

## **CAPÍTULO 6**

### **PROCESO DE SECADO A VACÍO**

El secado por lecho fluidizado a vacío es que el que se utiliza en este proyecto, por lo que este capítulo se dedica a especificar las principales características y aspectos de este proceso.

#### **6.1 Vacío**

##### **6.1.1 Descripción de Vacío**

Galileo fue la primera persona en crear un vacío parcial, y eso lo logró con un pistón. A su descubrimiento del siglo XVII, le siguió la invención del barómetro de mercurio de Torricelli en 1643 y de la primera bomba en 1650 por Guericke. El interés en las propiedades de los gases a bajas presiones no fue mayor durante 200 años, cuando un período de rápidos descubrimientos comenzó con el medidor de compresión de McLeod. En 1905 Gaede, un inventor prolífico, diseñó una bomba rotatoria sellada con mercurio. Estos inventos fueron seguidos por el desarrollo del medidor de conductividad térmica, la bomba de difusión, el medidor de iones, la licuefacción del helio y la refinación de fluidos orgánicos bombeados. Todo esto formó la base de la tecnología que ha hecho posible mucho, desde los bulbos a la simulación del espacio exterior. [57]

La palabra “vacío” es usada para describir un rango muy amplio de condiciones. En un extremo, se refiere a un espacio sin materia, o más específicamente, a un espacio en el que el aire y otros gases están ausentes. Por otro lado, vacío es cualquier gas o aire a

presión menor que la atmosférica. Un ejemplo con condiciones aproximadas al primer significado es el espacio intergaláctico. Ejemplos con condiciones aproximadas al segundo significado son: las presiones existentes en la entrada de una aspiradora de polvo.

La propiedad básica involucrada es la densidad del gas. El grado de vacío puede ser fácilmente descrito en términos de la densidad de las partículas de los gases en lugar de la presión. El interés sobre vacío, de la ciencia e ingeniería abarca un enorme rango de densidades de gases, de 15 órdenes de magnitud, es decir, cambios de densidad de un billón de veces. A presión atmosférica, existen cerca de  $2 \times 10^{19}$  moléculas en un centímetro cúbico de aire. A la altura de los satélites de nuestra órbita, el número correspondiente es de  $10^9$ . [58]

Como anteriormente se dijo el vacío es un espacio de donde se ha removido aire u otros gases. No se puede remover todo el gas. La cantidad que necesitamos remover depende de la aplicación, y esto se hace por una variedad de razones. [57]

Hay diferentes clases de vacío, bajo, medio, alto, muy alto, ultra alto, y extremo, y en cada caso la presión es menor (o el vacío es cada vez mayor). Cada régimen de vacío tiene un comportamiento diferente. [59]. A continuación se muestra una tabla con los rangos de presiones de los diferentes tipos de presiones:

Tabla 6.1 Rangos de vacío. [57]

<b>Grado de Vacío</b>	<b>Rango de Presión (Pa)</b>	
<b>Bajo</b>	$10^5$	$> P > 3.3 \times 10^3$
<b>Medio</b>	$3.3 \times 10^3$	$\geq P > 10^{-1}$
<b>Alto</b>	$10^{-1}$	$\geq P > 10^{-4}$
<b>Muy Alto</b>	$10^{-4}$	$\geq P > 10^{-7}$
<b>Mucho Más Alto</b>	$10^{-7}$	$\geq P > 10^{-10}$
<b>Extremadamente Alto</b>	$10^{-10}$	$> P$

### 6.1.2 Necesidad del vacío

Existen varias razones prácticas por la que es conveniente hacer vacío, a continuación se refieren algunos casos:

1) La aspiradora es uno de los ejemplos más sencillos de sistemas que emplean vacío. Se usa para succionar objetos de varias decenas de gramos. Por lo general las aspiradoras son capaces de trabajar a una presión de 100-150 torr por debajo de la presión atmosférica del lugar (650-600 torr a nivel del mar).

2) La tecnología de vacío es utilizada para extraer la humedad de los alimentos, químicos, productos farmacéuticos etc., y los gases ocluidos (disueltos) en aceites plásticos, y otros líquidos.

3) La producción de jugo de frutas y leche concentrada son ejemplos de producciones a gran escala basadas en la concentración en vacío, para lo cual no se requiere de alta temperatura para evaporar el agua o solventes contenidos en los productos.

4) Para remover los constituyentes de la atmósfera que pudieran causar una reacción física o química, como puede ser la oxidación, durante un cierto proceso, por ejemplo, la fundición en vacío de metales reactivos como el titanio.

5) Para modificar una cierta condición de equilibrio que existe en condiciones ambientales normales, como para remover gas disuelto u ocluido o líquido volátil de la parte interna de un material, por ejemplo, en procesos de secado a vacío.

6) Para aumentar la distancia que un átomo, molécula o electrón debe viajar antes de chocar con otro, lo cual ayuda a que en un cierto proceso las partículas se muevan sin colisión entre la fuente y el blanco, por ejemplo, en recubrimientos al vacío, aceleradores de partículas, cinescopios de televisión y monitores de computadora. [59]

### **6.1.3 Usos y aplicaciones importantes para el secado**

Los líquidos volátiles, incluyendo el agua, evaporarían a una velocidad muy alta sin una atmósfera rodeando a nuestro planeta. Normalmente el agua y otros fluidos evaporan lentamente porque, la evaporación de las moléculas puede regresar dentro del fluido después de chocar con moléculas de aire de la superficie del líquido. La temperatura de ebullición de un líquido es reducida si el líquido es colocado en vacío. El agua hervirá a temperatura de cuarto si se le somete a una presión de cerca de 1/40 atmósferas.

Esto indica los usos básicos del vacío para nuestro interés: remoción de gases que impiden la transferencia de calor, remoción de gas para permitir el viaje de las partículas

a una distancia requerida, evaporación o secado, particularmente a una temperatura debajo de lo usual, y eliminación de gases químicamente activos.

## **6.2 Secado a Vacío**

La tecnología de secado a vacío es un proceso importante para el secado de materiales térmicamente sensitivos, que son ampliamente usados en industrias farmacéuticas y químicas, así como en productos alimenticios y biotecnología. El proceso de secado a vacío puede ser considerado de acuerdo con las condiciones físicas, para añadir calor y remover vapor de agua. La evaporación del agua procede más rápido a bajas presiones, y el calor es añadido indirectamente por el contacto con una pared de metal o por radiación. Bajas temperaturas pueden ser usadas en vacío para ciertos materiales que se pueden decolorar o descomponer a altas temperaturas.

### **6.2.1 Ventajas del secado a vacío**

1) El secado a vacío es ideal para materiales que pueden ser dañados o cambiados si se exponen a altas temperaturas.

2) El vacío remueve humedad mientras previene oxidación o explosiones que pueden ocurrir cuando ciertos materiales se combinan con aire.

3) El secado a vacío es también ideal en situaciones donde un solvente debe de ser recuperado o donde algunos materiales tienen que secarse hasta niveles muy bajos de humedad.

4) Diferente de secado a presión atmosférica, el secado bajo presiones menores, baja el punto de ebullición y provee una mayor diferencia de temperatura entre el medio

calefactor y el producto. Esto provoca un secado más rápido y una recuperación más rápida de calor.

### **6.2.2 Desventajas del secado a vacío**

1) El secado a vacío requiere de un mayor consumo de materiales metálicos para la construcción de equipo más complejo que el requerido para otros procesos.

2) El secado a vacío consume mucha energía. [60]

### **6.2.3 Fluidización a vacío**

Siendo la fluidización un proceso tan útil, se ha dejado en ocasiones de lado, por ciertas implicaciones. La fluidización a vacío es una variación de este proceso que trae ciertas ventajas, y ayuda a eliminar algunas de las implicaciones por las que la fluidización todavía se limita. La reducción de la temperatura operacional, es una de las metas más importantes que se fijan con el fluidizado a vacío, reduciendo la temperatura.

Dentro de los efectos de la presión y temperatura operacional en un lecho fluidizado se pueden tomar en cuenta los siguientes:

- $\epsilon_{mf}$  aumenta ligeramente (1-4%) aumentando la presión de operación. También se observa que aumenta, al aumentar la temperatura con partículas finas.

- Umf decrece con un aumento en la presión. Esto es poco visible en sistemas con partículas finas, pero el efecto se hace significativo con partículas grandes ( $d_p > 360 \mu\text{m}$ ). [22]

En algunos trabajos experimentales recientes se ha observado que en caso de partículas porosas, una disminución en la presión operacional, aumenta la difusión en el sistema sólido-gas y juega un papel favorable en el proceso de secado, pero al mismo tiempo la capacidad de transporte del medio externo, disminuye. Los experimentos muestran que incrementar la presión operacional más de 60 kPa en el período de velocidad decreciente, no provee mejoras en el contenido de humedad final, en el caso de aplicar presiones diferentes en las dos etapas de secado. Sin embargo las temperaturas operacionales más altas, que resultan del coeficiente de efectividad de difusión, responden favorablemente al cambio de presión operacional. [7]

### **6.2.3.1 Regímenes de flujo**

El comportamiento de un lecho fluidizado está fuertemente influenciado por la reducida presión operacional. El aumento de un camino libre de moléculas, como resultado de menor densidad de gas, es responsable de esta influencia. En un lecho fluidizado, dependiendo de la presión operacional, se pueden observar distintos tipos de flujo. [4, 61] El tipo de régimen de flujo en el lecho es especificado por el valor del número de Knudsen, definido como la relación del camino libre principal de las partículas y el diámetro del lecho:

$$Kn = \frac{\lambda}{D} \quad (6.1)$$

Los diferentes regimenes de flujo que se pueden encontrar son los siguientes:

-Flujo molecular ( $Kn \gg 1$ ). La trayectoria libre del gas es mucho más grande que el diámetro del ducto, las colisiones son comúnmente con la pared en vez de que sea entre las mismas partículas y el concepto de viscosidad no existe. Los lechos fluidizados no pueden ser operados bajo estas condiciones.

- Flujo intermedio ( $Kn \cong 1$ ). La trayectoria libre de las partículas es similar al diámetro del ducto. El flujo del gas es establecido por el fenómeno molecular y por la viscosidad. Un lecho fluidizado puede ser operado en estas condiciones.

- Flujo laminar ( $Kn \ll 1$ ). El gas está en un estado viscoso, el flujo del gas está determinado por su viscosidad y por lo tanto, se aplica la ley de Hagen – Poiseuille. Si el número de Reynolds se incrementa, la transición de flujo se alcanza y, con valores altos de  $Re$ , el flujo es turbulento. Los lechos fluidizados operan en estos tres regimenes (laminar, transición y turbulento).

A presiones muy bajas el flujo es molecular. El flujo del gas [QP] no depende de la presión y es constante, a partir de un valor alcanzado con  $\lambda=1.57D$ , como la trayectoria libre de las partículas incrementa el flujo del gas también decrece asintóticamente. Cuando la presión aumenta, la trayectoria libre de las partículas decrece a  $1.57D$ , los efectos viscosos aparecen y la conductancia comienza a aumentar gradualmente con la



presión. La transición de un régimen a otro dependerá del gas, de la presión y del diámetro del canal para el caso de aire:

$PD < 0.01\text{Pa m}$  flujo molecular.

$PD > 0.8\text{Pa m}$  flujo laminar. [10]

### 6.2.3.2 Velocidad mínima de fluidización

Estudiando la relación entre la caída de presión y la velocidad del fluido a diferentes presiones y en diferentes regímenes, Llop et al. [4], desarrollaron una metodología para la predicción de velocidades mínimas de fluidización y propusieron las siguientes ecuaciones, que son válidas en condiciones dentro del rango de alto vacío a alta presión.

$$\text{Re}_{mf} = \left[ \left( \frac{Z}{3.5C_1} \right)^2 + \frac{Ar}{1.75C_1} \right]^{\frac{1}{2}} - \frac{Z}{3.5C_1} \quad (6.2)$$

En donde:

$$C_1 = \frac{1}{\varepsilon_{mf}^3 \phi} \quad (6.3)$$

$$Z = \frac{1}{\frac{Kn_p}{Q_2 C_3} + \frac{1}{Q_1 C_2}} \quad (6.4)$$

$$Q_1 = \frac{72}{\cos^2 \psi} \quad (6.5)$$

$$Q_2 = \frac{45\pi}{32 \cos^2 \psi} \quad (6.6)$$

$$C_2 = \frac{1 - \varepsilon_{mf}}{\varepsilon_{mf}^3 \phi^2} \quad (6.7)$$

$$C_2 = \frac{\varepsilon_{mf}}{\varepsilon_{mf}^2 \phi} \quad (6.8)$$

En la tabla 6.2, valores de los parámetros de esta ecuación obtenidos por Kozanoglu et al. [8], se tabulan junto a otros propuestos en estudios anteriores:

**Tabla 6.2** Valores de las constantes. [8]

<i>Autores</i>	<i>Tipo de Partícula</i>	$Q_1$	$Q_2$	$C_1$	$C_2$	$C_3$
Kozanoglu	Redonda	156	9.56	14.47	5.86	4.82
et al. [8]	Afilada	180	11.06	10.80	9.29	5.15
	Ambas	167	10.25	12.64	7.44	4.97
Kozanoglu	Redonda	150	9.2	10.47	15.43	3.91
et al. [62]	Afilada	180	11.05	8.79	15.15	3.89
	Ambas	165	10.13	9.56	15.29	3.90
Llop et al.	Redonda	150	9.2	16	11	5.5
[4]	Afilada	180	11.05	10	7.5	6

Al emplear los valores obtenidos en este estudio para el vapor sobrecalentado, las siguientes dos ecuaciones son propuestas para dos categorías de partículas:

Partículas redondas ( $\phi > 0.8$ ),

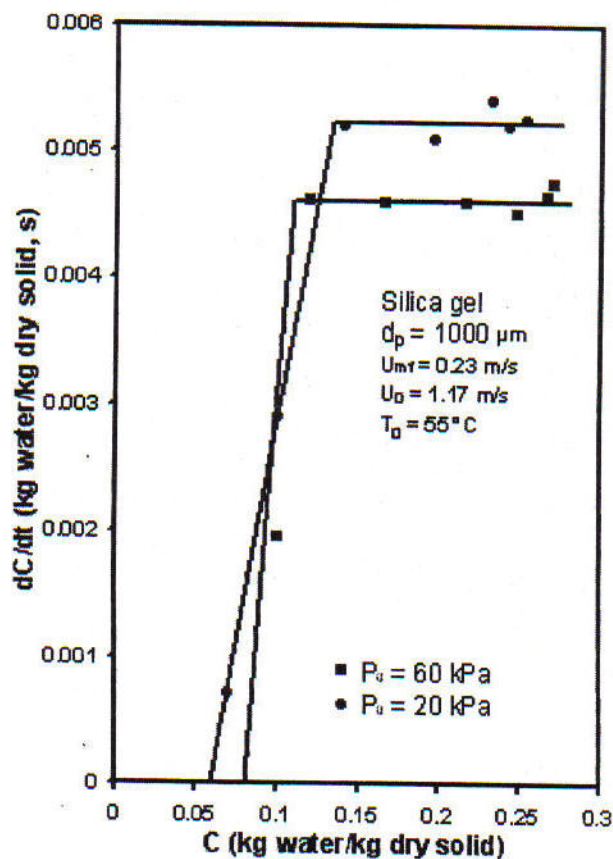
$$\text{Re}_{mf} = \left[ \left( \frac{0.910}{Kn_p + 0.0505} \right)^2 + 0.0395Ar \right]^{\frac{1}{2}} - \frac{0.910}{(Kn_p + 0.0505)} \quad (6.9)$$

Para partículas afiladas ( $0.5 < \phi \leq 0.8$ ),

$$\text{Re}_{mf} = \left[ \left( \frac{1.507}{Kn_p + 0.0340} \right)^2 + 0.0529Ar \right]^{\frac{1}{2}} - \frac{1.507}{(Kn_p + 0.0340)} \quad (6.10)$$

### 6.2.3.3 Resultados Experimentales

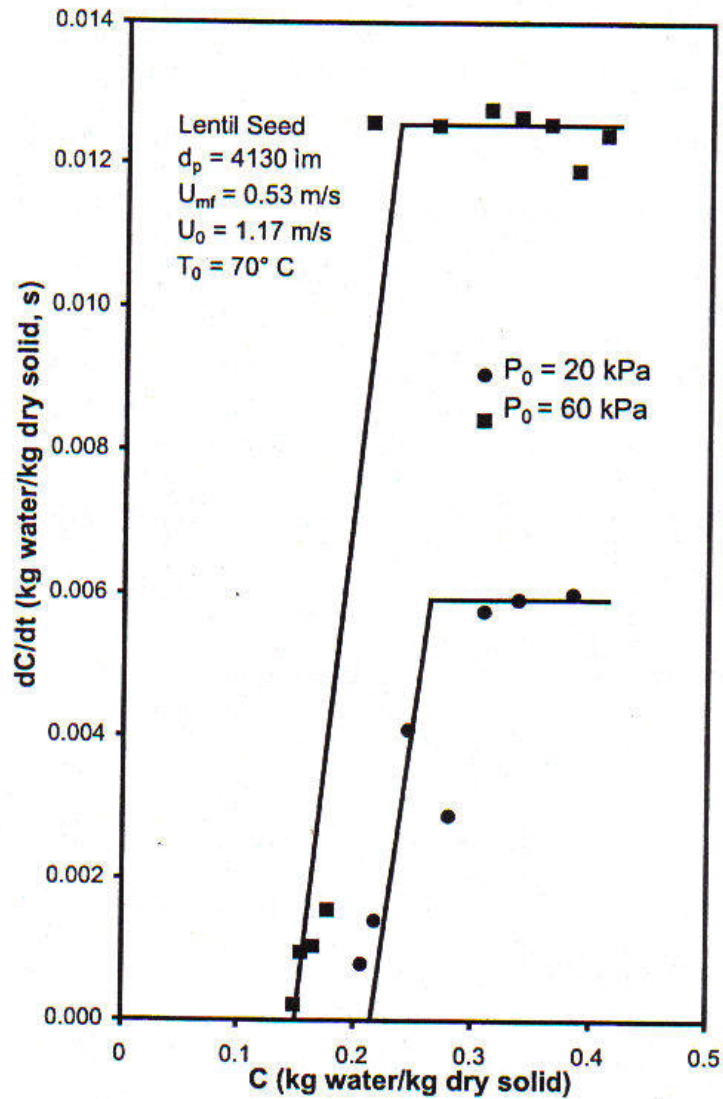
Se han realizado varias pruebas experimentales en años recientes que no pueden dar claves del comportamiento de las partículas en los lechos fluidizados a vacío. En algunos de los experimentos se analiza el comportamiento en el lecho al variar la presión operacional. En la figura 6.1 se presentan las velocidades de secado de partículas de silica gel para dos presiones de vacío diferentes, mientras que la temperatura y la velocidad superficial del gas se mantenían constantes. Se puede observar que con una menor presión se genera una velocidad de secado un poco superior.



**Figura 6.1** Comparación de velocidades de secado de partículas de sílice gel para dos presiones de vacío diferentes. [7]

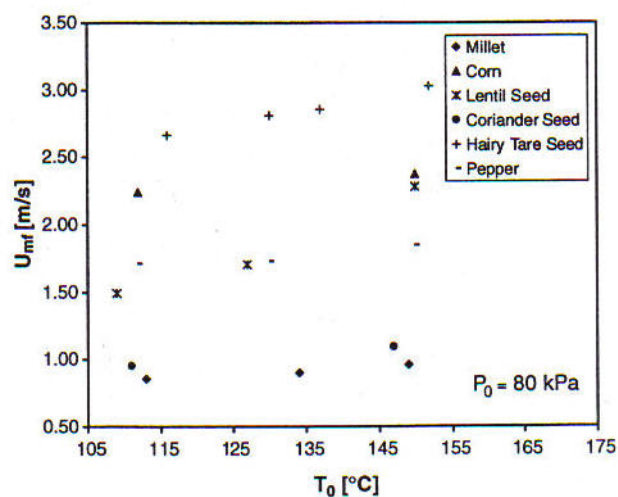
En la figura 6.2 se muestra el mismo tipo de comparación para partículas de lenteja. En este caso, una velocidad de secado más baja se obtiene al bajar la presión operacional. Las estructuras internas diferentes son las responsables de comportamientos opuestos. La presión más baja causa una disminución en la velocidad de remoción de calor y masa para ambas partículas, mientras que incrementa la difusividad interna a través de la estructura porosa de las partículas de sílice gel. Los experimentos también muestran que una velocidad superficial de gas altas, como temperaturas de operación

altas, como resultado de baja resistencia externa a la transferencia de masa, provoca en una velocidad más alta de secado. [7]



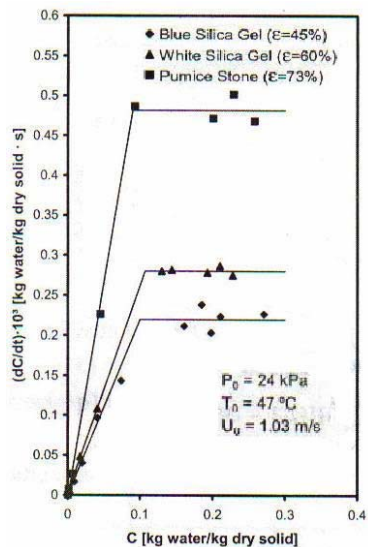
**Figura 6.2** Comparación de velocidades de secado de semilla de lenteja para dos presiones de vacío diferentes. [7]

Otros experimentos nos muestran que existe un aumento pequeño en la velocidad mínima de fluidización al incrementar la temperatura operacional, manteniendo la presión constante, a 80 kPa. [8]



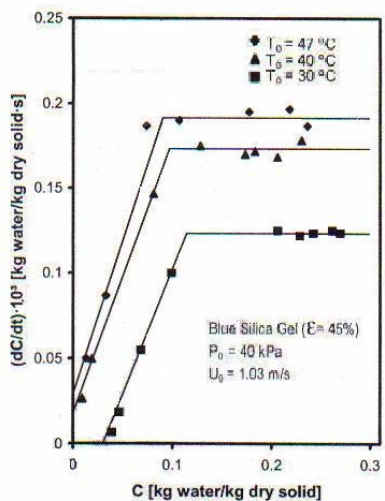
**Figura 6.3** Valores experimentales de velocidad mínima de fluidización de varias partículas como función de la temperatura operacional. [8]

La figura 6.4 presenta las curvas de secado obtenidas con tres partículas diferentes con diferentes porosidades. Se puede ver que usando una estructura con mayor número de poros, el agua puede migrar a la superficie de la partícula a mayor velocidad, creando una evaporación más rápida en el período de velocidad constante.



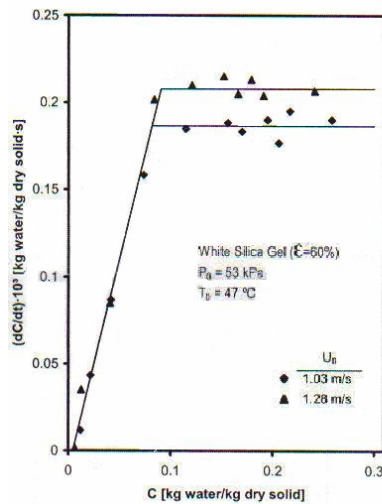
**Figura 6.4** Comparación de velocidades de secado de partículas con diferentes porosidades. [63]

La figura 6.5 muestra que a mayor temperatura operacional, se enriquece el coeficiente de transferencia de masa y se obtiene una mayor velocidad de secado en el período de velocidad constante.



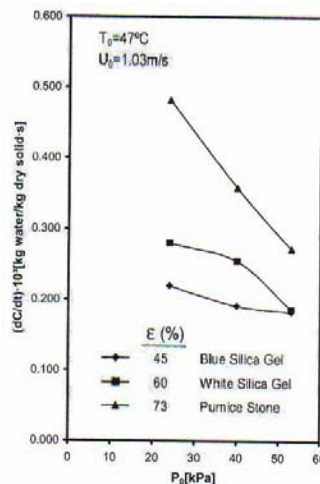
**Figura 6.5** Efecto de la temperatura operacional en las velocidades de secado de silica gel. [63]

La figura 6.6 muestra que a velocidades más altas de fluidización, se aumenta la velocidad de secado en el período de velocidad constante, pero no genera cambio en el período de velocidad decreciente del secado.



**Figura 6.6** Efecto de la velocidad superficial del gas en velocidades de secado. [63]

La figura 6.7 nos muestra que incrementando el grado de vacío, las velocidades de secado, tiene valores más altos en el período de velocidad constante del secado y aumentan por la porosidad efectiva.



**Figura 6.7** Efecto de la presión operativa en el período de velocidad constante de secado para partículas con diferente porosidad. [63]