

FACULTAD DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA. LEIOA

PROYECTO

DE

CARACTERIZACIÓN Y OBTENCIÓN DE LA CINÉTICA DE
SECADO DE ARENAS EN LECHO FLUIDIZADO

Alumno *Pablos Castro, Aitor*
Fecha *Septiembre 2013*
Firma

Profesor Director
Dr. R. Aguado

Curso Académico
2012/13

ÍNDICE

1. OBJETIVOS	1
2. INTRODUCCIÓN	2
2.1. TECNOLOGÍAS PARA EL SECADO INDUSTRIAL	2
2.2. CINÉTICA DE SECADO.....	5
2.3. IMPORTANCIA DEL DIÁMETRO DE PARTÍCULA. CLASIFICACIÓN DE GELDART.	10
3. EXPERIMENTAL	12
3.1. CARACTERIZACIÓN DE LAS ARENAS	12
3.2. OBTENCIÓN DE LA CURVA DE SECADO.....	14
4. RESULTADOS.....	15
4.1. CARACTERIZACIÓN DE LAS ARENAS	15
4.2. OBTENCIÓN DE LA CURVA DE SECADO.....	20
5. RESUMEN Y CONCLUSIONES	23
6. NOMENCLATURA	24
7. BIBLIOGRAFÍA	25

1. OBJETIVOS

Este trabajo está enmarcado en la primera fase de un proyecto en colaboración con la empresa NOVATTIA DESARROLLOS S.L. que consiste en el desarrollo de un intercambiador térmico estático para el secado de arenas mediante tecnología spouted bed. El objetivo es mejorar y reducir los costes de inmovilizado y operación para mejorar el rendimiento de los actuales procesos de producción de arenas secas y para mejorar la calidad del producto en aquellos procesos para los cuales un tratamiento térmico convencional no resulta viable económicamente. La implantación de esta tecnología permitiría además a las empresas del sector revalorizar productos actuales, que no tienen tanto interés por su alto contenido de humedad, para su comercialización.

Con ese fin, se han llevado a cabo una serie de actuaciones, cuyos objetivos se enumeran a continuación:

- Caracterización completa de los materiales. Dentro de las posibilidades existentes, se ha realizado una caracterización lo más completa posible de las arenas para determinar su composición química, mineralógica, densidad, densidad de lecho, granulometría, porosidad y superficie específica. Además, se han realizado estudios de pérdida de calcinación y termobalanza para determinar si hubiera algún compuesto hidratado en los materiales.
- Determinación de la cinética de secado. Con la ayuda de un secadero de lecho fluidizado de laboratorio, se ha obtenido la curva de secado de las arenas utilizadas en el trabajo. Además, partiendo de esos datos, se han obtenido parámetros importantes como la difusión del líquido a través del sólido, habiendo sido comparados con datos de la bibliografía para su validación.

2. INTRODUCCIÓN

El secado de sólidos es una operación importante y a veces crítica en industrias químicas, mineras, de construcción, alimentarias, farmacéuticas, agrarias, etc. Muchos productos granulados requieren el secado para su posterior empaquetado o almacenamiento durante periodos relativamente largos o previamente a la molienda o dosificación. El exceso de humedad contenida por los materiales puede eliminarse por métodos mecánicos (sedimentación, filtración, centrifugación). Sin embargo, la eliminación más completa de la humedad se obtiene por evaporación y eliminación de los vapores formados, es decir, mediante el secado térmico, ya sea empleando una corriente gaseosa o sin la ayuda del gas para extraer el vapor (Knoule, 1968).

La operación de secado es una operación de transferencia de masa de contacto gas-sólido, donde la humedad contenida en el sólido se transfiere por evaporación hacia la fase gaseosa, en base a la diferencia entre la presión de vapor ejercida por el sólido húmedo y la presión parcial de vapor de la corriente gaseosa. Cuando estas dos presiones se igualan, se dice que el sólido y el gas están en equilibrio y el proceso de secado cesa. En la operación se pueden dar varios tipos de procesos, tales como transformaciones físicas o químicas que, a su vez, pueden causar cambios en la calidad del producto. Los cambios físicos que pueden ocurrir incluyen: contracción, soplado, cristalización y transiciones vítreas. En algunos casos, pueden ocurrir reacciones químicas o bioquímicas deseables o indeseables que conducen a cambios en el color, textura, olor u otras propiedades del producto sólido. En la fabricación de catalizadores, por ejemplo, las condiciones de secado pueden producir diferencias significativas en la actividad del catalizador mediante el cambio de la superficie interna.

El secado se produce al efectuar la vaporización del líquido mediante el suministro de calor a la materia prima húmeda. El calor puede ser suministrado por convección (secadores directos), por conducción (secadores de contacto o indirectos), radiación o volumétricamente mediante la colocación del material húmedo en un horno de microondas o un campo electromagnético de radiofrecuencia. Más del 85 por ciento de los secadores industriales son del tipo de convección con aire caliente o gases de combustión directos como medio de secado. Más del 99 por ciento de las aplicaciones implican la eliminación de agua. En todos los casos excepto en el suministro de calefacción por lo que el calor debe difundirse en el sólido principalmente por conducción. El líquido debe viajar a la frontera del material antes de que sea transportado por el gas portador (o por aplicación de vacío para secadores no convectivos).

2.1. TECNOLOGÍAS PARA EL SECADO INDUSTRIAL

Se están desarrollando continuamente nuevos secadores como resultado de las demandas industriales. Se otorgan más de 250 patentes de los EE.UU. cada año en relación con secadores (equipos) y secado (proceso), en la Comunidad Europea se publican anualmente cerca de 80 patentes sobre secadores. Basta señalar que muchas de las nuevas tecnologías (por ejemplo, vapor sobrecalentado) eventualmente podrían sustituir a los secadores convencionales en las próximas décadas. Las nuevas tecnologías son inherentemente más arriesgadas y más difíciles de expandir. De ahí la

reticencia natural a su adopción. Algunas técnicas de secado convencionales y más recientes se enumeran en la Tabla 1.

Tabla 1. Técnicas de secado convencionales frente a innovadoras (Mujumdar, 2000).

Tipo de alimentación	Tipo de secadero	Nuevas técnicas
Suspensión líquida	<ul style="list-style-type: none"> • Tambor • Spray 	<ul style="list-style-type: none"> • Lecho fluidizado/spouted bed con partículas inertes • Combinación spray/lecho fluidizado • Secador de cinta a vacío • Secadores de combustión pulsada
Pasta/lodos	<ul style="list-style-type: none"> • Spray • Tambor • Paletas 	<ul style="list-style-type: none"> • Spouted bed con inertes • Lecho fluidizado con recirculación de sólidos • Secadores de vapor sobrecalentado
Partículas	<ul style="list-style-type: none"> • Rotatorio • Flash • Lecho fluidizado (aire caliente o gas de combustión) 	<ul style="list-style-type: none"> • Secador LF con vapor sobrecalentado • Lecho vibratorio • Secador de anillo • Lecho fluido pulsado • Secador con zona eyectada • Secador rotatorio Yomato
Hojas continuas (papel recubierto, papel, textiles)	<ul style="list-style-type: none"> • Secadores de contacto multicilindro • Pinzamiento (aire) 	<ul style="list-style-type: none"> • Secadores de pinzamiento/radiación combinada • Pinzamiento y microondas o radiante

2.1.1. Secaderos para partículas y granulados sólidos

A continuación se realiza una breve explicación de los secaderos más utilizados para el secado de partículas y granulados, que es el material a secar en el proyecto.

Secador de bandeja

Con mucho, el secador más común para pequeños tonelajes, un secador de bandejas discontinuo consiste en una pila de bandejas o varias pilas de bandejas colocadas en una cámara de aislamiento grande en el cual se hace circular aire caliente con ventiladores diseñados apropiadamente y paletas de guía.

A menudo, una parte del aire de escape se recircula con un ventilador situado dentro o fuera de la cámara de secado. Estos secadores requieren gran cantidad de mano de obra para cargar y descargar el producto. Típicamente, los tiempos de secado son largos (10-60 horas). La clave de una operación exitosa es la distribución del flujo de aire uniforme sobre las bandejas. A su vez, la bandeja de secado más lento restringe el tiempo de residencia requerido y por lo tanto delimita capacidad del secadero. La deformación de las bandejas también puede provocar una mala distribución del aire de secado y, por tanto, rendimientos pobres en el secadero.

Secador rotatorio

El secador rotatorio en cascada es un secador de contacto directo de funcionamiento continuo que consta de una carcasa cilíndrica que gira lentamente y que está típicamente inclinada respecto a la horizontal unos pocos grados para facilitar el transporte de la materia prima húmeda que se introduce en el tambor en el extremo superior, siendo retirado el producto seco por el extremo inferior.

El medio de secado (aire caliente, gases de combustión, etc.) fluye axialmente a través del tambor ya sea simultáneamente con la materia prima o en contracorriente. El último modo se prefiere cuando el material no es sensible al calor y necesita ser secado a niveles muy bajos de contenido de humedad. Se prefiere el modo concurrente para materiales sensibles al calor y para velocidades de secado más altas en general.

Secador de liofilización

Los sólidos altamente sensibles al calor, tales como algunos materiales biotecnológicos, productos farmacéuticos y alimentos con alto contenido de sabor, pueden ser liofilizados a un costo que es al menos un orden de magnitud mayor que la de secado convencional. Aquí, el secado se produce por debajo del punto triple del líquido por la sublimación de la humedad congelada en vapor, que luego se retira de la cámara de secado por medio de bombas de vacío mecánicas o eyectores de chorro de vapor. En general, la liofilización se obtiene el producto de mayor calidad que en las técnicas de deshidratación. La retención del sabor es también alta debido a la operación a baja temperatura (-40 ° C).

El túnel de liofilización es, básicamente, un armario de vacío de gran tamaño en la que se carga el material a intervalos a través de una esclusa de vacío en un extremo del túnel. Los productos secos se descargan a través de una esclusa de vacío en el otro extremo de la cámara de secado. Se utiliza vapor a baja presión para calentar las placas en las que se asientan las bandejas.

Secador de lecho fluidizado (SLF)

Los SLF se han hecho muy populares en los últimos treinta años debido a sus numerosas características favorables para el secado de las partículas que pueden ser fluidizadas. Las piezas grandes que no pueden ser fluidizadas por sí mismas pueden ser sumergidas en un lecho fluidizado de partículas inertes fluidizables más pequeñas y secas. La mayoría de las variantes mostradas se utilizan en aplicaciones de secado industriales en proporciones variables. Curiosamente, fluidizando solo unas partes del lecho a lo largo de un tiempo es posible efectuar un ahorro importante en los costes de energía, por ejemplo, en los llamados lechos fluidizados pulsados (Gawrzynski y Glaser, 1996). En secado en batch, una estrategia de control mantiene la temperatura del lecho constante mediante el ajuste de la entrada de calor, ahorrando energía (y tiempo), mientras que mejora la calidad de los productos sensibles al calor (Devahastin y Mujumdar, 1999).

Secador de lecho en surtidor (Spouted Bed)

Estos son esencialmente lechos fluidizados modificados que fluidizan especialmente partículas más grandes pertenecientes al grupo D de Geldart (por ejemplo, cereales y legumbres). Tienen un movimiento de recirculación interna característica y un movimiento tipo fuente en la superficie superior. El movimiento de las partículas es regular en lugar de caótico (o al azar) como en el lecho fluidizado. Mediante el uso de draft-tubes, diseños bidimensionales y/o una acción mecánica que controle el chorro, es posible eliminar o aliviar varias de las deficiencias de los secaderos de simetría axial convencionales. Así, pueden utilizarse para fluidizar cualquier tipo de partícula. Son dispositivos muy simples que no han sido explotados completamente todavía. Es de destacar que para las partículas con resistencia interna principalmente al calor y transferencia de masa (por ejemplo, granos) el calentamiento intermitente del aire que echa en chorro, así como los chorros intermitentes pueden conducir a un ahorro sustancial en los costos de energía con una posible mejora de la calidad.

2.2. CINÉTICA DE SECADO

Se considera el secado de un sólido húmedo en condiciones de secado fijas. En la mayoría de los casos generales, después de un período inicial de ajuste, el contenido de humedad en base seca, X , disminuye linealmente con el tiempo, t , tras el inicio de la evaporación. A esto le sigue una disminución no lineal de X con t hasta que, después de un tiempo el sólido alcanza su contenido de humedad de equilibrio (X^*) y el secado se detiene. Un término importante es el contenido de humedad libre X_f , que se define como:

$$X_f = (X - X^*) \quad (1)$$

La caída de la velocidad de secado se da en $X_f = 0$. Por convención, la velocidad de secado, N , se define, en condiciones de secado constantes, como:

$$N = -\frac{M_s}{A} \frac{dX}{dt} \quad \text{ó} \quad -\frac{M_s}{A} \frac{dX_f}{dt} \quad (2)$$

En la Ecuación (2), N ($\text{kg m}^{-2} \text{h}^{-1}$) es la velocidad de evaporación de agua, A es el área de evaporación (puede ser diferente del área de transferencia de calor) y M_s es la masa de sólido seco. Si A no es conocida, entonces la velocidad de secado puede ser expresada en kg de agua evaporada por hora. Una gráfica de N en función X (o X_f) es la llamada curva de velocidad de secado. Esta curva debe obtenerse siempre en condiciones de secado constantes. Se ha de tener en cuenta que, en los secadores reales, el material secado es generalmente expuesto a diferentes condiciones (por ejemplo, diferentes velocidades de gas-sólido relativo, diferentes temperaturas y humedades de gas, diferentes orientaciones de flujo). Por lo tanto, es necesario desarrollar una metodología con el fin de interpolar o extrapolar datos de la velocidad de secado limitados a unas condiciones de funcionamiento.

La Figura 1 muestra la típica curva de secado teórica en la que se pueden apreciar dos partes notorias diferenciadas: un período de régimen constante y uno de caída de régimen, aunque teóricamente existen o se pueden apreciar tres etapas del proceso o períodos de secado.

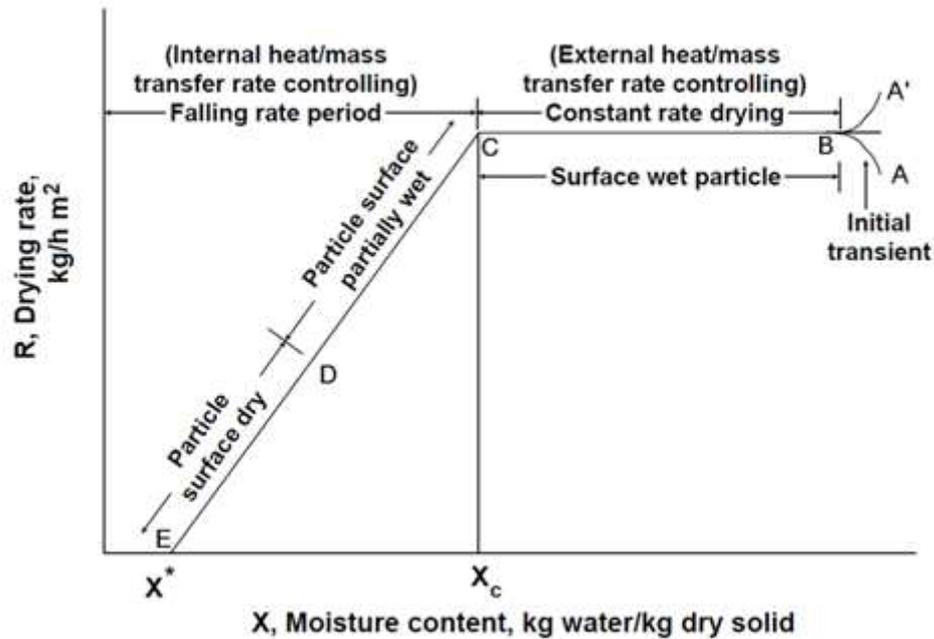


Figura 1. Curva típica de secado bajo condiciones de operación constantes (Mujumdar y Devahastin, 2000).

Etapa A-B: Es una etapa de calentamiento (o enfriamiento) inicial del sólido normalmente de poca duración en la cual la evaporación no es significativa por su intensidad ni por su cantidad. En esta etapa el sólido se calienta desde la temperatura ambiente hasta que se alcance el equilibrio entre el enfriamiento por evaporación y la absorción de calor de los gases. Este equilibrio se alcanza a la temperatura de bulbo húmedo del gas.

Etapa B-C: Es el llamado primer período de secado o período de velocidad de secado constante; donde se evapora la humedad libre o no ligada del material y predominan las condiciones externas. En este período el sólido tiene un comportamiento no higroscópico. La velocidad de secado se mantiene constante si el gas tiene un estado estacionario y en general depende solo de las propiedades y velocidad del mismo. Si durante el proceso, el gas se enfría, la velocidad de secado decrece pero sigue en esta zona dependiendo de factores externos al sólido. Durante este período la temperatura del sólido se mantiene igual a la de bulbo húmedo del gas, ya que se mantiene el equilibrio alcanzado al final de la etapa de calentamiento.

Etapa C-E: Es el segundo período de secado o período de velocidad de secado decreciente; donde se evapora la humedad ligada del material y predominan las condiciones internas o las características internas y externas simultáneamente. En estas condiciones el sólido tiene un comportamiento higroscópico. Durante el período, la temperatura del material sobrepasa la de bulbo húmedo debido a que el descenso de la velocidad de secado rompe el equilibrio térmico que mantiene estable la temperatura y una parte considerable del calor se emplea en un calentamiento del sólido. Ahora la humedad deberá ser extraída del interior del material con el consiguiente incremento de la resistencia a la evaporación.

Este período de velocidad decreciente puede dividirse en dos partes, con diferentes comportamientos de la velocidad de secado, la cual decrece cada vez más al disminuir la humedad del sólido. Esto implica dos modelos de secado diferente en dicha zona.

Un parámetro muy importante a determinar en los materiales a secar es la humedad a la cual se cambia del primero al segundo período, llamada humedad crítica (X_c). Esta depende del tipo del material y de la relación de secado en el primer período.

La forma de la curva de secado en el segundo período varía en dependencia de las características del material a secar. Existen curvas típicas de cuerpos capilaroporosos con grandes superficies específicas y de pequeñas superficies específicas así como de cuerpos coloidales (Madariaga, 1995). Keey (1978), junto con Menon y Mujumdar (1992) dan información detallada de los tipos de curvas de secado.

Por otro lado, en la Tabla 2 se recogen valores de contenido de humedad críticos aproximados para algunos materiales. Se ha de tener en cuenta que un material puede mostrar más de un contenido de humedad crítico, cambiando bruscamente la forma de la curva de velocidad de secado. Esto generalmente se asocia con cambios en los mecanismos subyacentes de secado debido a los cambios estructurales o químicos. También es importante tener en cuenta que X_c no es únicamente una propiedad del material. Depende de la velocidad de secado en las condiciones dadas, por lo que se debe determinar experimentalmente.

Tabla 2. Contenidos de humedad críticos aproximados de los diferentes materiales.

Material	Contenido crítico de humedad (kg agua/kg sólido seco)
Cristales de sal, sal de roca, arena, lana	0.05-0.10
Ladrillo de arcilla, caolín, arena triturada	0.10-0.20
Pigmentos, papel, tierra, tejidos de lana peinada	0.20-0.40
Algunos alimentos, carbonato de cobre, lodos	0.40-0.80
Cuero al cromo, verduras, frutas, gelatina, geles	> 0.80

En la bibliografía se ha encontrado que N_c (referida el periodo de velocidad constante) se puede calcular utilizando técnicas empíricas o analíticas para estimar las velocidades de transferencia de calor y masa externas, de modo que quedará expresado en los términos de la Ecuación (3) (Keey, 1978; Geankoplis, 1993).

$$N_c = \frac{\sum q}{\lambda_s} \quad (3)$$

Donde el sumatorio de q representa la suma de los flujos de calor debido a la convección, conducción y/o la radiación y λ_s es el calor latente de vaporización a la temperatura del sólido. En el caso del secado puramente convectivo, la superficie de secado siempre se satura con agua en el período de velocidad constante y por lo tanto la película de líquido alcanza la temperatura de bulbo húmedo. La temperatura de bulbo húmedo es independiente de la geometría del objeto de secado debido a la analogía entre el calor y transferencia de masa.

La velocidad de secado en el periodo de velocidad decreciente es una función de X (o X_f) y debe determinarse experimentalmente para un material dado secado en un determinado tipo de secador.

Si se conoce la curva de velocidad de secado (N en función X), el tiempo de secado total requerido para reducir el contenido de humedad del sólido desde X_1 a X_2 puede ser calculado simplemente por:

$$t_d = - \int_{X_1}^{X_2} \frac{M_s}{A} \frac{dX}{N} . \quad (4)$$

En la Tabla 3 se enumeran las expresiones para el tiempo de secado de velocidad constante, las velocidades decrecientes lineales y una velocidad decreciente controlada por difusión líquida de agua en un bloque fino definido. Los subíndices c y f se refieren a los períodos de velocidad constante y decreciente, respectivamente. El tiempo total de secado es, por supuesto, una suma de los tiempos de secado en dos períodos sucesivos. Se obtienen diferentes expresiones analíticas para el tiempo de secado t_f dependiendo de la forma funcional de N o el modelo utilizado para describir la velocidad decreciente, por ejemplo, la difusión de líquido, capilaridad o evaporación-condensación. Para algunos sólidos, un modelo de retroceso del frente (en el que la superficie de evaporación se aleja en el sólido secado) obtiene un buen ajuste con las observaciones experimentales. El objetivo principal de todos los modelos de secado de velocidad decreciente es permitir la extrapolación fiable de datos cinéticos de secado en diversas condiciones de funcionamiento y geometrías de productos.

Tabla 3. Tiempos de secado para diferentes modelos de secado (Mujumdar, 1997)

Modelo	Tiempo de secado
$N=N(X)$ (General)	$t_d = \frac{M_s}{A} \int_{X_2}^{X_1} \frac{dX}{N}$ (5)
$N=N_c$ (Período de velocidad constante)	$t_c = - \frac{M_s (X_2 - X_1)}{A N_c}$ (6)
$N=aX+b$ (Período de velocidad decreciente)	$t_f = \frac{M_s (X_1 - X_2)}{A (N_1 - N_2)} \ln \frac{N_1}{N_2}$ (7)
$N=Ax$ $X^* \leq X_2 \leq X_c$	$t_f = \frac{M_s X_c}{A N_c} \ln \frac{X_c}{X_2}$ (8)
Modelo de difusión del líquido	$t_f = \frac{4a^2}{\pi D_L} \ln \frac{8X_1}{\pi^2 X_2}$ (9)

La expresión de t_f en la Tabla 3 usando el modelo de difusión líquida (segunda ley de difusión de Fick aplicada a la difusión en sólidos sin base fundamental real) se obtiene resolviendo analíticamente la siguiente ecuación diferencial parcial:

$$\frac{\partial X_f}{\partial t} = D_L \frac{\partial^2 X_f}{\partial x^2} \quad (10)$$

Sujeta a las siguientes condiciones iniciales y de contorno:

- $X_f = X_i$, en todas partes del lecho en $t = 0$.
- $X_f = 0$, en $x = a$ (parte superior, superficie de evaporación).
- $\frac{\partial X_f}{\partial t} = 0$, en $x = 0$ (parte de debajo, superficie de no evaporación).

El modelo supone la difusión de líquido unidimensional con difusividad efectiva constante, D_L , y sin efectos del calor. X_2 es el contenido de humedad libre promedio en t

= t_f obtenido mediante la integración de la solución analítica $X_f(x, t_f)$ sobre el espesor del bloque, a . La expresión en la Tabla 3 es aplicable sólo para tiempos de secado largos, ya que se obtiene mediante la retención de sólo el primer término en la solución de la serie infinita de la ecuación diferencial parcial.

La difusividad de la humedad en los sólidos es una función de la temperatura y el contenido de humedad. Para materiales fuertemente contraídos el modelo matemático utilizado para definir D_L debe tener en cuenta los cambios en la trayectoria de difusión. La dependencia de la temperatura de la difusividad se describe adecuadamente mediante la ecuación de Arrhenius de la siguiente manera:

$$D_L = D_{L,0} \exp \left[-\frac{E_a}{RT_{abs}} \right] \quad (11)$$

Donde D_L es la difusividad, E_a es la energía de activación y T_{abs} es la temperatura absoluta.

Okos y cols. (1992) han dado una amplia recopilación de los valores de D_L y E_a para diferentes materiales alimenticios. Zogzas y cols. (1996) proporcionan una extensa bibliografía sobre el tema. Los rangos aproximados de difusividad de la humedad para algunos materiales se han recopilado en la Tabla 4.

Tabla 4. Rangos aproximados de difusividad efectiva de la humedad en algunos materiales (Zogzas y cols., 1996)

Material	Contenido de humedad (kg/kg, b.s.)	Temp. (°C)	Difusividad (m ² /s)
Alfalfa (tallos)	3.70	26	2.6×10^{-10} - 2.6×10^{-9}
Alimentación animal	0.01-0.15	25	1.8×10^{-11} - 2.8×10^{-9}
Arena de mar	0.07 - 0.13	60	2.5×10^{-8} - 2.5×10^{-6}
Arroz	0.10 - 0.25	30 - 50	3.8×10^{-8} - 2.5×10^{-7}
Caolín	< 0.50	45	1.5×10^{-8} - 1.5×10^{-7}
Fibrocemento	0.10-0.60	20	2.0×10^{-9} - 5.0×10^{-9}
Galleta	0.10 - 0.60	20 - 100	8.6×10^{-10} - 9.4×10^{-8}
Gel de sílice	-	25	3.0×10^{-6} - 5.6×10^{-6}
Gel del almidón	0.20 - 3.00	30 - 50	1.0×10^{-10} - 1.2×10^{-9}
Glucosa	0.08 - 1.50	30 - 70	4.5×10^{-12} - 6.5×10^{-10}
Hoja de tabaco	-	30 - 50	3.2×10^{-11} - 8.1×10^{-11}
Huevo líquido	-	85 - 105	1.0×10^{-11} - 1.5×10^{-11}
Ladrillo de arcilla	0.20	25	1.3×10^{-8} - 1.4×10^{-8}
Lana de vidrio	0.10 - 1.80	20	2.0×10^{-9} - 1.5×10^{-8}
Madalena	0.10 - 0.95	20 - 100	8.5×10^{-10} - 1.6×10^{-7}
Madera blanda	-	40 - 90	5.0×10^{-10} - 2.5×10^{-9}
Madera, álamo amarillo	1.00	100 - 150	1.0×10^{-8} - 2.5×10^{-8}
Manzana	0.10-1,50	30 - 70	1.0×10^{-11} - 3.3×10^{-9}
Músculos de peces	0.05 - 0.30	30	8.1×10^{-11} - 3.4×10^{-10}
Papel, dirección del espesor	~ 0.50	20	5.0×10^{-11}
Papel, dirección del plano	~0.50	20	1.0×10^{-6}
Pasas	0.15 - 2.40	60	5.0×10^{-11} - 2.5×10^{-10}
Peperoni	0.16	12	4.7×10^{-11} - 5.7×10^{-11}
Plátano	0.01-3.50	20 - 40	3.0×10^{-13} - 2.1×10^{-10}

Material	Contenido de humedad (kg/kg, b.s.)	Temp. (°C)	Difusividad (m ² /s)
Soja	0.07	30	$7.5 \times 10^{-13} - 5.4 \times 10^{-12}$
Trigo	0.12 - 0.30	21 - 80	$6.9 \times 10^{-12} - 2.8 \times 10^{-10}$
Zanahoria	0.01 - 5.00	30 - 70	$1.2 \times 10^{-9} - 5.9 \times 10^{-9}$

Cabe señalar que el D_L no es una verdadera propiedad del material y se debe tener cuidado en la aplicación de las correlaciones de difusividad efectiva obtenidos con formas geométricas simples (por ejemplo, bloque, cilindro o esfera) en contraposición a las formas más complejas realmente existentes en la práctica, ya que esto puede dar lugar a resultados calculados incorrectos (Gong y cols., 1997).

Además de ser dependiente de formas geométricas, la difusividad depende también de las condiciones de secado. A niveles muy altos de actividad, no se observan diferencias pero a niveles de actividad más bajos, la difusividad puede diferir por un orden de magnitud debido a la inherentemente diferente estructura física del producto seco. Por lo tanto, la difusividad efectiva es considerada como una propiedad agrupada que en realidad no distingue entre el transporte de agua por difusión líquida o de vapor, flujo capilar o hidrodinámico, debido a gradientes de presión creados en el material durante el secado. Además, los valores de difusividad mostrarán variaciones grandes si el material se sufre una transición vítrea durante el proceso de secado.

2.3. IMPORTANCIA DEL DIÁMETRO DE PARTÍCULA. CLASIFICACIÓN DE GELDART.

A la hora de hablar de fluidización de partículas, un parámetro muy importante es el diámetro de partícula. Los parámetros más utilizados y que definen una muestra son el d_{10} , d_{50} , d_{90} y el diámetro medio de partícula ($\overline{d_p}$). Los tres primeros se definen como el diámetro de partícula que indica que, respectivamente, el 10, 50 y 90 %, de la muestra es menor que ese tamaño. Estos parámetros dan una idea de la distribución del tamaño de partículas de la muestra. Para calcular el diámetro medio de partícula se debe utilizar la Ecuación (12), siendo x_i la fracción recogida en cada tamiz y d_{p_i} , el diámetro medio de partícula recogido cada tamiz (media aritmética entre la luz de malla de ese tamiz y el inmediatamente superior).

$$\overline{d_p} = \frac{1}{\sum_{i=1}^n \frac{x_i}{d_{p_i}}} \quad (12)$$

Geldart (1973) clasificó el comportamiento de una gran variedad de sólido en grupos, cuando éstos se fluidizan. Los principales grupos clasificados de acuerdo a su tamaño y densidad de partícula, son los siguientes, que vienen representados en la Figura 2 (Kunii y Levespiel, 1990).

Grupo A. Tienen un tamaño de partícula de 20 a 100 micras u una densidad de las partículas típicamente de 1400 kg/m^3 . Un lecho fluidizado lleno de este tipo de partículas, debido a la reducción de densidad aparente, se expande notablemente (factor de 2 a 3) antes de que aparezcan burbujas y colapsa lentamente cuando el flujo de gas se corta. Las burbujas de gas suben más rápido que el gas percolado a través de la

emulsión. Las partículas del FCC son un ejemplo típico. La mayoría de materiales granulares a partir de este grupo se utilizan como material inerte en el lecho fluidizado.

Grupo B. Este tipo de partículas contiene la mayor parte de las partículas de tamaño medio ($40 \leq dp \leq 500$ micras) y la densidad ($1,500 \leq \rho_p \leq 4000 \text{kg/m}^3$). La mayoría de las aplicaciones industriales utilizan partículas de tipo B, como por ejemplo, las partículas inertes utilizadas con la biomasa y el carbón en cámaras de combustión para asegurar una buena calidad de fluidización. Las burbujas aparecen dentro del lecho a la velocidad mínima de fluidización o ligeramente por encima de la misma. La expansión es pequeña y el lecho se colapsa rápidamente cuando la corriente se corta.

Grupo C. Son partículas de tamaño muy pequeño (alrededor $dp = 40$ micras o menos). El proceso de fluidización de estas partículas está dominado por las fuerzas interparticulares, por lo tanto es difícil de lograr una buena fluidización. Por lo general, aparecen canales o vías preferenciales a la hora de fluidizar. Esto da como resultado un mal contacto del fluido con las partículas y puede requerir la aplicación de una fuerza externa tal como agitación mecánica. Un ejemplo de las partículas de tipo C son polvos de harina.

Grupo D. Las partículas en esta área superan las 600 micras, y por lo general tienen una alta densidad. La fluidización de este grupo requiere una capacidad de flujo muy alta y tiende a producir altos niveles de desgaste en el proceso. Las burbujas suben más lentamente que el resto de la percolación de gas a través de la emulsión. Ejemplos típicos son el secado de maíz, granos de café tostado o guisantes, la gasificación del carbón y la calcinación de mineral de ciertos metales, los cuales se procesan generalmente en pequeños lechos fluidizados o mediante la tecnología de spouted bed.

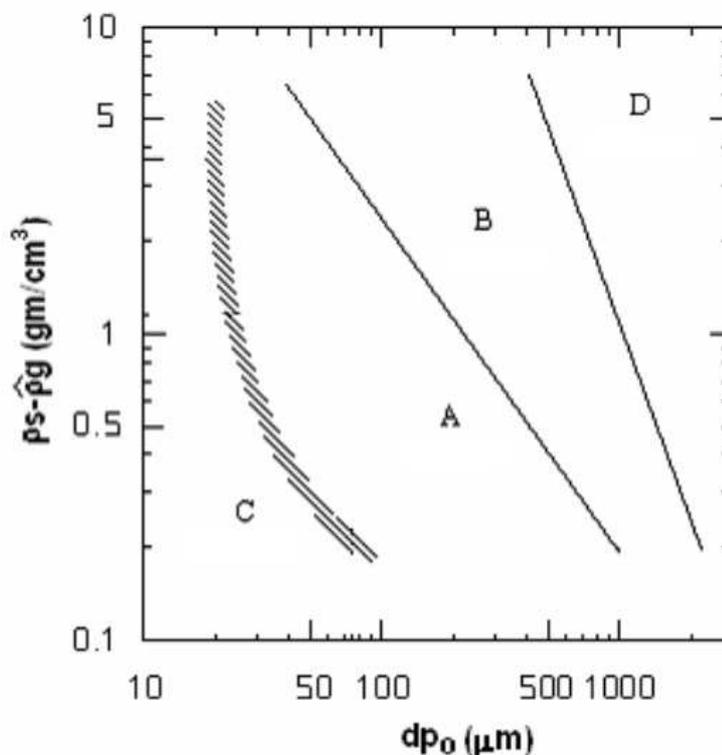


Figura 2. Clasificación Geldart de las partículas sólidas.

3. EXPERIMENTAL

En las próximas líneas se describen los métodos experimentales para la realización de la caracterización de los materiales, así como de la obtención de la cinética de secado de los materiales arenosos que han utilizado en este trabajo.

3.1. CARACTERIZACIÓN DE LAS ARENAS

Las arenas utilizadas en este trabajo son dos arenas obtenidas como subproductos en las industrias de obtención de caolín. Por motivos de confidencialidad, no se pueden dar más datos de las mismas, salvo los resultados propios obtenidos en las pruebas de caracterización que se detallan en el siguiente apartado.

3.1.1. Determinación de humedad, densidad real y densidad del lecho

Para determinar la humedad se ha introducido en un horno un reloj de vidrio previamente pesado con una cantidad de material cercana a 10 g, manteniéndolo a 105°C de temperatura durante 24 horas. Transcurrido ese tiempo se ha vuelto a pesar para determinar la cantidad de masa perdida que será igual a la humedad perdida.

La densidad de lecho aflojado se define como el cociente entre la masa y el volumen ocupado en un empaquetamiento no forzado. Su medida se ha realizado utilizando un recipiente cuyo diámetro es más de 10 veces superior al del diámetro de la partícula y cargando el lecho hasta una altura 10 veces superior al diámetro del recipiente (Brown y Richards, 1970). Después se ha vertido agua gota a gota hasta que ésta rellena todos los huecos de modo que midiendo el agua necesaria se ha podido medir el volumen real t calculado la densidad de lecho real, cuyo valor se ha comparado después con el obtenido en la porosimetría.

3.1.2. Granulometría con tamices

Los ensayos de granulometría por tamices se han realizado en una tamizadora CISA RP 200N utilizando los tamices de 50, 100, 200 300, 400, 500, 630 y 800 μm . Se han cargado unos 100 g de muestra y se mantiene la vibración durante 5 minutos con una amplitud de 1.7. El cálculo de la proporción de cada fracción se lleva a cabo tras pesada de cada una de ellas en una balanza de precisión. Previamente a este análisis, las muestras se secaron en estufa a 105 °C durante 24 h.

3.1.3. Porosimetría de Hg y absorción con hidrógeno

La porosimetría se ha realizado en un porosímetro de Hg, Autopore 9220 de Micromeritics, para el estudio de macroporos.

Por su parte, la adsorción-desorción de N_2 se ha llevado a cabo en un equipo de absorción de N_2 , ASAP 2000 de Micromeritics, para el estudio de los microporos y mesoporos. Para ello en primero lugar se realiza una desgasificación de la muestra a vacío de $2 \cdot 10^{-3}$ mm Hg, seguido de calentamiento a 150°C durante un tiempo mínimo de 8h para eliminar las posibles impurezas adsorbidas sobre la superficie de las muestras. Una vez desgasificada se procede a realizar la adsorción de nitrógeno (Air Liquid,

99,9995%) a la temperatura de N₂ líquido (77 K) en múltiples etapas de equilibrio hasta saturación de la muestra, recogiendo valores de presión de equilibrio alcanzados en cada etapa tras añadir un volumen conocido de N₂.

Seguidamente se lleva a cabo la desorción, eliminando consecutivamente volúmenes conocidos de gas hasta volver a un valor de presión determinado. El experimento se lleva a cabo en el intervalo de presiones relativas de 0.01 a 1. La cantidad de muestra a utilizar debe ser tal que garantice al menos 10 m² de área específica, pero siempre introduciendo al menos 100 mg de muestra (Webb y Orr, 1997). Con ello, se consiguen las isotermas de adsorción-desorción de N₂ que permiten obtener información acerca del área específica superficial BET, volumen de micro-mesoporos y distribución del tamaño de poro y diámetro medio de poro de los materiales a analizar

3.1.4. Análisis morfológico

El análisis morfológico se ha llevado a cabo por microscopía electrónica de barrido. La microscopía electrónica permite obtener imágenes con una resolución del orden de Å, gracias a la menor longitud de onda del haz de electrones en comparación con el haz de luz de un microscopio óptico. Dicho haz de electrones incide sobre la muestra y de la interacción de estos electrones con los átomos de la misma, surgen señales que tras ser traducidas dan lugar a las imágenes ampliadas de la muestra.

El fundamento del microscopio electrónico de barrido (SEM) consiste en hacer incidir a vacío un delgado haz de electrones acelerados, con energías desde unos cientos de eV hasta unas decenas de keV (50 keV), sobre una muestra conductora. Este haz se focaliza sobre un punto de la superficie de la muestra de forma que realizar un barrido de la misma siguiendo una trayectoria de líneas paralelas. El número de electrones emitidos se recoge en un detector y se amplifica para cada posición de la sonda, es decir, para cada punto de la superficie. Cada punto leído de la muestra corresponde a un pixel en un monitor de televisión. Cuanto mayor sea el número de electrones contados por el dispositivo, mayor será el brillo del pixel en la pantalla a medida que el haz de electrones barre la muestra, se presenta toda la imagen de la misma en el monitor.

3.1.5. Análisis químico

El análisis se lleva a cabo por espectrometría de fluorescencia de rayos X. Ésta es una técnica analítica con la que se pueden identificar y determinar la composición de los elementos presentes en una muestra sólida o líquida, incluyendo las impurezas en cantidades traza. El análisis de las muestras se ha de realizar sobre una perla de vidrio en atmósfera de vacío. Cada perla se ha preparado por fusión en un microhorno de inducción mezclando con el fundente Spectromelt A12 de la casa Merck (ref. nº 11802), compuesto por un 66% de tetraborato de litio y un 34% de metaborato de litio; la muestra seca y molida en proporciones aproximadas de 20:1.

Los análisis químicos se han realizado se han llevado a cabo en los Servicios Generales de la UPV/EHU (SGIker) empleando un espectrómetro secuencial de fluorescencia de rayos X por dispersión de longitud de onda (WDXRF), de la marca PANalytical, modelo AXIOS, dotado con tubo de Rh y tres detectores (flujo gaseoso, centelleo y sellado de Xe). Para la confección de las rectas de calibrado se han utilizado patrones internacionales bien caracterizados de rocas y minerales.

3.1.6. Análisis mineralógico

En análisis mineralógico se realiza con la técnica de difracción de rayos X. Esta técnica permite estudiar la estructura interna de los sólidos cristalinos, identificar cualitativamente las fases o compuestos presentes en una muestra pulverizada, determinar el tamaño de cristal, realizar estudios de polimorfismo, transición de fase, etc. En este trabajo se aplica la técnica de XRD únicamente para identificar las fases presentes en los materiales analizados. Los experimentos de XRD se han llevado a cabo en SGIker, mediante un difractómetro PANalytical X'pert PRO, equipado con anticátodo de cobre $\text{CuK}\alpha$ radiación ($\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$), goniómetro vertical theta-theta (geometría Bragg-Brentano), intercambiador automático de muestras, monocromador secundario de grafito y detector rápido PixCel. Las condiciones instrumentales de medida de los difractogramas han sido una corriente del generador de entre 40 kV y 40 mA, un tubo de cobre con una $\lambda_{\text{Cu-K}_{\alpha\text{media}}}$ de $1,541874 \text{ \AA}$ ($\lambda_{\text{Cu-K}_{\alpha 1}} = 1,540598 \text{ \AA}$ y $\lambda_{\text{Cu-K}_{\alpha 2}} = 1,544426 \text{ \AA}$) y un barrido angular de 5 a 80° con paso de 0.026° en 2θ y tiempo de medida por paso de 300 s. Previamente a este análisis, las muestras se secaron en estufa a 110°C durante 24 h.

Para el tratamiento informático del difractograma obtenido e identificación de las fases presentes se ha empleado el software específico PANalytical X'pert HighScore, en combinación con la base de datos PDF2 del ICDD.

3.1.7. Análisis termogravimétrico y pérdida por calcinación

Se ha determinado el contenido en material volátil, carbono fijo y cenizas mediante una termobalanza TGA Q500IR de TA Instruments. Se ha calentado la muestra con una rampa de temperatura de $6^\circ\text{C}/\text{min}$ hasta la temperatura de 1000°C , manteniéndolo isotérmicamente durante 15 min y para comprobar si habría deshidroxidaciones.

La pérdida por calcinación, por su parte, se ha llevado a cabo en una mufla Thermicon P de Heraeus (hasta 1150°C) en la que se ha introducido unas muestras previamente pesadas y se han sometido a un proceso de calentamiento rápido hasta 500°C con una pendiente de $25^\circ\text{C}/\text{min}$ hasta los 1000°C , enfriando la muestra con forzosamente con aire. La pérdida por calcinación se calcula como la fracción entre la masa perdida y la inicial.

3.2. OBTENCIÓN DE LA CURVA DE SECADO

Dado que el objetivo final es el diseño de un secadero, se quiere obtener datos sobre el secado de los materiales a tratar. Dada la imposibilidad de llevar a cabo ensayos en un contactor de tipo spouted bed, se ha decidido realizar los ensayos en un contactor de una tecnología parecida. Por ello, para realizar los experimentos necesarios con el objetivo de obtener la curva de secado de las arenas, se ha utilizado un secadero de lecho fluidizado Biometa con controlador de caudal de aire (no medible), regulador de temperatura (hasta 90°C) y tiempo (0-60 min). En los experimentos se han utilizado 700 gramos de material previamente humedecido y filtrado para extraer la humedad sobrante, introduciéndose en el secadero con una humedad en torno al 30 %. Durante el ensayo, a tiempos diferentes, se han tomado muestras y midiendo la humedad, tomando para ello en torno a 5 gramos de muestra y utilizando para ello en analizador halógeno de humedad METTER TOLEDO HB43.

4. RESULTADOS

En el siguiente apartado se exponen los resultados obtenidos para cada uno de los análisis llevados a cabo con el objetivo de obtener datos importantes de varios parámetros de las arenas utilizadas en el trabajo, así como las curvas de secado obtenidas y los parámetros de difusión calculados.

4.1. CARACTERIZACIÓN DE LAS ARENAS

La humedad con la que se han recibido las arenas y densidad de lecho y real, utilizando la metodología descrita en el apartado anterior, vienen resumidas en la Tabla 6.

Tabla 5. Valores de humedad, densidad de lecho y real de las arenas e intervalo de confianza del 95%

Parámetro	Arena 1	Arena 2
Humedad (% , b.s.)	2.44±0.30	13.01±0.38
Densidad de lecho (kg/m ³)	1576.4±8.7	1384.7±6.4
Densidad real (kg/m ³)	2329.8±14.1	2295.4±37.7

Tal y como puede verse, la Arena 1 muestra una humedad bastante menor que la Arena 2 y una densidad de lecho y real mayor, siendo estos últimos valores cercanos a los valores típicos de materiales arenosos.

En lo que a la granulometría se refiere, los resultados pueden verse en la Figura 3. Además, en la Tabla 6 se recogen los parámetros importantes d_{10} , d_{50} y d_{90} , así como el diámetro de partícula medio. Tal y como puede verse, la Arena 2 muestra un diámetro de partícula inferior a la Arena 1, teniendo esta última una distribución bastante más amplia. Esto último, puede verse de manera más precisa en la Figura 4, en la que se ha añadido una separación por grupos de Geldart, ya que el que haya diferentes tipos de partícula tiene una gran importancia a la hora de la fluidización.

Como puede verse en la Figura 4, la Arena 1 muestra un 1% de partículas del grupo C, un 40% del grupo A, un 59% del grupo B y un porcentaje despreciable del grupo D. Para el caso de la Arena 2, ésta contiene un 40% del grupo C, un 57% del grupo A, un 3% del grupo B y un porcentaje despreciable del grupo D. Esto es importante ya que muestra una mayor distribución en la Arena 1, siendo la mayoría de los grupos A y B y una mayor concentración de partículas menores de 100 micras en la Arena 2, siendo la mayoría de los grupos C y A.

Tabla 6. Parámetros calculados importantes de la granulometría para las arenas estudiadas.

Parámetro	Arena 1	Arena 2
d_{10} (μm)	55	5
d_{50} (μm)	125	40
d_{90} (μm)	325	60
\bar{d}_p (μm)	196.5	47.7

Dado los grupos mayoritarios en las arenas, y que el spouted bed es una tecnología que normalmente se utiliza para fluidizar partículas del grupo D, es de esperar que suponga una gran dificultad a la hora de conseguir una buena fluidización. Además, la amplia distribución de la Arena 1 y el alto porcentaje de partículas difíciles de fluidizar (grupo C) de la Arena 2, suponen un reto a la hora de un diseño único para el secado de ambos tipos de arena.

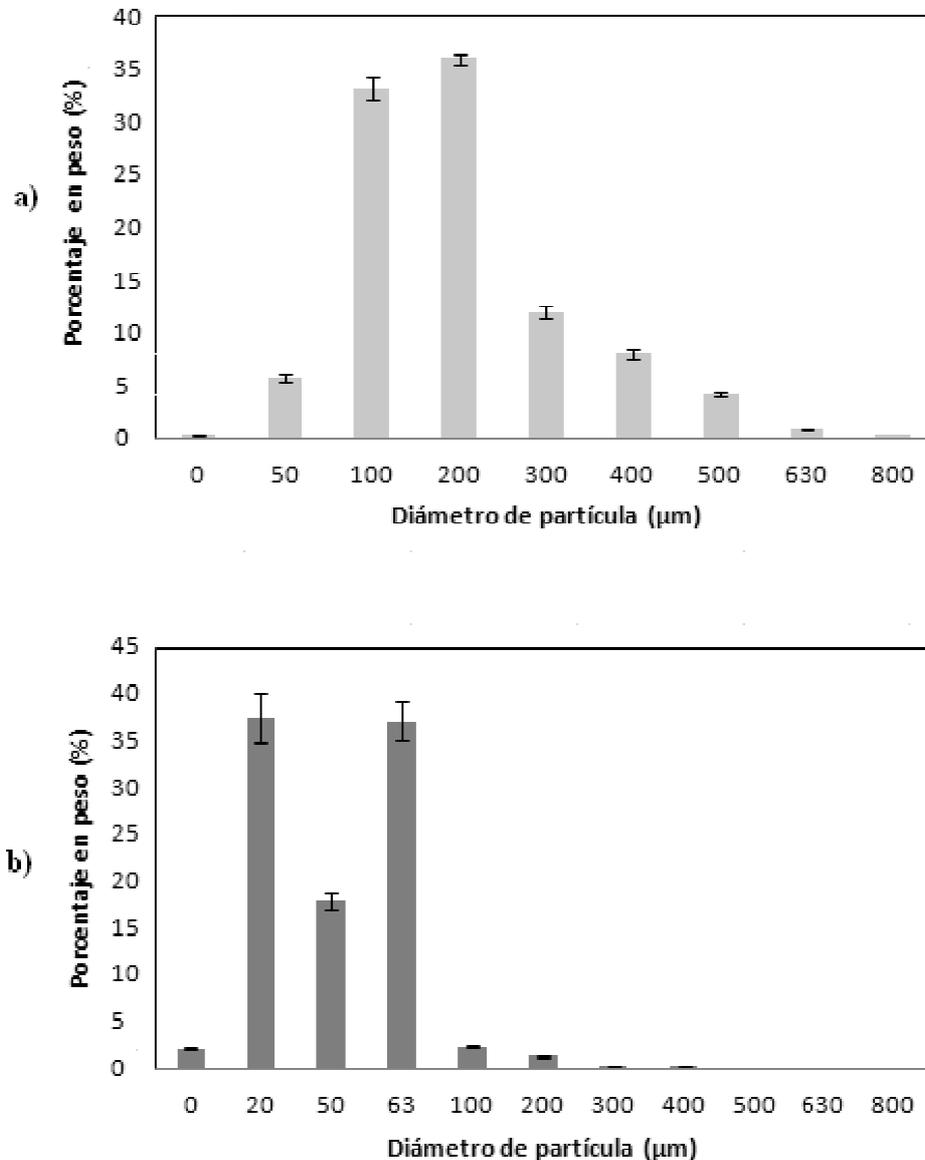


Figura 3. Porcentaje en masa recogido en los tamices para a) Arena 1 y b) Arena 2 y sus respectivos intervalos de confianza.

Por otro lado, se ha realizado una porosimetría siguiendo la metodología explicada anteriormente, para obtener información acerca de la porosidad de los materiales. De ese modo, los resultados obtenidos para las dos arenas pueden verse en la Tabla 7. La primera conclusión extraíble es que la Arena 2 es mucho más porosa que la Arena 1, lo que podría explicar su contenido mayor de humedad y podría dar lugar a un secado más lento, ya que habría muchas más agua reclusa en los poros, cuya difusión hacia la superficie ralentiza el proceso.

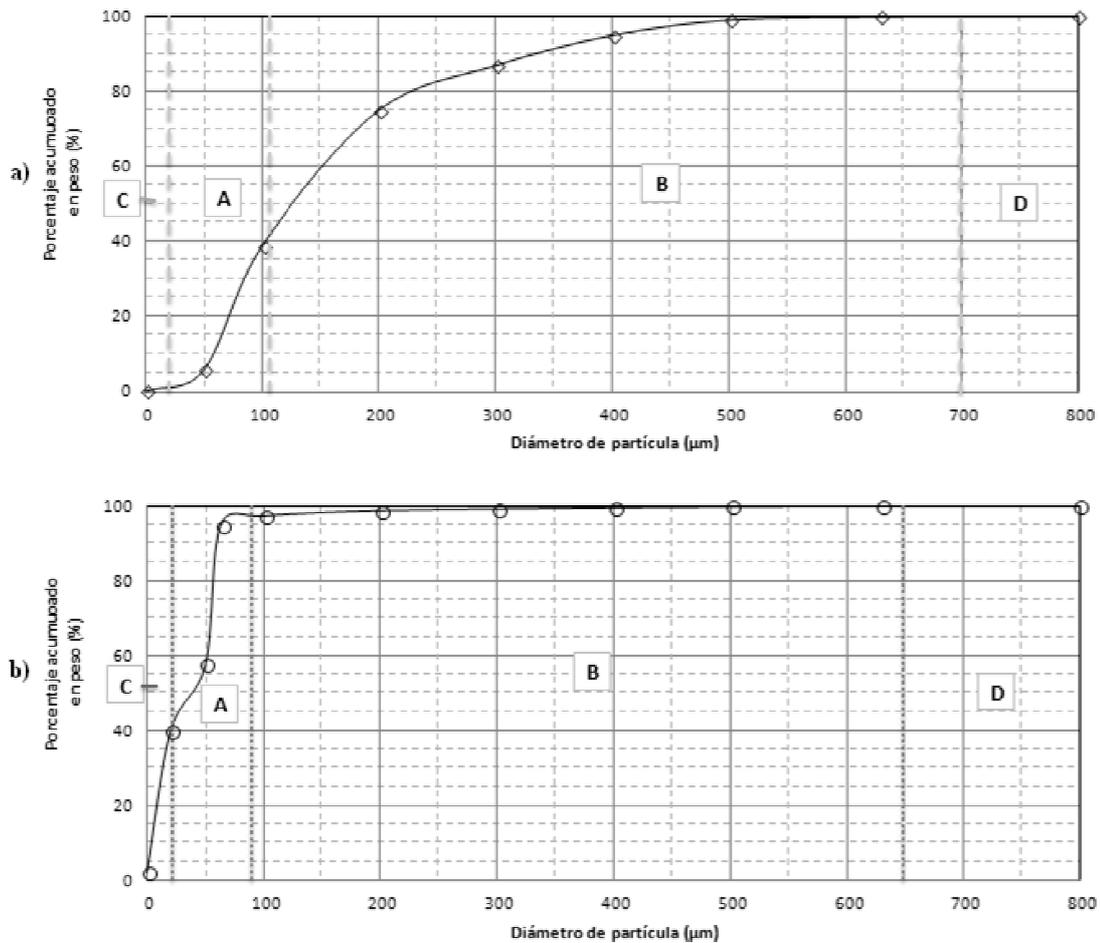


Figura 4. Porcentaje acumulado en masa de lo recogido en los tamices y separación por grupos de Geldart para a) Arena 1 y b) Arena 2.

Por otro lado, las dos muestras muestran un área total de poros similar pero el diámetro medio de de poro es 5 veces mayor en el caso de la Arena 2. Esto da una idea de la porosidad de este tipo de arena ya que aun siendo partículas de diámetro más pequeño, (como se ha visto en los resultados de la granulometría), muestran un diámetro de poro mayor, lo que conlleva una mayor cantidad de zona libre de solido.

Además, si se comparan los datos de densidad de lecho y densidad real con los calculados anteriormente (Tabla 5), podemos ver como los resultados difieren menos de un 10%, aunque siendo una técnica mucho más exacta la porosimetría, se tomaran estos últimos resultados como referencia. Las densidad de lecho y real son parámetros muy importantes que se utilizarán, por ejemplo, a la hora de estudiar la fluidodinámica de los materiales en estudios futuros.

Tabla 7. Resultados más importantes obtenidos en la porosimetría.

Parámetro	Arena 1	Arena 2
Área total de poros (m ² /g)	3.577	3.243
Diámetro medio de poro (μm)	0.1182	0.5777
Densidad de lecho (kg/m ³)	1756	1124
Densidad real (kg/m ³)	2156	2374
Porosidad (%)	18.57	52.65

Finalmente, en la Figura 5 se representan el volumen acumulado e incremental respecto del diámetro de poro. De estos gráficos se puede extraer que la de la Arena 1 es un material macroporoso, mientras que la Arena 2 puede considerarse un material mesoporoso mayoritariamente.

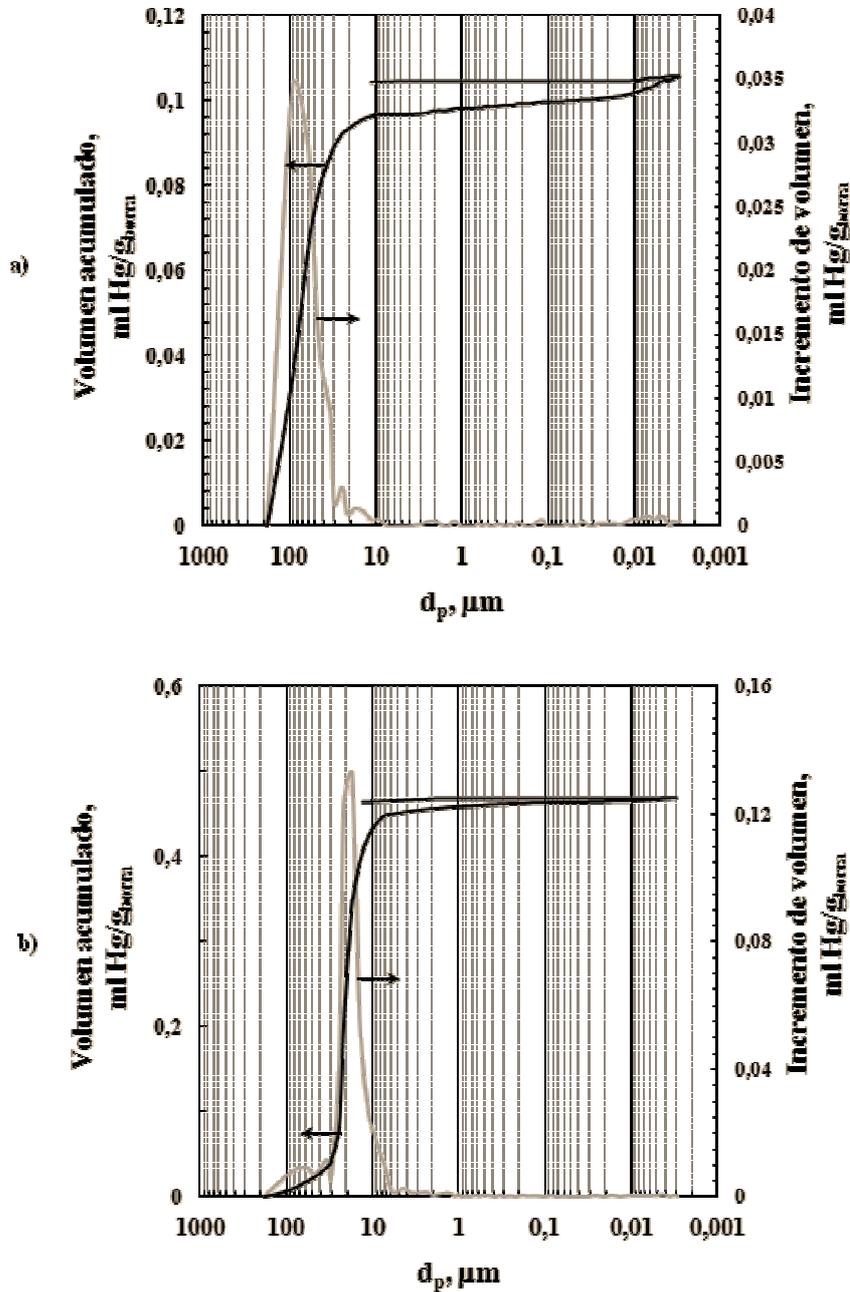


Figura 5. Gráficos de distribución de diámetro de poro (en volumen) para a) Arena 1 y b) Arena 2.

Una vez obtenido estos resultados, se ha realizado una absorción con nitrógeno, para determinar parámetros como el área de superficie BET, de Langmuir o externa. Estos datos pueden verse resumidos en la Tabla 8. Como puede verse, la Arena 2 muestra una superficie en torno a 4 veces mayor en todos los casos, siendo un resultado lógico dado que es un material mucho más poroso. Además, también muestra un área de superficie externa superior, resultado esperado al tener un diámetro de partícula inferior.

Comparando con otras arenas de la bibliografía, las arenas estudiadas muestran una superficie específica superior que las arenas de la bibliografía ($0.05 \text{ m}^2/\text{g}$, (Padmakumar y cols., 2012)).

Tabla 8. Resultados más importantes de la absorción con nitrógeno.

Parámetro	Arena 1	Arena 2
Área de superficie BET (m^2/g)	0.1578 ± 0.0018	0.6079 ± 0.0069
Área de superficie de Langmuir (m^2/g)	0.2049 ± 0.0077	0.7880 ± 0.0292
Área de microporos (m^2/g)	0.0124	0.0674
Área de superficie externa (m^2/g)	0.1455	0.5405
Volumen de microporos (cm^3/g)	0.000003	0.000022

Por otro lado, de la absorción con nitrógeno también se ha extraído información sobre la distribución del tamaño de poros y, tal y como puede comprobarse en la Figura 6, ambas arenas muestran una distribución amplia típica de materiales amorfos sin haber en ellas un claro diámetro mayoritario.

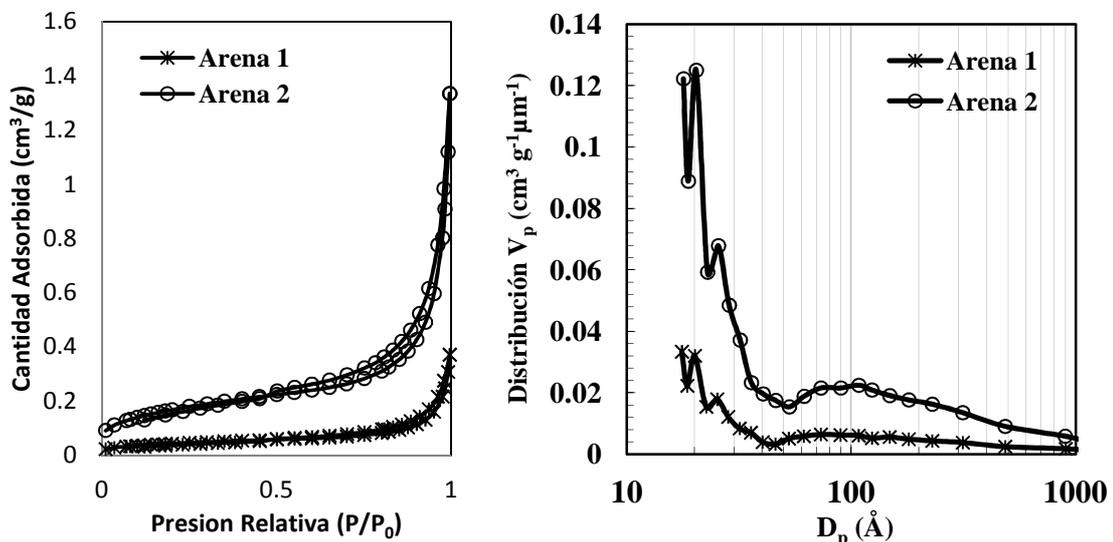


Figura 6. Curvas de absorción y desorción (izquierda) y distribución del tamaño de poro (derecha) obtenidas para las arenas estudiadas.

A la hora de caracterizar unos materiales es importante ver la forma que tienen visualmente. En la Figura 7 se pueden contemplar 4 fotografías tomadas con el microscopio electrónico de barrido. En ellas puede verse como la Arena 1, tal y como ya se ha demostrado en la granulometría, tiene un diámetro de partícula inferior y una distribución mucho más amplia. Puede comprobarse como la Arena 2 es un material mucho más homogéneo. Además, por la forma y color de los materiales podría decirse que están compuestos por cuarzo en su mayoría.

Precisamente con el objetivo de determinar la composición de las arenas, se les ha realizado un análisis químico y mineralógico. En lo que a este último se refiere, se ha determinado que la Arena 1 está compuesta por cuarzo y feldespato potásico y que la Arena 2 está compuesta también por cuarzo y feldespato potásico, pero éste último en mayor proporción y que, además, contiene indicios de filosilicatos. En análisis químico viene reflejado en la Tabla 9, en la que, expresados como óxidos, puede verse como las arenas están compuestas en su mayoría por sílice y en menor medida de aluminio y

potasio. Además, muestran porcentajes pequeños de hierro, calcio y titanio y en la Arena 2 se han detectado cantidades pequeñas de sodio y fósforo. Dado que las formulas químicas del cuarzo y el feldespato son SiO_2 y $\text{KAlSi}_3\text{O}_8 - \text{NaAlSi}_3\text{O}_8 - \text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$, respectivamente, podría decirse que el análisis químico y mineralógico se complementan de manera adecuada.

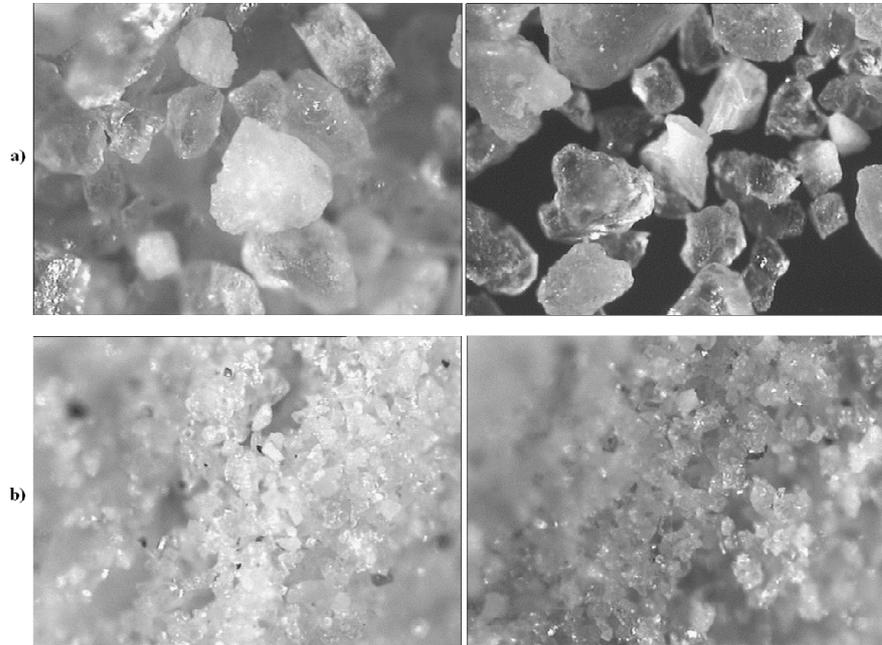


Figura 7. Fotografías tomadas con el microscopio electrónico de barrido para a) Arena 1 y b) Arena 2.

Tabla 9. Resultados obtenidos en el análisis químico por XRF.

Muestra	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	MnO	MgO	CaO	Na_2O	K_2O	TiO_2	P_2O_5
Arena 1	93.92	2.73	0.10	LD	LD	0.03	LD	2.13	0.05	LD
Arena 2	84.98	6.51	0.18	LD	LD	0.10	0.12	4.78	0.19	0.05

NOTA: El contenido en hierro se ha expresado como Fe_2O_3 total.

LD: Por debajo del límite de detección.

Finalmente, se han realizado análisis de pérdida por calcinación cuyos resultados han sido de un 0.25% para la Arena 1 y un 0.49% para la Arena 2, por lo que no muestra una pérdida significativa de masa dado que ese porcentaje bien podría atribuirse a la humedad absorbida del ambiente durante el proceso. De la misma forma, los análisis de la termobalanza no muestran información importante dado que la pérdida de masa es mínima, por lo que se puede concluir que las arenas no sufren ninguna reacción de deshidroxilación.

4.2. OBTENCIÓN DE LA CURVA DE SECADO

Tal y como se ha explicado anteriormente, aunque el objetivo es el diseño de un contactor de tecnología spouted bed, se han obtenido curvas de secado en un secadero de lecho fluidizado, por ser la tecnología más afín en la que se ha podido trabajar. De ese modo, los resultados obtenidos para las dos arenas a diferentes temperaturas vienen representados en la Figura 8. Como puede verse a simple vista, como era de esperar el incremento de temperatura afecta positivamente en la rapidez del secado, siendo más

pronunciada la mejora entre 30 y 60°C que entre 60 y 80°C. Esto podría explicarse porque llega un momento en que por muy rápida que sea la transferencia de la humedad exterior hacia el aire circulante, la etapa de difusión interna se hace la controlante del proceso y limita la velocidad de secado. Además, puede verse como la Arena 2 tiene un proceso de secado más lento, lo que puede ser provocado por el mayor contenido de agua interna debido a su mayor porosidad.

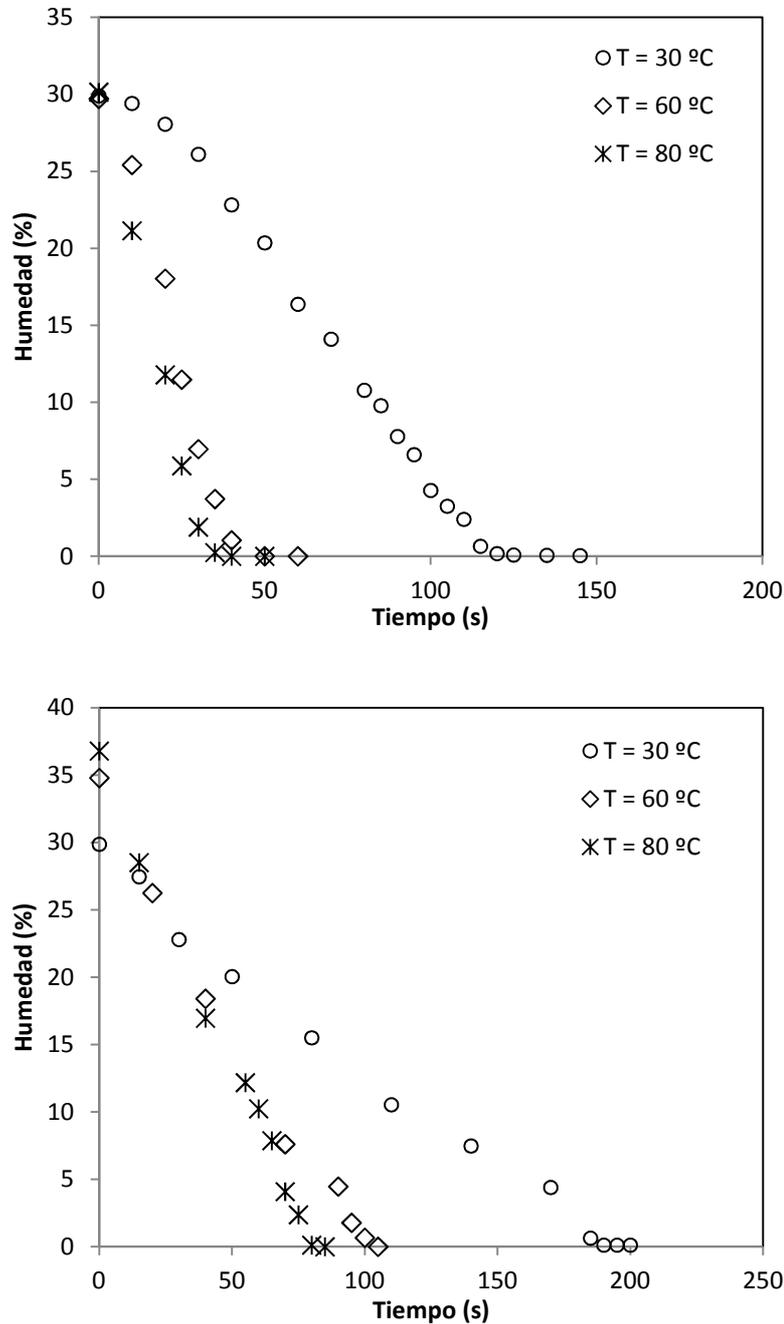


Figura 8. Curvas de secado a distintas temperaturas para la Arena 1 (arriba) y la Arena 2 (abajo).

Por otro lado, para el periodo de velocidad decreciente del secado se ha supuesto que viene controlado por la difusión del líquido. De ese modo, utilizando la Ecuación (9) de la Tabla 3 se han calculado las difusiones a diferentes temperaturas, siendo $a=0.02$ m, t_f el tiempo transcurrido en el periodo de velocidad decreciente en cada ensayo y calculando el área (A) mediante el valor del área de superficie externa de cada arena y la cantidad utilizada (0.7 kg). Los resultados pueden verse en la Tabla 10. Como la temperatura en el lecho fluidizado se supone idealmente constante, puede decirse que no varía durante todo el proceso.

Tabla 10. Difusiones calculadas para diferentes temperaturas para las arenas estudiadas.

Muestra	T ^a (°C)	D _L (m ² /s)
Arena 1	30	$6.89 \cdot 10^{-7}$
	60	$2.44 \cdot 10^{-6}$
	80	$2.88 \cdot 10^{-6}$
Arena 2	30	$5.55 \cdot 10^{-7}$
	60	$2.12 \cdot 10^{-6}$
	80	$3.59 \cdot 10^{-6}$

Como era de esperar, el término de difusión aumenta el incremento de la temperatura. Por otro lado, si se comparan los resultados obtenidos a 60°C con los obtenidos por Zogzas y cols. (1996) y que pueden verse en la Tabla 4, puede verse como para una arena de mar obtienen valores entre $2.5 \cdot 10^{-8}$ y $2.5 \cdot 10^{-6}$ m²/s, por lo que los resultados obtenidos en este trabajo entrarían en el rango de valores, siendo valores cercanos al máximo del rango.

Finalmente, con el objetivo de obtener resultados reproducibles a diferentes temperaturas se ha linealizado la Ecuación (6) y representado el logaritmo de D_L con la inversa de la temperatura, obteniendo los valores de D_{L0} y E_a, siendo $2.82 \cdot 10^{-2}$ m²/s y 26540.0 J respectivamente para la Arena 1 y $3.71 \cdot 10^{-1}$ m²/s y 33699.1 J para la Arena 2. Estos valores implican, como se puede comprobar en la Tabla 10, que a bajas temperaturas la Arena 1 tendrá valores de difusión superiores y, por lo tanto, secado más rápido en el periodo de velocidad decreciente. Sin embargo a altas temperaturas, el secado será más rápido en la Arena 2. Esto no implica necesariamente que el secado en su totalidad tenga la misma tendencia, ya que hay que tener en cuenta que la mayoría de tiempo el proceso está bajo el periodo de velocidad constante (la humedad crítica esta en torno al 6-7%), y en ese periodo la Arena 1 muestra velocidades superiores, lo que se traduce en una mayor velocidad de secado en términos generales, tal y como se ha explicado antes y se ve en la Figura 8.

5. RESUMEN Y CONCLUSIONES

Este trabajo constituye un primer paso en el trabajo de diseño de secadero con tecnología de spouted bed. En él se obtiene una gran información sobre las arenas que se van a utilizar en el proceso y sobre la cinética de secado de las mismas en una tecnología cercana a que utilizará en el proceso final. Una vez se han explicado los métodos experimentales y se han detallado los resultados obtenidos en el presente trabajo, pueden extraerse las conclusiones y resultados más importantes que se enumeran a continuación:

- La humedad con la que han salido los productos es mucho más alta la Arena 2 (13.01%) que en la Arena 1 (2.44%) y también tiene una densidad superior (2374 kg/m³ por 2156 g/m³). Esta relativamente pequeña diferencia puede deberse a que la Arena 2 está compuesta en mayor porcentaje que la Arena 1 de elementos pesados como el Ti, Ca, K o Fe, estando ambas arenas compuestas mayoritariamente por Si y estando basada su composición mineralógica básicamente en cuarzo y feldespato.
- En lo que a la granulometría se refiere, la Arena 1 muestra una distribución más amplia mientras que la Arena 2 muestra una distribución más estrecha ya que en torno a un 97% está por debajo de las 100 micras. Además, el diámetro medio es superior en la Arena 1 (196.5 μm) que en la Arena 2 (47.7 μm). En lo que a grupos de partículas se refiere la Arena 1 tiene mayoritariamente partículas de los grupos A (40%) y B (59%) de Geldart mientras que la Arena 2 contiene mayoritariamente partículas de los grupos C y A (40 y 57%, respectivamente). Esto conllevará una gran dificultad a la hora de conseguir una fluidización en spouted bed ya que esta tecnología está especificada especialmente para partículas del grupo D.
- La Arena 2 muestra una porosidad casi 3 veces superior a la Arena 1 (52.65 y 18.57% respectivamente) y ambas muestran áreas de superficie BET muy bajas, siendo la de la Arena 2 casi 4 veces superior (0.61 por 0.16 m²/g). Es importante destacar que estos valores son típicos de materiales arenosos. Por su parte, la mayor porosidad de la Arena 2 podría explicar su cinética de secado más lenta por la mayor cantidad de líquido recluso en los poros.
- En lo que a la cinética de secado se refiere, la Arena 1 muestra una cinética más rápida en general a cualquier temperatura, debido a que en el periodo de velocidad constante, ésta tiene una velocidad mucho mayor que la Arena 2. Sin embargo, en el periodo de velocidad decreciente, la Arena 2 muestra mayores velocidades a altas temperaturas (a partir de 65°C). Además, se ha comprobado como los resultados obtenidos tanto para el término de difusión para la Arena 1 (2.44·10⁻⁶ m²/s) como para la Arena 2 (2.12·10⁻⁶ m²/s) están dentro del rango de valores obtenidos por Zogzas y cols. (1996), lo que da valor a los resultados obtenidos y da rigor a los procedimientos utilizados.

6. NOMENCLATURA

A	Área de evaporación, m^2 .
D_L, D_{L0}	Difusividad efectiva, a la temperatura de referencia, m^2/s .
d_p	Diámetro de partícula o de poro
E_a	Energía de activación, J.
HR	Humedad relativa, -.
M_s	Masa del solido seco esquelético, kg.
N	Velocidad de secado, $kg\ m^{-2}\ h^{-1}$.
R	Constante universal de los gases, $8.314\ J\ mol^{-1}\ K^{-1}$.
T_{abas}	Temperatura absoluta, $^{\circ}C$.
t, t_d, t_c, t_f	Tiempo, de secado total, del periodo de velocidad continua, del periodo de velocidad decreciente, s.
X, X_c, X_f, X^*	Contenido de humedad total, crítica, libre, equilibrio,-.

Símbolos griegos

λ_s	Calor latente de vaporización, J/kg
-------------	-------------------------------------

7. BIBLIOGRAFÍA

- Brown, R. L., Richards, J. C., *Principles of Powder Mechanics* (Vol. 10). Pergamon Press, Oxford, (1970).
- Devahastin, S., Mujumdar, A. S., *Batch Drying of Grains in a Well-mixed Dryer-Effect of Continuous and Stepwise Change in Drying Air Temperature, Transactions of the ASAE*. 42, 421-425, (1999).
- Gawrzynski, Z., Glaser, R., Drying in a Pulsed-Fluid Bed with Relocated Gas Stream, *Drying Technology*, 14, 1121-1172, (1996).
- Geankoplis, C.J., *Transport Processes and Unit Operations*, 3rd Edition, Prentice Hall, Englewood Cliffs, (1993).
- Geldart, D., Types of Gas Fluidization, *Powder Technology*, 7, 285-292, (1973).
- Gong, Z.-X., Devahastin, S., Mujumdar, A.S., A Two-Dimensional Finite Element Model for Wheat Drying in a Novel Rotating Jet Spouted Bed, *Drying Technology. An International Journal*, 15, 575-592, (1997).
- Key, R.B., *Introduction to Industrial Drying Operations*. Pergamon Press, Oxford, (1978).
- Knoule, F., *El Secado*. Ediciones Urno, Bilbao (1968).
- Kunii, D., Levespiel O., *Fluidization Engineering*. Wiley and Sons Inc, (1990).
- Madariaga, J. F., *El secado de la biomasa residual de la caña de azucar*. Ciudad de la Habana, (1995).
- Menon, A. S., Mujumdar, A. S., *Drying of solids*. Mc Graw Hill, Montreal, Canada, (1992).
- Mujumdar, A. S., Classification and selection of industrial Dryers. En s. Devahastin (Ed.), *Mujumdar's Practical Guide to industrial Drying*, Exergex corp., Montreal, Canadá (2000).
- Mujumdar, A. S., Drying in Mineral Processing. In A. S. Mujumdar (Ed.), *Handbook of Industrial Drying (3 ed.)*, Taylor & Francis, New York, 879-886, (2007).
- Mujumdar, A. S., Devahastin, S., Fundamental Principles of Drying. En S. Devahastin (Ed.), *Mujumdar's Practical Guide to industrial Drying*, Exergex Corp, Montreal, Canadá (2000).
- Okos, M.R., Narsimhan, G., Singh, R.K., Weitnauer, A.C., Food Dehydration, en D.R. Heldman, D.B. Lund (Eds.) *Handbook of Food Engineering*, Marcel Dekker, New York, 437-562, (1992).
- Padmakumar, G. P., Srinivas, K., Uday, K. V., Iyer, K. R., Pathak, P., Keshava, S. M., Singh, D. N., Characterization of aeolian sands from Indian desert. *Engineering Geology*, 139, 38-49, (2012).
- Webb, P., Orr, C., *Analytical methods in fine particle technology*. Micromeritics Instrument Corporation, Norcross, GA USA (1997).
- Zogzas, N.P., Maroulis, Z.B., Marinou-Kouris, D., Moisture Diffusivity Data Compilation in Foodstuffs, *Drying Technology. An International Journal*, 14, 2225-2253, (1996).