

Secado de sulfuro de níquel y cobalto con aire deshumidificado^{*}

Jean Baptiste Koffi Kadjo

Carrera: Ingeniería en Metalurgia

Instituto Superior Minero Metalúrgico (Cuba).

Resumen: Se determinó la influencia de la carga de zeolita (Cz), de sulfuro de níquel y cobalto (Cs), granulometría de la zeolita (G) y el flujo de aire (F) en el proceso de secado con aire deshumidificado del sulfuro mixto de níquel y cobalto, proveniente de la empresa Ernesto Che Guevara, debido a la necesidad del secado de sulfuros de níquel y cobalto de forma ecológica. En las condiciones de estudio las variables de entrada tuvieron tendencias negativas, con el incremento de estas disminuyó la humedad extraída de sulfuro mixto hacia el aire deshumidificado. Se comprobó que las variables carga de sulfuro (Cs), flujo de aire (F) y la interacción entre la granulometría y el flujo de aire (CsF) son las más significativas. El modelo estadístico obtenido: $Re = 38,434 - 4,662 \cdot CS - 2,376 \cdot G - 1,091 \cdot F + 0,119 \cdot G \cdot F$ evidencia la influencia paramétrica de estudio. Se demostró que el proceso de secado de los sulfuros mixtos secados con aire comprimido deshumidificado con zeolita natural ocurre en un período de tiempo inferior al actual.

Palabras clave: Aire; cobalto; contaminación; deshumidificación; humedad; níquel; proceso de secado; sulfuro; zeolita.

^{*} Trabajo tutorado por el Dr. Amaury Palacios Rodríguez y el Ing. Omar Lobaina Oduardo. Recibido: 14 julio 2014 / Aceptado: 29 noviembre 2014.

Nickel and cobalt drying process with dehumidified air

Abstract: The impact of the zeolite (Cz), nickel and cobalt (Cs) content, the zeolite granulometry (G) and the air flow (F) was determined in the drying of mixed sulphides of nickel and cobalt using dehumidified air at the nickel plant Ernesto Che Guevara due to the need of an ecofriendly drying process for nickel and cobalt sulphides. Under the conditions of the investigation, the tendencies of the input variables were negative taking into account that while these input variables increased, the moisture extracted from the mixed sulphides decreased towards the dehumidified air. It was shown that the most significant variables are: sulphides content (Cs), flow of air (F) and the interaction between the granulometry and the flow of air (CsF). The resulting statistical model: $He = 38,434 - 4,662 \cdot CS - 2,376 \cdot G - -1,091 \cdot F + 0,119 \cdot G \cdot F$ evidences the parametric influence under study. The investigation results indicate that it takes less time to dry the mixed sulphides with dehumidified compressed air with natural zeolite than by the process currently.

Key words: Air; cobalt; contamination; dehumidifying; moisture; nickel; drying process; sulphides; zeolite.

Introducción

En las plantas metalúrgicas el empleo del secado, principalmente para materias primas incorporadas al proceso y a productos finales, usando combustibles, es operacionalmente necesario y de mucha exquisitez en los resultados posteriores, ya sean de transformaciones físico-químicas y de transporte a bajo costos. En los últimos años, la escasez y elevados precios de estos y de los portadores energéticos han despertado un nuevo interés en el secado con nuevos métodos más simples, como el aprovechamiento de la energía solar, el secado con aire deshumidificado y otros.

El continuo incremento de los precios de los insumos principales, los bajos precios del níquel impuestos por procesos mucho más competitivos que el proceso Caron, el deterioro de las instalaciones, así como la obsolescencia tecnológica y los bajos índices de eficiencia metalúrgica han afectado en los últimos años la producción de la empresa Comandante Ernesto Che Guevara, lo que ha provocado una situación crítica en términos de rentabilidad económica. En la actualidad la operación de secado del sulfuro obtenido en las empresas con tecnología carbonato amoniacal se realiza mediante aireación natural; este procedimiento de secado, aunque económico por no necesitar consumo de energía externa, tiene como inconvenientes la contaminación del entorno y las difíciles condiciones de trabajo para los obreros y el largo período de secado. Para mejorar esta situación se busca incansablemente alternativas para secar el producto sin dañar el medio ambiente ni la salud de los trabajadores, así como disminuir el período del secado. Una de las posibles vías del secado es empleando el secado con aire deshumidificado en los reactores.

Por ello este trabajo se propone determinar la influencia de la carga de zeolita, flujo de aire, la granulometría de la zeolita y la carga de sulfuro en el proceso de secado del sulfuro mixto de níquel y cobalto con aire comprimido deshumidificado con zeolita natural.

Las zeolitas se hallan en una variedad de regiones del mundo donde la actividad volcánica prehistórica ocurrió cerca del agua, o donde el agua ha estado presente por milenios desde las erupciones. En 1756, el mineralogista sueco Baron Axel Fredrick Cronstedt descubrió la zeolita. Las zeolitas naturales tienen ventanas de tamaño limitado, tamaño de poro y todas son hidrofílicas, es decir, tienen afinidad por el agua. Algunas zeolitas sintéticas se parecen al carbón adsorbente, dado que ambas pueden

considerarse hidrofóbicas, tienen afinidad por los compuestos orgánicos, con poca o ninguna afinidad por el agua y pueden adsorber vapores orgánicos con moléculas de tamaño más pequeño que el de sus poros.

Tanto el carbón como las zeolitas pueden adsorber agua y moléculas orgánicas; sin embargo, aquello por lo que tenga mayor afinidad, desplazará las demás moléculas. Las zeolitas tienen un tamaño de poro uniforme, lo cual hace que se les denomine como tamiz molecular. Las zeolitas hidrofóbicas tienen que ser sintetizadas, ya que no se encuentran en la naturaleza. Son aluminosilicatos cristalinos microporosos, con estructuras bien definidas formado por tetraedros de $[SiO_4]^{4-}$ y $[AIO_4]^{5-}$, unidos a través de los átomos de oxígeno en los vértices (Dyer, 1988).

Desde 1970 las investigaciones sobre zeolitas naturales han despertado un especial interés como resultado del descubrimiento de importantes yacimientos, sus propiedades físico-químicas y sus potenciales aplicaciones en la industria, la agricultura y la acuicultura. El uso y aplicaciones industriales de las zeolitas naturales se han estado expandiendo continuamente y cientos de toneladas son extraídas anualmente en Estados Unidos de América, Japón, Italia, Bulgaria, México, Corea y Alemania. En los últimos años, el consumo de zeolitas naturales ha crecido debido a la demanda de materiales baratos para aplicaciones como intercambiadores iónicos y adsorbentes. También la aplicación de zeolitas naturales para la remoción de metales pesados en solución acuosa ha sido reportada en varios trabajos de Leyva *et al.* (2001).

Hasta la fecha se han identificado más de 40 variedades de zeolitas naturales y más de 100 artificiales pero solamente las siete siguientes: chabazita, clinoptilolita, erionita, ferrierita, filipsita, mordenita y analcima, se encuentran en la cantidad suficiente y pureza requerida para ser explotadas comercialmente. En las investigaciones realizadas se reportan estos minerales como excelentes adsorbentes, pero no se han realizado estudios de adsorción de humedad del aire a bajas presiones.

Orozco (1996) realizó un estudio de adsorción de gases contaminantes y humedad en las zeolitas naturales cubanas, en este trabajo se empleó como tamaño de partículas entre 1,4 mm y 4 mm. Las rocas zeolitizadas trituradas con esta granulometría mostraron un excelente poder de adsorción, pero no se identificaron los valores máximos de humedad depositados en los intersticios del sólido.

4

Para la realización de la investigación se emplearon: sulfuro de níquel y cobalto, zeolita y aire deshumidificado. Para obtener el aire deshumidificado se necesitó un medio absorbente que fue la zeolita natural la cual tiene como función eliminar el agua o los gases contaminantes producto del secado.

Mecanismo de secado

Existen dos principales mecanismos de secado, dentro de los cuales se tiene el secado natural y el artificial. El secado natural es el proceso en el cual los materiales se exponen directamente a la radiación solar colocándolos sobre el suelo o en dispositivos específicos. Es uno de los usos más antiguos de la energía solar, siendo aún el proceso más utilizado en países en vías de desarrollo para el secado de diversos productos (Montero, 2005). La implementación del secado natural constituye un procedimiento de bajo costo económico y ambiental que, por sus múltiples ventajas y perspectivas, es ampliamente utilizado mundialmente (Rafiee *et al.*, 2008; Ferreira y Costa, 2009;). En Cuba, su empleo se reduce a las industrias alimenticia, maderera y azucarera, fundamentalmente. En menor medida se emplea en la industria del níquel como alternativa para racionalizar el proceso tecnológico de obtención de níquel y cobalto. Para ello, la mena laterítica se dispone en pilas a la intemperie (Retirado *et al.*, 2009; Retirado & Legrá, 2011).

Proceso de secado

Los primeros intentos realizados para tratar de explicar el proceso de secado y los mecanismos que intervienen en el mismo datan de la primera década del siglo XX. Desde entonces, se han publicado en la literatura científica diversas teorías que buscan describir la forma en que se desarrolla el secado (Hernández & Quinto 2005). Las teorías actualmente usadas para explicar el proceso de secado en materiales porosos se pueden dividir en dos grandes grupos: en el primero se encuentran aquellas que consideran que el movimiento de la humedad en el material se debe a un solo mecanismo físico, aquí se pueden citar las teorías capilar y la de difusión líquida.

El segundo grupo reúne a las teorías que consideran que el movimiento de la humedad se debe a más de un mecanismo; forman parte de este grupo las teorías de condensación-evaporación; de Philip y De Vries; de Krischer y Berger-Pei; de Likov; de Whitaker y la de Kowalski-Strumillo (Hernández & Quinto, 2005). Las teorías pertenecientes al segundo grupo tienen, como elemento común, el hecho de que consideran que la migración de la humedad está determinada por los gradientes de concentración de humedad y de temperatura.

En relación con lo anterior, resulta importante determinar la distribución de temperatura durante el proceso de secado de materiales porosos, en general, y el secado natural de la mena laterítica, en particular, porque los gradientes térmicos que se generan en el secado influyen en la distribución de humedad y la velocidad de secado en las pilas de minerales (Retirado *et al.*, 2012). La determinación de la humedad de equilibrio, la constante de secado y el coeficiente de transferencia de masa tiene importancia en la modelación del proceso de secado, lo que permite una mejor proyección y selección de los parámetros racionales de trabajo de los equipos.

Novoa (1993) estudió el proceso de secado, fundamentalmente para materiales como la zeolita, el bagazo y la sacharina, y diseñó un equipo para el secado de zeolita en la provincia de Santiago de Cuba.

Equipos y utensilios

Termómetro digital. Se utilizó para la determinación de las características físicas del aire atmosférico. Triturador de mandíbula con diámetro de alimentación de 25 mm y de descarga de 4,76 mm.

Tamices utilizados para obtener las fracciones de 10 mm y 6,3 mm. Analizador de humedad, se utilizó para analizar la humedad inicial y final después de cada prueba de secado de la muestra.

Estufa Ecocell, se empleó en el secado de las muestras de zeolita.

Balanza digital KERN, utilizada para el pesaje de las muestras de zeolita que se utilizaron en la experimentación.

Instalación experimental

Para el desarrollo de la experimentación se construyó una instalación que tiene acoplado una fuente de aire proveniente de la empresa Comandante Ernesto Che Guevara, la cual proporcionó el aire del medio al sistema; flujómetro para regular el flujo de aire según el diseño (10 m^3/h y 30 m^3/h); deshumidificador de aire formado por un tambor cilíndrico y una cama de zeolitas natural para pasar el aire que sale del flujómetro; tambor cilíndrico rotatorio que contiene la muestra húmeda de sulfuros de níquel y cobalto.

Método del diseño de experimento

Se realizaron pruebas exploratorias para evaluar el comportamiento del régimen de secado y para ello se utilizó el método tradicional donde se mantuvo fijo el tiempo de secado a treinta minutos y se variaron los demás parámetros. De este modo se puede graficar la relación humedad-sólido y contenido de humedad, respecto a los demás parámetros. En el análisis estadístico, para evaluar la influencia de los parámetros, se procedió a desarrollar un diseño factorial completo. En el proceso de secado se vincula la transferencia de masa.

De esta manera se evita el uso de las altas temperaturas en el secado por el alto costo de operación que esto provocaría, para lo que se requirió del uso de un adsorbente de humedad del aire (la zeolita natural) y en condiciones controladas que se estiman como variables que permiten el transporte de la cantidad de masa de aire teóricamente necesaria para el contacto aire-sólido. La fuerza impulsora es el gradiente de humedad entre el producto húmedo y el aire, se requiere obtener aire con baja humedad, capaz de incorporar el agua contenida de los sulfuros hasta su saturación. En la Tabla 1 se muestran las variables de entrada, con sus respectivos niveles, y la variable de salida.

No.	Variables de entrada	Nivel de experimentos		Variables de salida
1	Carga de sulfuros (CS), kg/m ²	1	0,5	Humedad extraída
2	Carga de Zeolita (CZ), kg/m ²	1	0,5	(HE), %
3	Granulometría de la zeolita (G),mm	10	6,3	
4	Flujo de aire (F), m^3/h	30	10]

Tabla 1 Variables de entrada y de salida

Metodología para el muestreo del sulfuro de níquel más cobalto húmedo

Para el proceso experimental se tomaron muestras de sulfuros de níquel y cobalto procedente del área de filtración en la planta de precipitación de cobalto de la empresa. Las muestras se tomaron en los contenedores que se transportan hasta el área de secado.

En la selección de la muestra representativa para la determinación de humedad de la torta se prepararon tres grupos, dos de 6 kg y uno de 8 kg, tomados de cuatro contenedores de sulfuros de níquel y cobalto de la Planta de Cobalto. Se homogenizaron manualmente de 1 min a 2 min. Se realizó un cuarteo a cada grupo y se tomó de 1 kg a 2 kg, se unieron todas las muestras de los diferentes grupos, formándose una nueva muestra de 4 kg a 6 kg, luego se homogenizó y de la misma se tomaron de 2 kg a 5 kg. Para determinar la humedad se escogieron tres muestras de 12 g a 13 g, que se enviaron al laboratorio analítico del CEDINIQ.

Metodología para el muestreo y preparación de la zeolita

La zeolita se sometió a un proceso de secado en la estufa a una temperatura de 105 °C para absorber la humedad de dicha zeolita. La metodología para determinar el contenido de humedad molar absoluta y másica se expone a continuación: se determinaron los valores de la humedad absoluta molar del aire Y_s (ecuación 1), con este valor se multiplicó por la fracción de la masa molar del agua y la del aire. Se obtiene de este modo la humedad absoluta másica Y_s , según la expresión 2.

$$Y'_{\mathcal{S}} = \frac{P_{v} H_2 O}{P_1 - P_{v} H_2 O}, \frac{kmol}{kmol}$$
(1)

$$Y_{s} = Y_{s}^{'} \cdot \frac{M H_{2} O}{M aire}$$
(2)

Donde:

 $P_v H_2 0$: presión total del aire, Pa; Pt: presión total del aire, Pa; $M H_2 0$: masa molar del agua, kg/mol; M aire : masa molar del aire, kg/mol.

Metodología para la determinación de la humedad extraída

Para la determinación de la relación humedad-sólido se procedió con los siguientes pasos:

1. Se montó el deshumidificador con una cama de zeolita de 0,5 kg y 1 kg.

2. Se taró la muestra de sulfuro de níquel más cobalto a 0,5 kg y 1 kg en la balanza digital y se cargó el secador de tambor rotatorio en la instalación experimental.

3. Se arrancó la fuente de aire y el motor del tambor del secador.

4. Cada treinta minutos se tomó una muestra de 12 g a 13 g, se llevó al laboratorio y se determinó la humedad con el analizador de humedad. De este modo se obtuvo la humedad de la muestra y a partir de la relación 3 se determinó el contenido de sólido, luego se determinó la masa del sólido seco y la masa de agua evaporada mediante la expresión 4 y 5, una vez obtenidos los valores se determinó la relación humedad del sólido por la expresión 7.

$$\%5 = 100\% - \%H$$
 (3)

$$ms = \%5 \cdot mi$$
 (4)

$$ma = \sqrt[6]{h^2 mi}$$

$$RHS = \frac{ma}{ms} \quad o RHS = \frac{\frac{6h^2 mi}{665mi}}{\frac{665}{2}mi}$$
(6)

Al simplificar el segundo miembro de la ecuación 6 se tiene que:

$$RHS = \frac{\mathscr{H}}{\mathscr{H}_{\mathcal{H}}} = \frac{\mathscr{H}}{100 - \mathscr{H}_{\mathcal{H}}}$$
(7)

Donde:

....

%S: contenido de sólido;
%H: contenido de humedad;
ms: masa de sólido, g;
mi: masa inicial de la muestra, g;
ma: masa del agua, g.

Determinación del poder de adsorción

Según la masa de zeolitas empleada se toma como base seca. Según Cooney (1998), el poder de adsorción de las zeolitas es de hasta el 25 % de su masa. De la misma forma se calcula, una vez agotada la zeolita, el poder de adsorción. Se pesaron en una balanza analítica digital las zeolitas agotadas y por la diferencia de pesadas se calculó, aproximadamente, la masa de agua retenida la que, al dividirse por la masa de zeolita seca y multiplicada por 100, se obtuvo el valor buscado en por ciento.

ma = mza - mzs	(8)
$P_{AD=\frac{\text{max}}{\text{max}}:100}$	(9)

Donde:

ma: masa de agua, kg; *mza*: masa de zeolita agotada, kg; *mzs*: masa de zeolita seca, kg; P_{AD}: poder de adsorción, %.

La transferencia de masa es la tendencia de uno o más componentes de una mezcla al transportarse desde una zona de alta concentración del o de los componentes a otra zona donde la concentración es menor.

Determinación del flujo de evaporación del agua hacia la zeolita

Según Castaño (2009), el flujo de evaporación se determina mediante la expresión: $W = V_{vaporación} \cdot M_s$ (10)Donde:

W: Flujo de agua evaporada, kg/s;

V_{vaporación}: Velocidad de vaporación kg agua/ kg de sól seco · s;

M_s: Masa de sólido contenido en el elemento volumen, kg.

La velocidad de evaporación depende de cuatro variables: por una parte la velocidad y la temperatura y por otra la geometría del sólido y la humedad. Al introducir las variables velocidad del gas y humedad se tiene:

$$M_s = t_{retension} \cdot F_s$$
Donde: (11)

tretención: tiempo de retención del material en el tambor cilíndrico, s; $F_{g^{\dagger}}$ flujo de sólido seco que atraviesa la sección, kg/s.

Se determina el tiempo de retención del material en el tambor.

$$t_{resension} = \frac{0.23}{5 \cdot N^{3/3}} \cdot \frac{L}{D} - 9.84 \cdot D_p^{-0.5} \cdot L \cdot \frac{6}{F}$$
(12)

Donde:

S: pendiente del cilindro, adimensional;

N: velocidad de rotación del tambor cilíndrico, r.p.m;

D_P: diámetro de la partícula, en el caso nuestro del sulfuro;

G: flujo de gas; kg/s;

F: flujo de material sólido; kg/s.

La velocidad de evaporación se determina mediante la siguiente expresión:

```
V_{evaporación} = 5.7 \cdot 10^{-6} \cdot H + 2.3110^{-7} \quad T_{gi} - 2.14 \cdot 10^{-5} \cdot H + 2.55 \cdot 10^{-6} + 1.49 \cdot 10^{-6} \cdot H + 6.37 \cdot 10^{-8} \quad T_{si} - 6.97 \cdot 10^{-5} \cdot H + 4.47 \cdot 10^{-6} \quad v_{\sigma} - 2
```

Análisis de los resultados

En la Figura 1 se evidencia que a partir de dos horas de exposición al secado se logra disminuir la humedad de la torta hasta el 17,48 %, y posterior a ese tiempo las tendencias sugieren que la humedad del material permanecerá prácticamente constante e inferior al 10 %. Este último valor es la referencia que determina la calidad del producto para ser comercializado.



Figura 1. Régimen de secado de la torta de sulfuro de níquel y cobalto.

En las zonas donde el secado ocurre más rápidamente es en el primer período (hasta los 55 min), donde se elimina el 25,761 % de humedad, mientras que a tiempos superiores, y hasta 120 min, solo se reduce la humedad en 12,88 %. Estos comportamientos son congruentes con las pendientes de la curva en los dos periodos antes mencionados, la cual es mayor para el primer periodo.

Comportamiento de la carga de zeolita

La Figura 2 muestra que al cargar el tambor de deshumidificación con 0,5 kg de zeolita natural se extrae una humedad de 13,646 % y al cargar con 1 kg se obtiene 12,587 %, significando que a medida que se incrementa la carga de zeolita no hay una influencia significativa en la deshumidificación del aire, debido, entre otros factores, al poco tiempo de permanencia del aire en el interior del deshumidificador. Además, el comportamiento anterior puede ser atribuido al hecho de que el incremento de la carga de zeolita no necesariamente incrementa la superficie de intercambio de masa en el deshumidificador dadas las características específicas de la instalación, lo que conlleva a plantearse que en condiciones mínimas de carga de zeolita es posible un secado adecuado desde los puntos de vista técnico y también económico, todo ello para las condiciones investigadas.



Figura 2. Influencia de la carga de zeolita en el secado.

Desde el punto de vista industrial el gasto energético es menor puesto que se utilizó 12 kg de zeolita, un flujo de aire y una carga de sulfuro como materiales. En estos minerales con virtudes de adsorción de gases se pudo corroborar que el grado de adsorción es superior al 30 % de su masa, es decir, para las muestras de 12 kg de tobas zeolitizadas se logró adsorber 3,6 kg de agua.

Comportamiento de la carga de sulfuro mixto

Con cargas de sulfuro de 0,5 kg y 1 kg se logran extraer cantidades de humedad de 14,496 %, y 11,623 %, respectivamente (Figura 3).



Figura 3. Influencia de la carga de sulfuro en el secado.

Además, a medida que se incrementa la carga de sulfuro en el tambor rotatorio de secado se disminuye considerablemente la cantidad de humedad extraída, debido a que se incrementa el espesor de la capa de material expuesta a secado y, por consiguiente, se reduce la velocidad de secado.

Comportamiento de la granulometría de la zeolita

Al utilizar las granulometrías de 6,3 mm y 10 mm se extrae 13,155 %, y 13,074 % de humedad, respectivamente. Al variar la granulometría de la zeolita, el secado se mantiene prácticamente constante, pues se tiene una diferencia de 0,081 % de humedad extraída, lo que puede considerarse poco significativo en los rangos de estudio.

Comportamiento del flujo de aire

Con un flujo de 10 m³/h y 30 m³/h se logra extraer unos 14,225 % y 12,005 % de humedad, respectivamente, sin embargo, el incremento del flujo de aire tiene un efecto negativo en el proceso, pues tiende a reducir la humedad extraída, debido a que no existe una adecuada difusión de la fase gaseosa en el sulfuro mixto de níquel y cobalto. Tecnológicamente, el tambor secador no presenta elementos elevadores lo que impide la buena difusión del aire deshumidificado.

Influencia de la interacción carga de zeolita (Cz) y la carga de sulfuro (Cs) sobre la humedad extraída

Según se observa en la Figura 4, cuando la carga de zeolita y de sulfuro es mínima, se extrae una humedad de 14,069 %; cuando la carga de zeolita es máxima y la carga de sulfuro es mínima se extrae una humedad de 13,542 %; cuando la carga de zeolita es mínima y la carga de sulfuro es máxima se extrae una humedad de 12,632 % y cuando ambas cargas son máximas se extrae una humedad de 12,105 %. A menor carga hay mayor extracción de humedad porque hay mayor superficie de contacto entre el aire y el sulfuro.



Figura 4. Interacción de la humedad contra la relación carga de zeolita y carga de sulfuro.

En el proceso de secado del sulfuro mixto de níquel y cobalto, con aire atmosférico deshumidificado previamente, el flujo de aire es un elemento común entre ambas

etapas, donde el proceso principal depende en gran medida de su flujo, es decir, aunque exista una elevada carga de zeolita, si el flujo es alto el tiempo de retención del aire en la capa zeolitica es bajo por lo que también sería baja la deshumidificación y el secado posterior; mientras que a flujos donde aumente su tiempo de retención la deshumidificación es mayor aunque la carga de zeolita sea pequeña. Como producto de la experimentación se demostró que la variabilidad de la carga de zeolita desde 0,5 kg a 1 kg no influye significamente en la deshumidificación y posteriormente en el secado.

Influencia de la interacción carga de zeolita (Cz) y la granulometría de la zeolita (G) en la humedad extraída

En la Figura 5 se observa la influencia de la relación carga de zeolita y la granulometría sobre la humedad extraída. Como se puede ver, cuando la carga de zeolita y sulfuro es mínima, se extrae una humedad de 13,358 %, y cuando ambas cargas son máximas se extrae una humedad de 12,831 %. Aquí la diferencia en el secado es mínima por lo que muestra que la interacción entre la granulometría y la carga de zeolita no influye considerablemente en el proceso de secado, porque la variabilida de humedad entre los puntos máximos y mínimos es de 1,148 %.



Figura 5. Influencia de la humedad y la relación carga de zeolita y granulometría de la zeolita.

Influencia de la carga de zeolita (Cz) y el flujo de aire (F) sobre la humedad

Como se puede observar en la Figura 6 hay una tendencia lineal decreciente, ya que con el aumento de ambos parámetros disminuye la humedad extraída; esto significa que existe una mayor interacción del aire y la zeolita cuando existe un mayor tiempo de residencia de este, aumentendo la interacción entre ambas fases.



Figura 6. Influencia de la relación carga de zeolita y flujo de aire en la humedad.

Cuando ambos parámetros son mínimos se extra el 13,933 % de humedad y cuando ambos son máximos se extrae el 12,296 %.

Influencia de la carga de sulfuro (Cs) y la granulometría de la zeolita (G) sobre la humedad

En la Figura 7 se observa la influencia de la relación Carga de sulfuro y la granulometría sobre la humedad extraída. Como se puede ver, cuando la carga de sulfuro y la granulometría son mínimas, se extrae una humedad de 13,825 % y cuando ambos parámetros son máximas se extrae una humedad de 12,349 %.



Figura 7. Influencia de la relación carga de sulfuro y la granulometría en la humedad.

La diferencia en el secado es significativa por lo que la interacción entre la granulometría y la carga de sulfuro influye considerablemente en el proceso de secado, ya que la variabilidad de humedad entre los puntos máximos y mínimos es de 1,5 %.

Influencia de la carga de sulfuro (Cs) y el flujo de aire (F) sobre la humedad

En la Figura 8 se evidencia la influencia de la relación carga de sulfuro y flujo de aire sobre la humedad extraída. Como se puede observar, cuando la carga de sulfuro y el flujo son mínimas, se extrae una humedad de 14,360 %, y cuando ambos parámetros son máximos se extrae una humedad de 11,814 %.



Figura 8. Influencia de la relación carga de sulfuro y flujo de aire sobre la humedad.

Aquí la diferencia en el secado es la máxima entre todas las interacciones estudiadas. Esto se debe a que a menor flujo de aire y a menor carga de zeolita hay mayor tiempo de retención del aire en el deshumidificador, lo que aumenta la interacción entre el aire y el agente deshumidificador, por consiguiente, hay mayor transferencia de masa entre el aire y la zeolita, lo que aumenta la deshumidificación del aire y la humedad extraída, por también existir una mayor superficie de contacto y retención del aire, además de que la capa del sulfuro es pequeña y con ello aumenta la difusión del agente gaseoso.

Influencia del flujo de aire (F) y la granulometría de la zeolita (G) sobre la humedad

Cuando la granulometría y el flujo de aire son mínimos se extrae el 13,690 % de humedad en el sulfuro y cuando ambos parámetros son máximas se extrae una humedad de 12,539 %. Aquí la diferencia en el secado es mínima por lo que muestra que la interacción entre la granulometría y el flujo de aire no influye considerablemente en el proceso de secado, porque la variabilidad de humedad entre los puntos máximos y mínimos es de 1,2 % (Figura 9).



Figura 9. Influencia de la relación granulometría y flujo de aire sobre la humedad.

Para el análisis estadístico se consideró, primeramente, la valoración integral de todas las variables de estudio en el rango analizado, mostrándose en el gráfico de Pareto (Figura 10) que las variables e interacciones influyentes en el proceso de secado son: la carga de sulfuro, el flujo de aire y la interacción flujo-granulometría.



Figura 10. Gráfico de Pareto estandarizado para He.

Para un trabajo con mayor exactitud se excluye del análisis todas las variables de entrada no significativas. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2. Efectos estimados	para H	le
----------------------------	--------	----

Variables e interacciones	Efecto	Error
promedio	13,1149	+/- 0,279522
B:CS	2,33075	+/- 0,559044
D:F	2,22025	+/- 0,559044
Granulometría-Flujo (CD)	4,15825	+/- 0,559044

La tabla muestra cada uno de los efectos estimados e interacciones, también se indica el error normal de cada uno de los efectos, el cual mide su error de muestreo.



Figura 11. Gráfico de Pareto estandarizado para He.

Donde se observa gráficamente los principales efectos e interacciones del proceso de secado, de manera decreciente; la interacción granulometría-flujo es el término más influyente de manera positiva, ya que existe una variabilidad en la humedad perdida al variar en sus niveles el flujo y la granulometría (cruce de las rectas), como se muestra en la Figura 12.



Figura 12. Gráfico de interacciones para He.

Mientras que la carga de sulfuros y el flujo son los siguientes parámetros pero lo hacen de manera negativa, como se muestra en la Figura 13, es decir, cuando hay un incremento de la carga del sulfuro o del flujo de aire, hay una disminución de la humedad extraída.



Análisis de la varianza para He

Variables	Suma de Cuadrados	Cuadrado medio	F-Ratio	P-Valor
Cs	21,7296	21,7296	17,38	0,0013
F	19,718	19,718	15,77	0,0019
CD	69,1642	69,1642	55,33	0,0000
Error Total	15,0014	1,25012		

Tabla 3. Análisis de la varianza y los errores posibles

R-cuadrado = 88,0574 % R-cuadrado (ajustado) = 85,0718 %

Error Estándar de Est. = 1,11809

Error absoluto de la media = 0,797031

Estadístico Durbin-Watson = 3,1582 (P=0,0007)

La tabla de ANOVA divide la variabilidad en Hp en distintos segmentos separados para cada uno de los efectos. Probada la significación estadística de cada efecto comparando la media al cuadrado contra una estimación del error experimental. En este caso, los tres efectos tienen los p-valores inferiores a 0,05; indicando que son significativamente diferentes de cero al 95,0 % de nivel de confianza.

El estadístico R-cuadrado indica que el modelo así ajustado explica el 88,0574 % de la variabilidad en He. El estadístico R-cuadrado ajustado, el cual es más adecuado para la comparación de números diferentes de variables independientes, es 85,0718 %. El error estándar de la estimación muestra la desviación normal de los residuos para ser 1,11809. El error absoluto de la media (MAE) de 0,797031 es el promedio del valor de los residuos. El estadístico Durbin-Watson (DW) examina los residuos para determinar si hay cualquier correlación significativa basada en el orden en el que se suceden en el

fichero de datos. Puesto que el p-valor es inferior a 0,05; hay indicios de una posible correlación de serie.

La ecuación del modelo ajustado es: $Re = 38,434 - 4,662 \cdot CS - 2,376 \cdot G - 1,091 \cdot F + 0,119 \cdot G \cdot F$, siendo los valores de las variables especificados en sus unidades originales.

Fila	Valor observado	Valor ajustado	Inf. 95,0 % CL para la Media	Sup. 95,0 % CL para la Media
1	16,221	17,4695	16,2514	18,6876
2	18,121	17,4695	16,2514	18,6876
3	15,911	15,1388	13,9207	16,3568
4	15,125	15,1388	13,9207	16,3568
5	14,155	13,3113	12,0932	14,5293
6	13,122	13,3113	12,0932	14,5293
7	12,131	10,9805	9,76245	12,1986
8	9,014	10,9805	9,76245	12,1986
9	12,920	11,091	9,87295	12,3091
10	9,971	11,091	9,87295	12,3091
11	9,097	8,76025	7,5422	9,9783
12	7,876	8,76025	7,5422	9,9783
13	14,991	15,2493	14,0312	16,4673
14	14,741	15,2493	14,0312	16,4673
15	13,711	12,9185	11,7004	14,1366
16	12,731	12,9185	11,7004	14,1366

Tabla 4. Resultado de la humedad extraída luego del ajuste del modelo estadístico

En la tabla 4 se muestran los resultados luego de haber sido simulado sobre el modelo ajustado, lo que permite predecir el comportamiento del proceso de secado por valores puntuales. La tabla contiene información sobre los valores de He que se han generado usando el modelo ajustado. Cada item corresponde a los valores de los factores experimentales en una fila específica de su fichero de datos del diseño de experimentos.

Empleando el modelo estadístico ajustado, en las condiciones de estudio, se logra optimizar en valores máximos de 17,4695 %, donde los valores óptimos de las variables son: Cz = 0,5 kg; Cs = 0,5 kg; G = 6,3 mm y de un F = 10,0 m³/h.

Para tener una percepción mayor de los valores más aceptables del secado en la siguiente figura se muestra una superficie de respuesta del proceso.



Figura 14. Superficie de respuesta estimada.

Conclusiones

Se realizó el análisis tecnológico y estadístico del proceso de secado del sulfuro mixto de níquel y cobalto con aire deshumidificado con zeolita natural y se demostró que las variables de entradas significativas de manera decreciente en proceso fueron la interacción granulometría-flujo, la que posee un carácter positivo sobre la humedad extraída, mientras que la carga de sulfuro (B) y flujo de aire (D) inciden negativamente, es decir, a medida que aumentan estos parámetros existe una disminución de la cantidad de humedad extraída, mostrándose según el siguiente modelo estadístico ajustado: $He = 38,434 - 4,662 \cdot CS - 2,376 \cdot G - 1,091 \cdot F + 0,119 \cdot G \cdot F$

Referencias bibliográficas

- CASTAÑO, F. & RUBIO, F. & ORTEGA, M. S. 2009: *Modelado de secaderos rotatorios en isocorriente*. Sevilla, España, p. 32-43.
- COONEY, D. O. 1998: Adsorption design for water waste treatment. Lewis Publisher, Washington D.C., USA.
- DYER, A. 1988: An Introduction to Zeolite Molecular Sieves. John Wiley & Sons Ltd, New York, USA.
- FERREIRA, S. & COSTA, A. 2009: Parámetros de transferencia de materia en el secado de frutas. *Informe tecnológico* 20(2): 89-104.
- HERNÁNDEZ, J. & QUINTO, P. 2005: Secado de medios porosos: una revisión a las teorías actualmente en uso. *Científica* 9(2): 63-71.

- LEYVA, R.; SÁNCHEZ, M.; HERNÁNDEZ, M. & GUERRERO, R. 2001: Remoción de Metales Pesados de Solución Acuosa por medio de Clinoptilolitas Naturales. *Revista Internacional de Contaminación Ambiental* 17(3): 129-136.
- MONTERO, I. 2005: *Modelado y construcción de un secadero solar híbrido para residuo biomásicos.* Tesis doctoral. Universidad de Extremadura. Badajoz, España. 262 p.
- NOVOA, R. 1993: El secado de zeolita LTA a escala de laboratorio (III). *Tecnología Química* XIV(2): 50-55.
- OROZCO, G. 1996: Caracterización geólogo mineralógica del yacimiento de tobas zeolitizadas Caimanes, Moa, Holguín. *Minería & Geología* 13(3): 45.
- RAFIEE, S; KEYHANI, A. & MOHAMADI, A. 2008: Soybean seeds mass transfer simulation during drying using finite element method. *World Applied Sciences* 4(2): 284-288.
- RETIRADO, Y. & LEGRÁ, A. 2011: Modelación matemática del área de exposición y del volumen de las pilas de menas lateríticas expuestas a secado solar natural. *Minería* & *Geología* 27(2): 84-108.
- RETIRADO, Y.; GÓNGORA, E.; TORRES, E. & HERNÁNDEZ, N. 2009: Comportamiento de la adherencia en menas lateríticos sometidas a secado solar natural. *Minería & Geología* 25(1): 1-11.
- RETIRADO, Y.; LEGRÁ, A.; LAMORÚ, M.; TORRES, E.; LAURENCIO, H. & GÓNGORA, E. 2012: Modelación y simulación del proceso de secado natural de la mena lateríticos. *Minería & Geología* 28(4): 1-19.