tipo Kalman, mientras que las ganancias del mismo se calculan mediante el concepto de Luenberger. Otra característica de este observador es que poseen una etapa de predicción en tiempo continuo (en la cual el observador intenta seguir la trayectoria de los estados y parámetros estimados en ausencia de mediciones) y una etapa de corrección en tiempo discreto (en la cual el observador actualiza el valor de la variable de salida del proceso para ser utilizada en la etapa de predicción).

El objetivo de este trabajo es partir de un modelo incierto de un reactor de copolimerización, para presentar una alternativa que incorpora por un lado la estimación de estados, y por otro lado, la estimación del parámetro agrupado $\mu(t)$ (Févotte y col. 1998; Santos y col., 2000) que corresponde a la parte incierta del modelo. El método está basado en un observador adaptativo tipo alta ganancia, cuya característica principal, puede ser calibrado fácilmente, ya que cuenta con un solo parámetro de sintonización y no requiere de ninguna ecuación adicional para calcularla (como es el caso de los observadores de tipo Kalman extendidos en los que, para calcular los parámetros de sintonización del observador, se requiere solucionar una ecuación dinámica de Riccati). Para validar este observador, se realizaron simulaciones numéricas y datos obtenidos experimentalmente de una reacción por lotes de una copolimerización en emulsión entre el estireno y acrilato de butilo.

2. Descripción matemática del modelo de copolimerización en emulsión.

Esta sección describe brevemente el modelo matemático presentado por Févotte y col. (1998) quienes presentan en su trabajo una validación experimental del mismo. Asumiendo que los monómeros son insolubles en la fase acuosa, la evolución del número de moles $N_i(t)$ (para el caso de una copolimerización, $i = 1, 2$), está dada por la siguiente ecuación diferencial que representa el balance de masa de cada uno de los monómeros presentes en el reactor:

$$\frac{dN_i(t)}{dt} = Q_i(t) - \mu(t) M_i^p(t) \left[\frac{kp_{ii} N_i(t)}{N_i(t) + (kp_{ij} / kp_{ji}) N_j(t)} \right]$$

$$\left. + \frac{kp_{ji}N_j(t)}{N_j(t) + (kp_{ji}/kp_{ij})N_i(t)} \right] \quad (1)$$

$$= Q_i(t) - \mu(t)M_i^p(t)\bar{R}_{pi}(t)$$

$\mu(t)$ es un parámetro agrupado que es directamente proporcional al número promedio de radicales presentes en las partículas del polímero (consultar la nomenclatura para la descripción de las variables y constantes utilizadas). Una aproximación propuesta para calcular el valor de $\mu(t)$ es (Févotte y col., 1998):

$$\mu(t) = \frac{\bar{n}(t)N_p(t)V_e}{N_a} \quad (2)$$

La concentración de cada uno de los monómeros en las partículas $M_i^p(t)$ es:

$$M_i^p(t) = \begin{cases} \frac{(1-\varphi^*)N_i(t)}{\Delta_1(t)} & \text{para } V_d(t) > 0, \\ \frac{N_i(t)\varphi^*}{\Delta_2(t)} & \text{para } V_d(t) \leq 0, \end{cases} \quad (3)$$

donde:

$$\Delta_1(t) = \frac{MW_1}{\rho_1}N_1(t) + \frac{MW_2}{\rho_2}N_2(t)$$

$$\Delta_2(t) = \frac{MW_1}{\rho_{1,homo}}(N_1^{tot}(t) - N_1(t)) + \frac{MW_2}{\rho_{2,homo}}(N_2^{tot}(t) - N_2(t)) \quad (4)$$

El volumen total de las gotas de monómero $V_d(t)$ está dado por la siguiente ecuación:

$$V_d(t) = \alpha N_1(t) + \beta N_2(t) + \gamma(t) \quad (5)$$

donde:

$$\alpha = \left(\frac{MW_1}{\rho_1} + \frac{(1-\varphi^*)}{\varphi^*} \frac{MW_1}{\rho_{1,homo}} \right) \quad (6)$$

$$\beta = \left(\frac{MW_2}{\rho_2} + \frac{(1-\varphi^*)}{\varphi^*} \frac{MW_2}{\rho_{2,homo}} \right) \quad (7)$$

$$\gamma(t) = -\frac{(1-\varphi^*)}{\varphi^*} \left[\frac{MW_1}{\rho_{1,homo}}N_1^{tot}(t) + \frac{MW_2}{\rho_{2,homo}}N_2^{tot}(t) \right] \quad (8)$$

El número total de moles del monómero i , $N_i^{tot}(t)$, se calcula integrando el valor del flujo de alimentación de cada uno de éstos:

$$N_i^{tot}(t) = \int_0^t Q_i(t) dt + N_i^{tot}(0) \quad (9)$$

En forma de ecuación diferencial, la Ec. (9) se puede representar como:

$$\frac{dN_i^{tot}(t)}{dt} = Q_i(t) \quad (10)$$

La conversión individual del monómero i está dada por la siguiente expresión:

$$X_i(t) = \frac{N_i^{tot}(t) - N_i(t)}{N_i^{tot}(t)} \quad (11)$$

y finalmente, la conversión de masa total es:

$$X_g(t) = \frac{\sum_j MW_j [N_j^{tot}(t) - N_j(t)]}{\sum_k MW_k N_k^{tot}(t)} \quad (12)$$

3. Observador no lineal adaptativo de alta ganancia.

Un observador adaptativo es un algoritmo recursivo para estimar el estado de un sistema que contiene parámetros desconocidos o bien para estimar de manera conjunta tanto los estados como los parámetros desconocidos. En esta sección se presenta una extensión del observador adaptativo presentado por Févotte y col. (1998), quienes consideraron que el tiempo de medición de las variables se da de manera continua. Sin embargo, éste no es siempre el caso en la mayoría de las aplicaciones, donde la información es procesada de manera digital. El observador propuesto en este trabajo es un observador adaptativo discreto de tipo alta ganancia que considera que las mediciones son obtenidas en intervalos de tiempo fijo.

3.1 El observador de alta ganancia

Considere el siguiente sistema no lineal afín a la señal de control:

$$\sum_{SNLI} : \begin{cases} \dot{x}(t) = f(x(t)) + g(x(t))u(t) \\ y(t) = h(x(t)) \end{cases} \quad (13)$$

Considere el cambio de coordenadas $z = f(x(t))$ sobre el sistema no lineal (13):

$$z = \begin{bmatrix} z_1 \\ z_2 \\ \vdots \\ z_n \end{bmatrix} = \varphi(x(t)) = \begin{bmatrix} h(x(t)) \\ L_f h(x(t)) \\ \vdots \\ L_f^{n-1} h(x(t)) \end{bmatrix} \quad (14)$$

donde $L_f h(x)$ representa la derivada de Lie de $h(x)$ a lo largo del campo vectorial f , cuya expresión y sus derivadas sucesivas se expresan de la siguiente manera:

$$L_f h(x) = \frac{\partial h(x)}{\partial x} f(x) = \sum_{i=1}^n \frac{\partial h(x)}{\partial x_i} f_i(x), \quad (15)$$

$$L_f^k h(x) = \frac{\partial}{\partial x} (L_f^{k-1} h(x)) f(x)$$

Si el sistema dado en la Ec. (13) es uniformemente observable (Gauthier y Bornard, 1981), este cambio de coordenadas transforma al sistema en una forma triangular, es decir,

$$\begin{cases} \dot{z}(t) = Az(t) + \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ \phi(z(t)) \end{bmatrix} + \psi(z(t))u(t) \\ y(t) = Cz(t) \end{cases} \quad (16)$$

donde,

$$A = \begin{bmatrix} 0 & 1 & 0 & \dots & 0 \\ 0 & 0 & 1 & \ddots & \vdots \\ \vdots & & \ddots & \ddots & 0 \\ \vdots & & & \ddots & 1 \\ 0 & \dots & \dots & \dots & 0 \end{bmatrix}, \psi_i = \psi_i(z_1, z_2, \dots, z_i), \quad (17)$$

$$C = [1, 0, \dots, 0]. \quad (18)$$

Esta forma triangular es utilizada para el diseño de un observador de alta ganancia exponencial, dado por una estructura tipo Luenberger

$$\begin{aligned} \dot{\hat{x}}(t) &= f(\hat{x}(t)) + g(\hat{x}(t))u(t) \\ &+ \omega(t)[h(\hat{x}(t)) - h(x(t))] \end{aligned} \quad (19)$$

donde la ganancia del observador $\omega(t)$ está dada por

$$\omega(t) = - \left(\frac{\partial \varphi(t)}{\partial x} \Big|_{x=\hat{x}(t)} \right)^{-1} S_\theta^{-1} C^T \quad (20)$$

$\hat{x}(t)$ representa el valor estimado del estado $x(t)$, $(\cdot)^T$ representa la transposición matricial de (\cdot) , $\varphi(t)$ es la transformación de coordenadas expresada en la Ec. (14), $\partial \varphi(t) / \partial x$ es el jacobiano de $\varphi(t)$, expresado por

$$\frac{\partial \varphi(x)}{\partial x} = \begin{bmatrix} \frac{\partial \varphi_1(x)}{\partial x_1} & \frac{\partial \varphi_1(x)}{\partial x_2} & \dots & \frac{\partial \varphi_1(x)}{\partial x_n} \\ \frac{\partial \varphi_2(x)}{\partial x_1} & \frac{\partial \varphi_2(x)}{\partial x_2} & \dots & \frac{\partial \varphi_2(x)}{\partial x_n} \\ \vdots & & \ddots & \vdots \\ \frac{\partial \varphi_n(x)}{\partial x_1} & \frac{\partial \varphi_n(x)}{\partial x_2} & \dots & \frac{\partial \varphi_n(x)}{\partial x_n} \end{bmatrix} \quad (21)$$

finalmente S_θ es una matriz simétrica y positiva definida ($S_\theta = S_\theta^T > 0$), solución única de la siguiente ecuación de Lyapunov

$$\theta S_\theta + A^T S_\theta + S_\theta A = C^T C, \quad (22)$$

θ es el parámetro de sintonización del observador, A y C están expresadas en las Ecs. (17) y (18) respectivamente. El parámetro θ define el desempeño del observador de alta ganancia como se muestra en (Gauthier y col. 1992), donde se indica que bajo ciertas suposiciones técnicas este observador converge exponencialmente, es decir, que

la norma euclidiana del error de estimación $\|\hat{x}(t) - x(t)\|$ está acotada por una función exponencial, de tal forma que muestra que existen dos constantes $\alpha, \beta > 0$ que satisfacen la siguiente cota

$$\|\hat{x}(t) - x(t)\| \leq \|\hat{x}(0) - x(0)\| \alpha \exp(-\beta \theta t). \quad (23)$$

3.2 El observador adaptativo de alta ganancia

En esta sección se aborda el problema de estimar estados cuando el modelo matemático que se tiene disponible del proceso contiene incertidumbre multiplicativa.

Considere que el sistema expresado en la Ec. (13) tiene incertidumbre en el vector $f(x)$ de tal forma que dicha incertidumbre contiene una función no nula desconocida y acotada $\mathcal{G}(t)$ que puede inclusive depender del estado $x(t)$ y puede ser factorizada como $f(x) = \mathcal{G}(t)\bar{f}(x(t))$, tal que el sistema resultante tenga la forma

$$\sum_{SNL2} : \begin{cases} \dot{x}(t) = \mathcal{G}(t)\bar{f}(x(t)) + g(x(t))u(t) \\ \mathcal{G}(t) = \varepsilon(t) \\ y(t) = h(x(t)) \end{cases} \quad (24)$$

Siguiendo un procedimiento similar al diseño del observador da alta ganancia, Févotte y col. (1998) propusieron un observador adaptativo para este tipo de sistemas dado por:

$$\begin{aligned} \dot{\hat{x}}(t) &= \hat{\mathcal{G}}(t)\bar{f}(\hat{x}(t)) + g(\hat{x}(t))u(t) \\ &+ K_1(t)[h(\hat{x}(t)) - h(x(t))], \end{aligned} \quad (25)$$

$$\dot{\hat{\mathcal{G}}}(t) = K_2(t)[h(\hat{x}(t)) - h(x(t))]$$

donde,

$$\begin{aligned} K_1(t) &= K_1(\hat{x}(t), \hat{\mathcal{G}}(t)) \\ &= - \left(\frac{\partial \bar{\varphi}(t)}{\partial x} \Big|_{x=\hat{x}(t)} \right)^{-1} \Gamma(t) S_\theta^{-1} C^T, \end{aligned} \quad (26)$$

$$K_2(t) = K_2(\hat{x}(t), \hat{\mathcal{G}}(t)) = - \frac{\theta^2}{\hat{\phi}(t)}, \quad (27)$$

$$\bar{\varphi}(x(t)) = \begin{bmatrix} h(x(t)) \\ L_{\bar{f}} h(x(t)) \\ \vdots \\ L_{\bar{f}}^{n-1} h(x(t)) \end{bmatrix} \quad (28)$$

$$\Gamma(t) = \begin{bmatrix} 1 & 0 & \cdots & 0 & 0 \\ 0 & \frac{1}{\hat{g}(t)} & 0 & \cdots & 0 \\ \vdots & 0 & \frac{1}{\hat{g}(t)^2} & \ddots & \vdots \\ 0 & \vdots & \ddots & \ddots & 0 \\ 0 & 0 & \cdots & 0 & \frac{1}{\hat{g}(t)^{n-1}} \end{bmatrix} \quad (29)$$

Nótese que las ganancias del observador $K_1(t)$ y $K_2(t)$ pueden ser representadas vectorialmente y que se puede hacer un vector aumentado de los estados $\hat{x}(t)$ y $\hat{g}(t)$, para tener un sistema dinámico que incorpore en un solo vector ambas variables, por lo que el observador en esta representación condensada sería

$$\dot{\hat{\xi}}(t) = \tilde{f}(\hat{\xi}(t)) + \tilde{g}(\hat{\xi}(t))u(t) + K(t)[\hat{y}(t) - y(t)] \quad (30)$$

donde

$$\hat{\xi}(t) = \begin{bmatrix} \hat{x}(t) \\ \hat{g}(t) \end{bmatrix}, \quad \tilde{f}(\hat{\xi}(t)) = \begin{bmatrix} \hat{g}(t)\bar{f}(\hat{x}(t)) \\ 0 \end{bmatrix}, \quad (31)$$

$$\tilde{g}(\hat{\xi}(t)) = \begin{bmatrix} g(\hat{x}(t)) \\ 0 \end{bmatrix}$$

y la ganancia del observador en esta representación es

$$K(t) = \begin{bmatrix} K_1(t) \\ K_2(t) \end{bmatrix} \quad (32)$$

3.3 El observador adaptativo discreto de alta ganancia

El observador presentado anteriormente considera que las mediciones de las entradas y salidas del proceso se dan de manera continua. Considere que las mediciones se dan de manera digital (como es el caso de la mayoría de las aplicaciones industriales) con un período de muestreo de T_s segundos, entonces, aproximando las derivadas del sistema de la Ec. (30) mediante el método de Euler simple, se obtiene el siguiente observador en tiempo discreto:

$$\hat{\xi}(t_{k+1}) = \hat{\xi}(t_k) + T_s \left\{ \tilde{f}(\hat{\xi}(t_k)) + \tilde{g}(\hat{\xi}(t_k))u(t_k) + K(t_k)[\hat{y}(t_k) - y(t_k)] \right\} \quad (33)$$

$$\hat{y}(t_k) = h(\hat{x}(t_k))$$

donde $\xi(t_{k+1})$ y $\xi(t_k)$ son una forma simplificada de escribir $\xi(kT_s + T_s)$ y $\xi(kT_s)$ respectivamente. El objetivo principal de este trabajo, es demostrar por medio de simulaciones numéricas y mediante experimentos en un reactor de copolimerización de laboratorio, que el observador discreto de la Ec. (33) en conjunto con el modelo matemático discretizado presentado en la Sección 2 pueden ser utilizados en

un sistema digital para el diseño de un sensor virtual que estime parámetros desconocidos en el reactor de copolimerización.

4. Aplicación a un reactor de copolimerización.

El modelo del reactor de copolimerización utilizado consiste en dos ecuaciones diferenciales:

$$\dot{N}_1(t) = -\mu(t)M_1^p(t)\bar{R}_{p1}(t) + Q_1(t) \quad (34)$$

$$\dot{N}_2(t) = -\mu(t)M_2^p(t)\bar{R}_{p2}(t) + Q_2(t)$$

Es evidente que la variable $\mu(t)$ en el modelo anterior es variante en el tiempo, debido a que ésta depende de otras variables que son también variantes en el tiempo, por ejemplo, el número total de partículas por litro de emulsión N_p o bien, el número promedio de radicales por partícula \bar{n} . Por otra parte, la dinámica que puede tener este parámetro agrupado durante una reacción no está bien definida, ya que está sujeta a diversas causas ocasionadas por disturbios o incertidumbres teóricas que pueden hacerla variar de un experimento a otro (Santos y col., 2000). Por estas razones, este parámetro puede ser representado como una función desconocida.

En las simulaciones presentadas en esta sección, se asume que el reactor de copolimerización funciona en el modo de operación por lotes (en inglés batch). En el trabajo desarrollado por Févotte y col. (1998), se encuentran documentadas otras simulaciones y experimentos llevados a cabo en modo semi-continuo.

La salida utilizada por el observador está en relación directa con la conversión global $X_g(t)$ que se obtiene en la práctica por medio de mediciones calorimétricas de la energía calorífica instantánea generada por la reacción de copolimerización. La ecuación de salida utilizada para la síntesis del observador es:

$$y(t) = (1 - X_g) \sum_{i=1}^2 MW_i N_i^{tot} \quad (35)$$

$$= MW_1 N_1(t) + MW_2 N_2(t)$$

Considerando lo anteriormente expuesto ($\mu(t)$ como parámetro variante en el tiempo, las alimentaciones $Q_1 = Q_2 = 0$ y la salida dada por la Ec. (35)), el modelo matemático del proceso de copolimerización puede ser representado de la siguiente manera:

$$\begin{bmatrix} \dot{N}_1(t) \\ \dot{N}_2(t) \end{bmatrix} = \mu(t) \begin{bmatrix} -M_1^p(t) \bar{R}_{p1}(t) \\ -M_2^p(t) \bar{R}_{p2}(t) \end{bmatrix}$$

$$\mu(t) = \varepsilon(t) \quad (36)$$

$$y(t) = MW_1 N_1(t) + MW_2 N_2(t)$$

Observe que el modelo original del sistema fue aumentado con una ecuación diferencial que

representa el comportamiento dinámico del parámetro desconocido $\mu(t)$. Si se compara el modelo matemático representado en la Ec. (36) con el sistema dinámico en la Ec. (24), se observa que tienen la misma estructura, donde:

$$x(t) = \begin{bmatrix} N_1(t) \\ N_2(t) \end{bmatrix}, \quad \mathcal{A}(t) = \mu(t),$$

$$\bar{f}(t) = \begin{bmatrix} \bar{f}_1(x(t)) \\ \bar{f}_2(x(t)) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -M_1^p(t)\bar{R}_{p1}(t) \\ -M_2^p(t)\bar{R}_{p2}(t) \end{bmatrix}, \quad (37)$$

$$h(x(t)) = MW_1 N_1(t) + MW_2 N_2(t).$$

Por consiguiente, es posible diseñar un observador discreto de tipo alta ganancia representado por la Ec. (33), donde:

- i. El vector de transformación de coordenadas está dado por:

$$\bar{\varphi}(t_k) = \begin{bmatrix} h(\hat{x}(t_k)) \\ L_f^{-1}h(\hat{x}(t_k)) \end{bmatrix}$$

$$= \begin{bmatrix} MW_1 \hat{N}_1(t_k) + MW_2 \hat{N}_2(t_k) \\ MW_1 \bar{f}_1(\hat{x}(t_k)) + MW_2 \bar{f}_2(\hat{x}(t_k)) \end{bmatrix} \quad (38)$$

- ii. La matriz Γ está dada por:

$$\Gamma(t_k) = \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & \frac{1}{\hat{\mu}(t_k)} \end{bmatrix} \quad (39)$$

- iii. La función $\hat{\phi}(t_k)$ es:

$$\hat{\phi}(t_k) = MW_1 \bar{f}_1(\hat{x}(t_k)) + MW_2 \bar{f}_2(\hat{x}(t_k)) \quad (40)$$

- iv. La solución de la Ec. (22) es:

$$S_\theta = \begin{bmatrix} \frac{1}{\theta} & -\frac{1}{\theta^2} \\ -\frac{1}{\theta^2} & \frac{1}{\theta^3} \end{bmatrix} \quad (41)$$

- v. Finalmente, el observador discreto que estima el peso molecular de cada monómero y a su vez estima el parámetro agrupado $\mu(t)$ está expresado por las siguientes ecuaciones de diferencias

$$\begin{bmatrix} \hat{N}_1(t_{k+1}) \\ \hat{N}_2(t_{k+1}) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \hat{N}_1(t_k) \\ \hat{N}_2(t_k) \end{bmatrix} + T_s \left(\begin{bmatrix} \bar{f}_1(\hat{x}(t_k)) \\ \bar{f}_2(\hat{x}(t_k)) \end{bmatrix} - \left(\frac{\partial \hat{\phi}(t_k)}{\partial x(t_k)} \right)^{-1} \Gamma(t_k) S_\theta^{-1} C^T (\hat{y}(t_k) - y(t_k)) \right), \quad (42)$$

$$\hat{\mu}(t_{k+1}) = \hat{\mu}(t_k) - T_s \left[\frac{\theta^2}{\hat{\phi}(t_k)} (\hat{y}(t_k) - y(t_k)) \right].$$

4.1 Resultados de simulación

Para evaluar el funcionamiento del observador propuesto, se llevó a cabo una simulación implementada en MATLAB®, donde el proceso de polimerización es simulado utilizando un modelo discretizado (método de Euler simple) de la Ec. (1) y

el observador adaptativo es simulado utilizando el sistema dado por la Ec. (42) (ver la Fig. 1). Los valores de las constantes para la programación del modelo y del observador se dan en la Tabla 1. El período de muestreo del observador fue de 5 min mientras que el valor del parámetro de calibración del observador θ fue de 0.038.

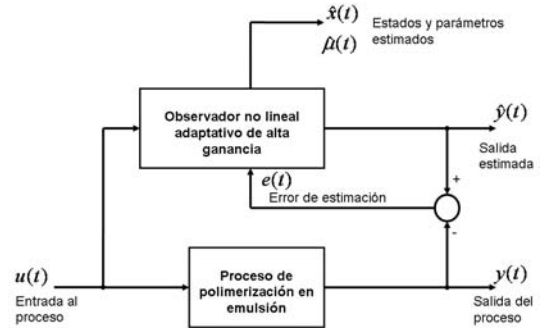


Fig. 1. Diagrama a bloques de la configuración de pruebas de simulación.

Tabla 1. Constantes y datos físicos usados en la simulaciones y en las pruebas experimentales

Parámetro	Valor
kp ₁₁ (L/mol s)	4.50x10 ⁵
kp ₁₂ (L/mol s)	2.24x10 ⁶
kp ₂₁ (L/mol s)	3.20x10 ⁵
kp ₂₂ (L/mol s)	2.40x10 ⁵
MW ₁ (g/mol)	128.20
MW ₂ (g/mol)	104.15
\bar{n} ..([num.prom.rad.] part ⁻¹)	0.5
N _p ([num.part] L ⁻¹)	1.8x10 ¹⁴
V _e (ml)	100
Φ^*	0.4
ρ_1 (g/cm ³)	0.89
ρ_2 (g/cm ³)	0.90
$\rho_{1,homo}$ (g/cm ³)	1.08
$\rho_{2,homo}$ (g/cm ³)	1.05
μ ([num.part] mol ⁻¹)	$\bar{n} N_p V_e / N_a$

Desde la perspectiva del observador adaptativo de alta ganancia en tiempo discreto (42), el parámetro agrupado $\mu(t)$ es considerado como un parámetro desconocido. La Fig. 3 muestra la evolución en el tiempo de este parámetro en la simulación del reactor de copolimerización.

La simulación fue realizada considerando las siguientes condiciones iniciales:

$$\begin{bmatrix} N_1(0) \\ N_2(0) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 2.9 \\ 3.6 \end{bmatrix} \quad (43)$$

$$\mu(0) = 5.64 \times 10^{-7}$$

$$\begin{bmatrix} \hat{N}_1(0) \\ \hat{N}_2(0) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 2.8 \\ 3.7 \end{bmatrix} \quad (44)$$

$$\hat{\mu}(0) = 13.5 \times 10^{-7}$$

Nótese que el valor estimado inicial $\hat{\mu}(0)$ del observador, tiene una diferencia de más del 100% con respecto al valor simulado en el modelo del proceso $\mu(0)$, en cambio, los valores iniciales estimados $\hat{N}_1(0)$ y $\hat{N}_2(0)$ y los del modelo del proceso $N_1(0)$ y $N_2(0)$, fueron ligeramente diferentes. La justificación del uso de esta ligera diferencia, está basada en el hecho de que los valores iniciales de N_1 y N_2 se conocen (cantidades de monómero inicialmente introducidas en el reactor), mientras que en la práctica, se desconoce por completo el valor inicial del parámetro μ .

Los resultados obtenidos en esta simulación se muestran en las Figs. 2 y 3. La Fig. 2 muestra los resultados de la estimación de N_1 y N_2 , en donde se aprecia que el tiempo de convergencia es rápido (30min = 0.5 h). En la Fig. 3 se aprecia que el observador estima de manera aceptable el parámetro $\mu(t)$, a pesar de que el observador no tiene una ecuación explícita de la dinámica simulada en el modelo. Es decir, el observador (42) ajusta la trayectoria del valor estimado $\hat{\mu}(t)$ en función de la diferencia existente entre el valor de la salida medido $y(t)$ y el valor de la salida estimada $\hat{y}(t)$.

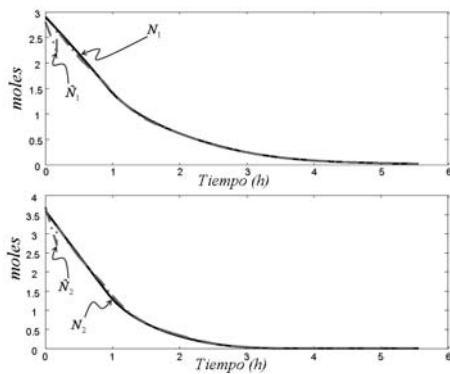


Fig. 2. Simulación de la evolución del monómero N_1 y N_2 y sus estimados \hat{N}_1 y \hat{N}_2 .

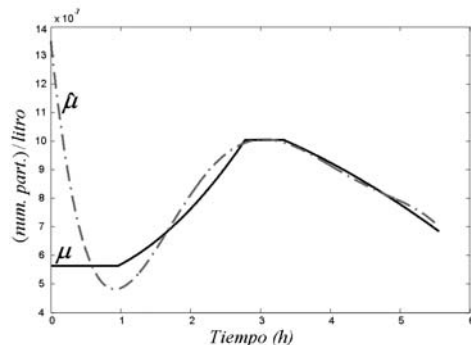


Fig. 3. Simulación de la evolución del parámetro μ y su estimación $\hat{\mu}$.

5. Metodología experimental.

Con el propósito de validar el observador propuesto, se llevó a cabo una reacción de copolimerización por lotes, es decir $Q_1(t) = Q_2(t) = 0$, en un reactor de tres bocas de 250 ml usando como monómeros el estireno y el acrilato de butilo. Para dar seguimiento a la cinética de la reacción, se retiraron muestras del reactor a diferentes tiempos, las cuales se analizaron en el laboratorio y los valores obtenidos se compararon con los valores estimados por el observador.

El estireno y el acrilato de butilo fueron pasados a través de una columna TR-7 y HR-4 respectivamente para eliminar los inhibidores. El tensoactivo utilizado fue el dodecil sulfato de sodio (SDS). Se utilizó como iniciador el persulfato de potasio (KPS) y para detener la reacción se utilizó como inhibidor hidroquinona (HQ). Las cantidades iniciales alimentadas al reactor se dan en la Tabla 2.

La reacción de copolimerización se llevó a cabo a 60°C, disolviendo primero el SDS en agua bidestilada y posteriormente se adicionaron los monómeros. Para iniciar la reacción se agregó el KPS. Para mantener una atmósfera inerte, se burbujeó nitrógeno durante la reacción.

Tabla 2. Condiciones iniciales de operación del experimento.

Masa	Valor
Acrilato de butilo (g)	10.00
Estireno (g)	10.00
Agua (g)	79.89
Ve (volumen total de la emulsión en ml)	100.00

En la Fig. 4, se muestra un diagrama esquemático del experimento realizado. Durante la reacción, se tomaron muestras del contenido del reactor a diferentes intervalos de tiempo (a cada muestra le fue adicionada una pequeña cantidad de hidroquinona para detener la reacción).

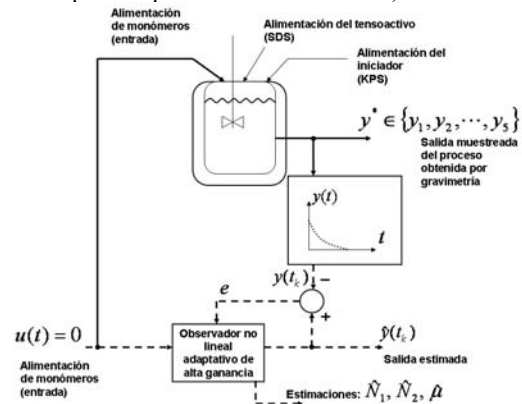


Fig. 4. Diagrama a bloques de la configuración utilizada en el experimento.

Estas muestras, al analizarlas por gravimetría, dan como resultado las mediciones necesarias para calcular la conversión total de masa X_g , que es considerada como la salida del proceso $y(t)$ requerida por el observador (ver Fig. 5).

El número total de partículas $N_p(t)$ fue determinado por dispersión cuasi-elástica de luz (QELS). La composición del copolímero de las diferentes muestras fue determinado mediante ^1H RMN, utilizando el equipo JEOL Eclipse + de 300 MHz. Las muestras del copolímero fueron examinadas en soluciones de cloroformo deuterizado. La evolución de la composición de monómeros (obtenida por ^1H RMN) se muestra en la Fig. 6, donde $N_2(t)$ corresponde al estireno y $N_1(t)$ al acrilato de butilo.

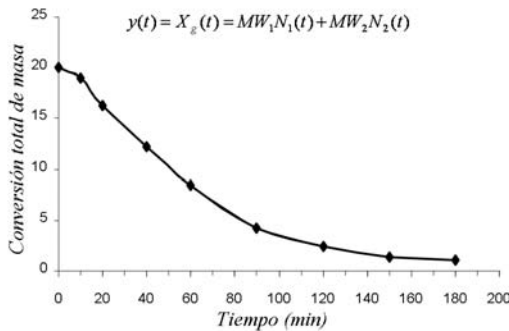


Fig. 5. Conversión total de masa (X_g).

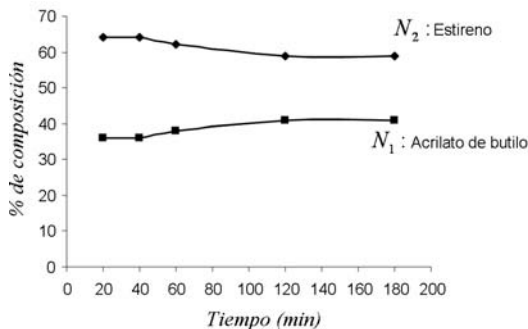


Fig. 6. Composición del copolímero estireno-acrilato de butilo obtenida por RMN.

6. Resultados y discusión

Los datos de la salida del proceso son alimentados al observador. Este proceso se lleva a cabo fuera de línea, es decir, que los datos son alimentados al algoritmo programado en una computadora sin necesidad que éste opere en tiempo real, en la Fig. 4 se muestra en línea punteada el proceso de tratamiento de datos fuera de línea.

Es importante señalar que los datos y^* alimentados al observador, deben ser interpolados, de tal forma que cada uno de los datos $y(t_k)$ alimentados al observador coincidan con el período de muestreo del mismo. En este experimento, el

período de muestreo utilizado por el observador fue de $T_s = 5$ min.

El observador se diseña con los mismos valores utilizados en las pruebas de simulación (mostrados en la Tabla 1), a excepción del volumen total de la emulsión, que en este caso fue $V_e = 100\text{ml}$. Las condiciones iniciales del observador fueron $\hat{N}_1(0) = 0.059 \text{ mol}$, $\hat{N}_2(0) = 0.12 \text{ mol}$, y $\hat{\mu}(0) = 1.0 \times 10^{-8} [\text{num.part}]\text{mol}^{-1}$.

Los resultados de estimación de las variables del proceso N_1 , N_2 y el parámetro desconocido $\mu(t)$ se muestran en las Figs. 7 y 8 respectivamente.

En la Fig. 7, se muestran las variables de proceso N_1 y N_2 (presentados en forma de datos discretos), y sus valores estimados \hat{N}_1 , \hat{N}_2 (presentados en forma de curvas). En esta figura se aprecia que existe buena aproximación entre los resultados medidos y los perfiles estimados de la simulación. La convergencia del observador es de aproximadamente 20 min.

La ganancia utilizada por el observador fue $\theta = 0.1$. En caso de que se usen valores de θ mayores a 0.1, se obtiene un menor tiempo de convergencia del observador, mientras que para valores de θ menores a 0.1, el tiempo de convergencia se incrementa. Por otra parte, para valores grandes de θ el observador es más sensible al ruido de medición, mientras que para valores pequeños de θ ocurre lo contrario: el efecto del ruido de medición sobre los estados y parámetros estimados es menor. Así, para la elección del parámetro de calibración θ se debe hacer un balance entre: velocidad de convergencia y/o sensibilidad al ruido de medición.

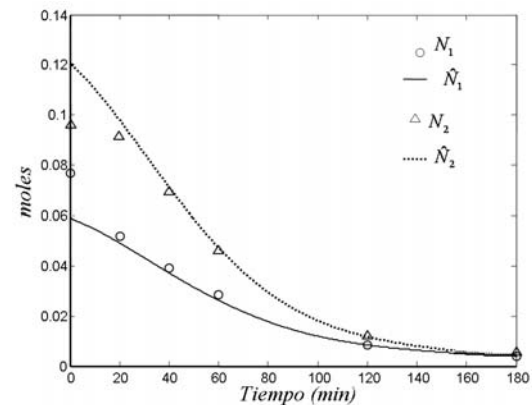


Fig. 7. Valores experimentales de N_1 y N_2 y sus estimados.

En la Fig. 8, se muestra el resultado de la estimación del parámetro $\mu(t)$. Esta gráfica muestra que este parámetro tiende a crecer durante los primeros 100 min de la reacción. El cambio de trayectoria de la curva a los 45 min se debe a la conmutación de la condición en la Ec. (3) (de $V_d > 0$ a $V_d \leq 0$) utilizada por el observador. Posterior a los 95 min, el valor del parámetro $\mu(t)$ empieza a

decrecer y tiende a cero a medida que los valores de $N_1(t)$ y $N_2(t)$ también tienden a ser cero. Esto se debe a que la ecuación utilizada por el observador para el cálculo de $\hat{\mu}(t_k)$ (Ec. (42)), tiene la función $\hat{\phi}(t_k)$ en el denominador, la cual a su vez depende de los valores de $\hat{N}_1(t)$ y $\hat{N}_2(t)$.

La estimación obtenida de la variable $\mu(t)$ con el observador presentado en este trabajo, tiene un perfil a lo largo del tiempo (Fig. 8), similar al de los valores de $\mu(t)$ calculados de manera experimental en el trabajo de Santos y col. (2000).

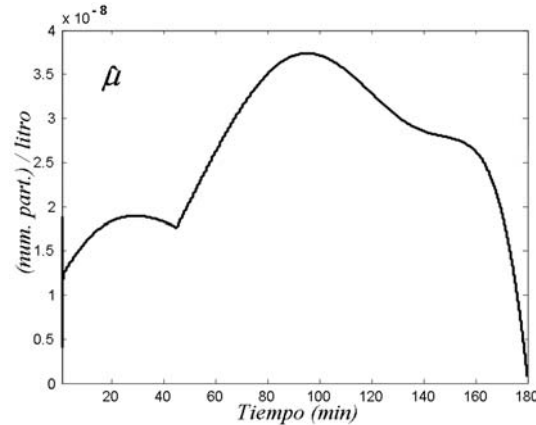


Fig. 8. Estimación de $\mu(t)$ a partir de los valores experimentales de N_1 y N_2 .

Conclusiones

Se ha presentado una propuesta de solución al problema de la estimación de parámetros desconocidos en reactores de polimerización. El método propuesto se basa en el uso de un observador adaptativo de gran ganancia discreto. Este tipo de observador requiere un modelo matemático aproximado del proceso que no necesariamente debe incorporar una expresión que describa el comportamiento dinámico de los parámetros que se requiere estimar. Los resultados obtenidos en las pruebas de validación del observador tanto en simulación como en los resultados experimentales, permiten concluir que el método propuesto puede ser utilizado de manera confiable para la predicción de la evolución de la cinética de la reacción.

La desventaja más importante de este método de estimación de parámetros es que este tipo de observadores (comparados con los filtros de Kalman) son más sensibles al ruido de medición. Sin embargo, una de las principales ventajas que muestra el método presentado en este trabajo es que el observador es fácil de implementar (en caso de contar con un modelo matemático del proceso) y su calibración es sencilla (ya que cuenta con un sólo parámetro de sintonización). Por otra parte, el costo de implementación del mismo puede ser muy bajo en caso de emplearse para su desarrollo un programa de código libre como SCILAB.

Agradecimientos

Los autores agradecen ampliamente a la Universidad de Guadalajara (U. de G.) y al Centro de Investigación en Química Aplicada (CIQA) en Saltillo, Coahuila México, por las facilidades otorgadas al desarrollo de este proyecto.

A su vez, agradecen el patrocinio otorgado por los cuerpos académicos del CENIDET:

- *Diseño y Control Automático de Procesos*
- *Diagnóstico y Control de Sistemas Eléctromecánicos y Mecatrónicos.*

dentro del marco del Primer Seminario de Producción Científica.

Nomenclatura

- f_i fracción molar del monómero del tipo i en el crecimiento de las partículas.
- k_{pij} coeficiente de velocidad de propagación de la cadena en crecimiento del tipo i con el monómero del tipo j , $L \text{ mol}^{-1} \text{ s}^{-1}$.
- M_i^p concentración del monómero i en las partículas, mol/l .
- MW_i peso molecular del monómero i , g mol^{-1} .
- \bar{n} número promedio de radicales por partícula, $[\text{num.prom.rad.}] \text{ part}^{-1}$.
- N_a número de Avogadro (6.02×10^{23}), $[\text{átomos}] \text{ mol}^{-1}$.
- N_i número de moles del monómero i , mol .
- N_p número total de partículas por litro de la emulsión, $[\text{num.part}] \text{ L}^{-1}$.
- N_i^{tot} número total de moles del monómero i adicionado al reactor, mol .
- Q_i razón del flujo de alimentación del monómero i , mol s^{-1} .
- R_{pi} velocidad total de polimerización del monómero i , $\text{mol s}^{-1} \text{ L}^{-1}$.
- V_d volumen total de las gotas del monómero, L .
- V_e volumen total de la emulsión, L .
- X_i conversión molar individual del monómero i .
- X_g conversión total de masa.

Símbolos griegos

- ϕ^* fracción en volumen de los monómeros en las partículas hinchadas bajo saturación.
- $\mu(t)$ parámetro de aglutinación asociado con el número de moles de radicales por litro de emulsión $[\text{num.part}] \text{ mol}^{-1}$.
- ρ_i densidad del monómero puro del tipo i , g L^{-1} .
- $\rho_{i,\text{homo}}$ densidad del homopolímero del tipo i , g L^{-1} .

Referencias

- Arcak M., Görgün H., Pedersen L. M., Varigonda S. (2004). A nonlinear observer design for fuel cell hydrogen estimation. *IEEE Transactions on Control Systems Technology* 12(1), 101–110.

- Astorga-Zaragoza, C.-M., Zavala-Río, A., Alvarado-Martínez, V.-M., Méndez R.-M. y Reyes-Reyes, J. (2007). Performance monitoring of heat exchangers via adaptive observers. *Measurement* 40, 392-405.
- Asúa, J. M. (2003) A new model for radical desorption in emulsion polymerization. *Macromolecules* 36, 6245-6251.
- Bastin, G. y Gevers, M. (1988). Stable adaptive observers for nonlinear time varying systems. *IEEE Transactions on Automatic Control* 33(7) 650-658.
- Besancon, G., de León-Morales, J. y Huerta-Guevara, J. (2006). On adaptive observers for state-affine systems. *International Journal of Control* 79 (6), 581-591.
- Bornard, G., Couenne, N. y Celle, F. (1988). Regularly persistent observers for bilinear systems. *Lecture Notes in Control and Information Sciences* 122, Springer Verlag.
- Bornard, G., Celle-Couenne, F. y Gilles, G. (1993). Observability and observers. *Nonlinear Systems: Modeling and Estimation*, A.J. Fossard and D. Normand-Cyrot, Eds., chapter 5, pp. 173-216. Chapman & Hall, London.
- Boutayeb, M. y Aubry, D. (1999). A strong tracking extended Kalman observer for nonlinear discrete-time systems. *IEEE Transactions on Automatic Control* 44(8), 1550-1556.
- Févotte, G., McKenna, T.F., Othman, S. y Hammouri, H. (1998). Non-linear tracking of glass transition temperatures for free radical emulsion copolymers. *Chemical Engineering Science* 53(4), 773-786.
- Fossen, T.I. y Strand, J.P. (1999). Passive nonlinear observer design for ships using Lyapunov methods: full-scale experiments with a supply vessel. *Automatica* 35(1), 3-16.
- Gauthier, J.P. y Bornard, G. (1981). Observability for any input of a class of nonlinear systems. *IEEE Transactions on Automatic Control* 26(4), 922-926.
- Gauthier, J.P., Hammouri, H. y Othman, S. (1992). A Simple Observer for Nonlinear Systems Applications to Bioreactors. *IEEE Transactions on Automatic Control* 37(6), 875-880.
- Immanuel, C. D. y Doyle III, F. J. (2003). Hierarchical multiobjective strategy for particle-size distribution control. *AIChE Journal* 49 (9), 2383-2399.
- Kalman, R. E. (1960). A new approach to linear filtering and prediction problems. *Transactions of the ASME-Journal of Basic Engineering* 82 (Series D), 35-45.
- Kravaris, C. y Kantor, J. C. (1990). Geometric methods for nonlinear process control I y II. *Industrial and Engineering Chemistry Research* 29, 2295.
- Luenberger, D. G. (1971). An introduction to observers. *IEEE Transactions on Automatic Control* 16, 596-602.
- Marino, R. y Tomei, P. (1995). *Nonlinear Control Design. Geometric, Adaptive and Robust*, cap. 5, Prentice Hall, London, U.K.
- Mutha, R. K., y Cluett, W. R. (1997). A new multirate-measurement-based estimator: Emulsion copolymerization batch reactor case study. *Industrial and Engineering Chemistry Research* 36, 1036-1047
- Roberts, D.W., Balance, D.J. y Gawthrop, P.J. (1995) Design and implementation of a bond-graph observer for robot control. *Control Engineering Practice* 3 (10), 1447-1457
- Santos, A.M., Févotte, G., Othman, N., Othman, S. y McKenna, T.-F. (2000). On-line monitoring of methyl methacrylate - vinyl acetate emulsion copolymerization. *Journal of Applied Polymer Science* 75, 1667-1683.
- Slotine, J.J.E., Hedrick, J.K. y Misawa, E.A. (1987). On sliding observers for nonlinear systems. *Journal of Dynamic Systems, Measurement and Control* 109, 245-252.
- Targui, B., Hammouri, H. y Farza, M. (2001). Observer design for a class of multi-output nonlinear systems application to a distillation column. Proc. of the 40th IEEE Conference on Decision and Control, Orlando, FL, USA. 3352-3357
- Zeitz, M. (1987). The extended Luenberger observer for nonlinear systems (1987). *Systems & Control Letters* 9 (2), 149 - 156.