



Milk drying: uncertainty, sensitivity, and optimization analysis for system understanding

ADRIAN FERRARI ARGACHA

Thesis for the completion of requirements for Chemical Engineering PhD degree, presented to the Chemical Engineering Postgraduate Program, Engineering School, University of Republic

Advisor

GÜRKAN SIN (Technical University of Denmark)

Academic Orientation

SOLEDAD GUTIERREZ (Engineering School - University of Republic)

Montevideo, Uruguay

2021



Milk drying: uncertainty, sensitivity, and optimization analysis for system understanding

ADRIAN FERRARI ARGACHA

Tesis de Doctorado presentada al Programa de Posgrado en Ingeniería Química, Facultad de Ingeniería de la Universidad de la República, como parte de los requisitos necesarios para la obtención del título de Doctor en Ingeniería Química

Dirección de Tesis

GÜRKAN SIN (Universidad Técnica de Dinamarca)

Orientación Académica

SOLEDAD GUTIERREZ (Facultad de Ingeniería – Universidad de la República)

Montevideo, Uruguay

2021

ACKNOWLEDGMENTS

First, I want to thank to my advisors Profs. Gürkan Sin and Soledad Gutiérrez for their support, guide and work together for many years, which was of an invaluable help and very enriching for my career.

I would also like to thank to Profs. Sofía Barrios (Engineering School - University of Republic - Uruguay), Héctor Cancela (Engineering School - University of Republic - Uruguay), Miguel Mauricio Iglesias (University of Santiago de Compostela - Spain), Brent Young (University of Auckland - New Zealand), and Mr. Christer Utzen (Head of Digital Optimization - GEA Process Engineering - Denmark), for agreeing to be reviewers of this thesis.

A special gratitude to Technical University of Denmark, Department of Chemical and Biochemical Engineering, CAPEC - PROCESS / Process and Systems Engineering Center (PROSYS) and all its team, particularly to Profs. Rafiqul Gani (retired), Gürkan Sin and Krist Gernaey for opening the doors for collaboration with our team since 2011.

I would also like to thank to CO.NA.PRO.LE (COOPERATIVA NACIONAL DE PRODUCTORES DE LECHE) Company for the contribution with crucial information and data related to the production scale case study and system operation, particularly to Mr. Javier Laguarda and Mr. Nicolás di Pace from Engineering; Mrs. Irene Rossello, Mrs. Natalia Mosca, and Mr. Mauricio Gabús from Operations; Mrs. Laura Díaz Falconi from Quality Assurance; Mr. Edgar Hernández, Mr. Sergio Fernández, Mr. Sebastián Pérez and Mr. Marcelo Viña from IT – Automation.

In addition, my gratitude to Mr. Martin Skanderby and particularly to Mr. Jakob Sloth Overgaard from GEA Process Engineering A/S for the very enriching discussions related to the case study, its process modelling, and data validation.

Finally, I want to deeply thank to my family and particularly to my wife Valentina for her permanent and unconditional support and accompaniment.

This work is dedicated to my parents Juan Carlos and Noemi, my wife Valentina and our children Micaela, Francesca and Enzo.

TABLE OF CONTENTS

ACKNOWLEDGMENTS	3
ABSTRACT (English)	7
ABSTRACT (Spanish)	12
NOMENCLATURE	18
GENERAL BACKGROUND	20
THESIS HYPOTESIS, AIMS AND ORGANIZATION	28
1. PROCESS UNDERSTANDING	30
PREFACE.....	30
1.1 INTRODUCTION	30
1.2 MATERIALS AND METHODS	32
1.2.1 Data.....	32
1.2.2 Development of milk drying process model	34
1.2.3 Sensitivity and identifiability analysis	42
1.2.4 Uncertainty analysis	47
1.3 RESULTS AND DISCUSSION.....	51
1.3.1 Sensitivity and identifiability analysis	51
1.3.2 Uncertainty analysis	58
1.4 CONCLUSIONS.....	64
2. POWDER STICKINESS ANALYSIS	66
PREFACE.....	66
2.1 INTRODUCTION	66
2.2 MATERIALS AND METHODS	69
2.2.1 Sensitivity and uncertainty analysis	69
2.3 RESULTS AND DISCUSSION.....	70
2.3.1 Process Simulation.....	70
2.3.2 Sensitivity analysis	71
2.3.3 Uncertainty analysis	73

2.4	CONCLUSIONS.....	75
3.	OPTIMIZATION.....	76
	PREFACE.....	76
3.1	INTRODUCTION.....	76
3.2	MATERIALS AND METHODS.....	79
3.2.1	The disturbance variable.....	79
3.2.2	Optimization problem.....	80
3.2.3	Mathematical methods.....	81
3.3	RESULTS AND DISCUSSION.....	83
3.3.1	Deterministic optimization.....	83
3.3.2	Non – deterministic/derivative free optimization.....	86
3.4	CONCLUSIONS.....	91
	GENERAL CONCLUSIONS.....	94
	FUTURE WORK.....	96
	REFERENCES.....	99
	ANNEX A: Local Sensitivity Analysis – Process Understanding.....	104
	ANNEX B: Identifiability Analysis – Process Understanding.....	106
	ANNEX C: Global Sensitivity Analysis – Process Understanding.....	107
	ANNEX D: Global Sensitivity Analysis – Powder Stickiness Analysis....	110

ABSTRACT (English)

The most widely used technique for dehydration of dairy products is spray drying after evaporation. These processes preserve food properties and allow storage of powders at an ambient temperature. The drying plant normally presents three stages: 1) spray chamber; 2) internal fluid bed at the conical base of the spray chamber; and 3) external fluid bed to fine tune the outfeed product stream.

Firstly in this work, a steady state model for a production scale milk drying process was built to help process understanding, involving a spray chamber and also internal/external fluid beds. The model was subjected to a comprehensive statistical analysis for quality assurance using sensitivity analysis of inputs/parameters, identifiability analysis of parameters, and uncertainty analysis to estimate confidence intervals on parameters and model predictions (error propagation). Local and also global approaches were used for sensitivity analysis. Variance based decomposition (Sobol's method) was used as the global technique to quantify the influence of inputs on the final powder moisture as the model output, and identifiability analysis was based on the delta mean square and collinearity index calculation. Maximum Likelihood Estimation and Bayesian Inference using Markov Chain Monte Carlo sampling were used as the main uncertainty analysis techniques, in order to quantify the uncertainty on the estimated parameters using process data from a constructed case study and also on model

predictions. Local sensitivity analysis results provide evidence towards over-parameterization in the model, and the chamber inlet dry bulb air temperature was the variable (input) with the highest sensitivity. In a full scale process the inputs with major range of variation are: moisture content at concentrate chamber feed (variation around 4%), and humidity at chamber inlet air (variation > 100%). The global sensitivity analysis results suggest exploring improvements in the current control (Proportional Integral Derivative) for moisture content at concentrate chamber feed in order to reduce the output variance. It is also inferred that humidity control at chamber inlet air stream wouldn't be necessary because its impact on output variance, considering its wide range of variation (air taken from outside), seems to be low. Identifiability analysis results indicated that at most 4 parameters are identifiable: two from spray chamber and one from each fluid bed dryer. The uncertainty analysis results showed that confidence intervals obtained for parameters were reasonable, although some of them were found significantly correlated. For model applications, this means that model simulations should be performed using not only parameter values but also their correlation matrix by means of non-linear error propagation methods such as Monte Carlo techniques. The separate effects on model prediction uncertainties due to parameter estimation and measurement errors were studied. The results indicate that the error in measurements is the main responsible for the uncertainty in output predictions. Therefore using proper filtering of noise, the comprehensively

tested model is ready to support simulation based efforts for further process decision making.

Secondly, a powder stickiness model based in the glass transition temperature (Gordon – Taylor equations) was built for the entire milk drying process. To help product-process understanding, the model was also subjected to sensitivity analysis of inputs/parameters, and uncertainty analysis to estimate confidence intervals on model predictions. For sensitivity analysis, a differential local and also a global approach (variance decomposition) were used and Monte Carlo technique for nonlinear error propagation was selected as the main uncertainty analysis method. Results show an important local sensitivity on the spray dryer, but at the end of the internal fluid bed (critical point for stickiness) minor local sensitivities were observed. Feed concentrate moisture was found as the input with major global sensitivity on the glass transition temperature at the critical point, so it could represent a key variable for helping on stickiness control. Major model predictions uncertainty is shown on the spray dryer, but it does not represent a stickiness issue since the product is not in contact with dryer walls. The confidence interval for the glass transition temperature at the critical point was evaluated and this could be useful for further optimization efforts under stickiness constraints.

Finally, an optimization problem for the entire milk drying process was implemented and solved, with plant capacity (maximization) and energy consumption (minimization) considered in the objective function. Decision variables were all inputs at chamber inlet streams: dry bulb air temperature; concentrate moisture; and dry solids flow rate, all feasible to be manipulated in the system. Product stickiness conditions at internal fluid bed and moisture content in final powder were assumed as the main constraints. Chamber inlet air humidity was considered as disturbance variable and in this sense a sensitivity analysis of the optimization results was performed. Results from deterministic gradient based (Sequential Quadratic Programming) and also non-deterministic/derivative free based techniques (Markov Chain based algorithm), revealed that dry bulb air temperature and also dry solids flow rate could be augmented. The results involve an improvement in plant throughput but with a penalization in relative energy consumption in the spray dryer compared with the base operational point. Numerical issues were found during the deterministic approach, but non-deterministic/derivative free based results confirmed main tendencies for decision variables and also revealed that the structure of the problem seems to be convex. This represents a non-conventional use of Markov Chain based algorithms in order to analyze its capabilities (first insights) for finding posterior density curves of decision variables and trying to visualize non-convexity patterns.

The statistical analysis carried out for models in this work, allowed a comprehensive system understanding in a production scale milk drying process from the point of view of identifying influential inputs/parameters and quantifying confidence intervals in model simulations. This, in addition to the development of a simple steady state lumped model for the system, can result a good contribution in the field in order to help for optimization studies. The non-conventional use of Markov Chain based algorithms for finding posterior density curves of decision variables, despite needs further analysis, seems to be promising as a novel technique for non-deterministic/derivative free global optimization.

The developed model is expected to be a promising tool to support model-based decision-making at industrial scale for milk drying processing.

Key Words: Sensitivity analysis, Identifiability analysis, Uncertainty analysis, Bayesian Inference, Milk drying process, Powder stickiness, Glass transition temperature, Optimization, non-deterministic Optimization, derivative free Optimization.

ABSTRACT (Spanish)

La técnica más utilizada para la deshidratación de productos lácteos es el secado spray post evaporación. Estos procesos logran preservar las propiedades del producto y permiten el almacenamiento del mismo a temperatura ambiente. Las plantas de secado de leche presentan normalmente tres etapas: 1) secado spray; 2) lecho fluido interno ubicado sobre el fondo cónico de la cámara spray; y 3) lecho fluido externo para el ajuste fino de la corriente de salida de producto.

En primer lugar en este trabajo, se construyó un modelo en estado estacionario para un proceso de secado de leche a escala industrial el cual incluye operaciones en cámara spray como también en lechos fluidos interno / externo, a efectos de profundizar en la comprensión del proceso. Para asegurar la calidad del modelo, el mismo fue sometido a un análisis estadístico exhaustivo utilizando técnicas de análisis de sensibilidad sobre parámetros/variables de entrada, análisis de identificabilidad sobre parámetros y análisis de incertidumbre a efectos de estimar los intervalos de confianza en los parámetros obtenidos y en las predicciones del modelo (propagación de errores). Para el análisis de sensibilidad se utilizaron técnicas locales como también globales, empleando para este último caso métodos de descomposición de varianza (método de Sobol) a efectos de cuantificar la influencia de las variables de entrada sobre la humedad residual del producto. El análisis de identificabilidad se basó en el cálculo

de las métricas “delta mean square” e índice de colinealidad. Para el análisis de incertidumbre se utilizaron técnicas basadas en Estimación de Máxima Verosimilitud e Inferencia Bayesiana, empleando para este último caso métodos Monte Carlo integrados con Cadenas de Markov. El objetivo es cuantificar la incertidumbre en los parámetros estimados, utilizando los datos de proceso disponibles, y también sobre las predicciones del modelo. Los resultados del análisis de sensibilidad local evidencian una sobreparametrización del modelo, siendo la temperatura de bulbo seco del aire de ingreso a la cámara la variable con mayor sensibilidad. En el proceso industrial las variables de entrada con mayor rango de variación son: el contenido de humedad en el concentrado de alimentación a la cámara (variación alrededor del 4%) y la humedad del aire de ingreso a la misma (variación > 100%). Los resultados sugieren que a efectos de reducir la varianza de la humedad residual del producto, se pueden explorar mejoras en el control (Proporcional Integral Derivativo) del contenido de humedad de la corriente de concentrado. También se infiere que un posible control sobre la humedad del aire de ingreso a la cámara, no sería necesario ya que el impacto sobre la varianza de la humedad residual del producto parece ser bajo considerando su amplio rango de variación (aire tomado del exterior). Los resultados del análisis de identificabilidad indicaron que se pueden estimar como máximo 4 parámetros: dos del proceso spray y uno de cada proceso en lecho fluidizado. Los resultados del análisis de incertidumbre mostraron que si bien los intervalos de confianza obtenidos

para los parámetros parecen razonables, algunos de ellos resultaron significativamente correlacionados. A efectos de la aplicación del modelo, esto implica que las simulaciones se deben realizar utilizando no solo los valores obtenidos de los parámetros, sino también su matriz de correlación empleando técnicas de propagación no lineal de errores como por ejemplo métodos Monte Carlo. Se estudiaron los efectos separados debido a la estimación de parámetros y a los errores en los datos de proceso, sobre la incertidumbre resultante en las predicciones del modelo. Los resultados indican que el error en los datos es el principal responsable de la incertidumbre resultante en las predicciones del modelo. Por lo tanto, utilizando técnicas para reducir el error/ruido en dichos datos, el modelo testeado se puede utilizar para asistir a la toma de decisiones basada en simulación en etapas posteriores del trabajo.

En segundo lugar, se modeló la propiedad de pegajosidad del producto para todo el proceso basado en la evolución de la temperatura de transición vítrea (ecuaciones de Gordon-Taylor). Para profundizar en la comprensión de como el producto y proceso interaccionan en este sentido, este nuevo modelo también fue sometido a análisis de sensibilidad de variables de entrada/parámetros y análisis de incertidumbre a efectos de estimar el intervalo de confianza sobre las predicciones del mismo. Para el análisis de sensibilidad se utilizaron técnicas locales como también globales (descomposición de varianza), y como principal método para el

análisis de incertidumbre se emplearon técnicas Monte Carlo para la propagación no lineal de errores. Los resultados muestran valores importantes de sensibilidad local durante el proceso spray, siendo menor la incidencia sobre el lecho fluido interno (punto crítico desde el punto de vista de la pegajosidad del producto). La humedad del concentrado de alimentación resultó la variable de entrada con mayor sensibilidad global sobre la temperatura de transición vítrea en el punto crítico, por lo que podría resultar clave a efectos de control. La mayor incertidumbre observada sobre las predicciones del modelo se presenta durante el proceso spray, pero ello no representa un problema ya que el producto no está en contacto con las paredes del equipo. Se evaluó el intervalo de confianza para la temperatura de transición vítrea en el punto crítico y esto podría resultar útil en el desarrollo de problemas de optimización con restricciones en este sentido.

Finalmente, se implementó y resolvió un problema de optimización para todo el proceso considerando dentro de la función objetivo la maximización de la capacidad de la planta y la minimización del consumo de energía. Las variables de decisión pertenecen a las corrientes de entrada a la cámara y son las siguientes: temperatura de bulbo seco del aire; humedad del concentrado; y el flujo de sólidos secos, todas factibles de ser manipuladas en el sistema. Como principales restricciones en el problema se consideraron tanto el contenido de humedad en el polvo de salida como

también la condición de pegajosidad del producto en el lecho fluido interno. La humedad del aire de ingreso a la cámara se tomó como variable de perturbación y en este sentido se realizó un análisis de sensibilidad sobre el problema de optimización. Los resultados obtenidos utilizando técnicas determinísticas basadas en gradientes (Programación Cuadrática Secuencial) y también técnicas no determinísticas libres de derivadas (basadas en Cadenas de Markov), revelaron que la temperatura del aire de ingreso y también el flujo de sólidos secos podrían aumentarse en el sistema. Ello implica una mejora en la capacidad de la planta pero con una penalización en el consumo relativo de energía en comparación con el caso base. Se encontraron problemas numéricos durante el trabajo con métodos determinísticos, pero los resultados obtenidos con métodos no determinísticos confirmaron las principales tendencias para las variables de decisión y también que la estructura del problema parece ser convexa. Este trabajo muestra primeros pasos sobre un uso no convencional de algoritmos basados en Cadenas de Markov a efectos de tratar de visualizar patrones de no convexidad y estimar curvas de densidad de probabilidad para las variables de decisión.

El análisis estadístico realizado para los modelos en este trabajo, permitió lograr una comprensión exhaustiva del sistema para un proceso de secado de leche a escala industrial desde el punto de vista de la identificación de los parámetros/variables de entrada relevantes y la cuantificación de los

intervalos de confianza en las predicciones del modelo. Esto, sumado al desarrollo de un modelo simple en estado estacionario del sistema, puede resultar en una buena contribución en el área a efectos de ayudar en problemas de optimización. El uso no convencional de algoritmos basados en Cadenas de Markov a efectos de estimar curvas de densidad de probabilidad para las variables de decisión, si bien se necesita un análisis más profundo, parecería ser una técnica atractiva y original para optimización global no determinística libre de derivadas.

Se espera que el modelo desarrollado resulte en una herramienta atractiva para el apoyo a la toma de decisiones en el proceso de secado de leche a escala industrial.

Palabras Clave: Análisis de sensibilidad, Análisis de identificabilidad, Análisis de incertidumbre, Inferencia Bayesiana, Secado de leche, Pegajosidad de leche en polvo, Temperatura de transición vítrea, Optimización, Optimización no determinística, Optimización libre de derivadas.