



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**“OPTIMIZACIÓN DE UNA OLLA DE
DESGASIFICADO EQUIPADA CON EL ROTOR
INYECTOR MEDIANTE MODELADO FÍSICO”**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO**

P R E S E N T A:

VALTER AMADEUS ALEJANDRO SANTOS MÉNDEZ



MÉXICO, CDMX.

MARZO

AÑO 2016



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

JURADO ASIGNADO

PRESIDENTE: Prof. Carlos González Rivera
VOCAL: Prof. Marco Aurelio Ramírez Argáez
SECRETARIO: Prof. Agustín Gerardo Ruiz Tamayo
1er. SUPLENTE: Prof. Eudoxio Alberto Gómez Ramos
2° SUPLENTE: Prof. Adrián Manuel Amaro Villeda

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

Facultad de Química UNAM, Edificio D,
Departamento de Ingeniería Metalúrgica,
Laboratorio de Solidificación y Simulación Matemática

ASESOR DEL TEMA: Dr. Marco Aurelio Ramírez Argáez _____

SUPERVISOR TÉCNICO: Dr. Adrián Manuel Amaro Villeda _____

SUSTENTANTE: Valter Amadeus Alejandro Santos Méndez _____

AGRADECIMIENTOS

A mis Padres:

Por su incondicional apoyo en cada uno de los proyectos que he decidido emprender a lo largo de mi vida y por el cual he logrado mis metas.

A mis Hermanas:

A Perla y Estrella por siempre creer en mí e igualmente por su eterno apoyo.

A una gran mujer, a Dayana:

A Dayana por ser una excelente mujer y aún mejor madre, dando siempre lo mejor de sí misma para llegar a cumplir sus sueños y metas por las personas que ama, por brindarme todo su apoyo y tiempo para llegar hasta donde he llegado y por ser parte de mi vida.

A mis Amigos:

A mis amigos Néstor, Ismael y Jonathan por todos los buenos momentos, por siempre brindarme su amistad sabiendo así que no pude tener mejores amigos.

A mi Supervisor Técnico:

Al Dr. Adrián Amaro sin cuyo apoyo en la realización experimental no habría sido posible este trabajo, dedicándome así su tiempo y esfuerzo.

A mi Asesor de Tesis, el Dr. Marco Aurelio:

Al Dr. Marco Aurelio por proporcionarme siempre su apoyo en todo momento que lo necesité, por confiar en mí para realizar este trabajo y ser un excelente docente.

Agradezco sobre todo a la persona más importante para mí, mi Hija Mía:

A ti Mía, por siempre inspirarme a cumplir mis metas, por ser mi motivación en la vida e iluminar mi mundo, pretendiendo un día te enorgullezcas de mi tanto como yo siempre lo he estado de ti.

***Agradezco especialmente la beca recibida para concluir esta tesis del proyecto PAPIIT,
clave IN114115, Titulado: "Diseño de un rotor y optimización en una olla de
desgasificado de aluminio mediante modelado físico y matemático", a cargo del Dr.
Marco Aurelio Ramírez Argáez.***

Índice General

Índice de Figuras.....	III
Índice de Tablas.....	V

Capítulo 1. Introducción, antecedentes y generalidades.....1

1.1 Historia del aluminio.....	1
1.2 Historia del proceso de fundición del aluminio.....	2
1.2.1 Selección del proceso de fundición.....	3
1.3 Impurezas y control de calidad en el aluminio fundido (generalidades).....	4
1.3.1 Procesamiento del aluminio fundido.....	7
Planteamiento del problema.....	9
1.4 Generalidades del desgasificado.....	9
1.4.1 Diversos métodos de desgasificado.....	14
1.5 Historia de la desgasificación por medio de gases de purga.....	18
1.5.1 Evaluación de la calidad de fusión posterior al desgasificado.....	19
1.5.2 Antecedentes del desgasificado por rotor inyector.....	20
1.5.3 Análisis completo de desgasificado utilizando rotores inyectores.....	24
1.6 Listado de Hipótesis.....	38
1.7 Objetivos Planteados.....	39

Capítulo 2. Metodología de trabajo.....40

2.1 Modelo físico.....	40
2.1.1 Números adimensionales y criterios de similitud.....	41
2.2 Descripción del sistema materiales y equipos.....	44
2.3 Arreglo experimental.....	47
2.4 Procedimiento experimental.....	48
2.4.1 Calibración del Oxímetro y consideraciones de uso.....	49
2.4.2 Conversión de flujo de gas como dependencia del Flujómetro.....	51
2.4.3 Consideraciones para la operación del equipo.....	53

2.5	Diseño de experimentos.....	54
2.6	Tratamiento estadístico de datos.....	55
	Capítulo 3. Resultados y discusión de resultados.....	58
3.1	Resultados del modelo físico.....	58
3.2	Resultados del análisis estadístico.....	64
3.2.1	Obtención de la constante cinética.....	64
3.2.2	Volumen de gas consumido y eficiencia del proceso.....	66
3.2.3	Análisis estadístico de las eficiencias, volúmenes y constantes cinéticas.....	68
3.3	Optimización del proceso al rango de condiciones utilizadas.....	71
	Capítulo 4. Conclusiones.....	79
	Trabajo Futuro.....	80
	Capítulo 5. Bibliografía.....	82

Índice de Figuras

Designación de figura	Descripción de la figura	Página
Capítulo 1. Introducción, antecedentes y generalidades		
1.1	a) Cilindro maestro de freno (aplicación automotriz), b) Base de motor (aplicación naval); incluso el acabado superficial difiere en el mismo material de fundición de acuerdo al seguimiento del control de calidad.	6
1.2	Influencia de la temperatura en la disolución de hidrógeno para el aluminio puro y las aleaciones A356.0 y A329.0 a 1 ATM.	11
1.3	Volumen de control de gas de purga.	12
1.4	Comparación entre los métodos de desgasificación por gas de purga (argón) con rotor inyector, tapón poroso y lanza.	14
1.5	Comparación entre la morfología de las porosidades por contracción y por gases disueltos.	15
1.6	Tiempo de desgasificado de aluminio usando la tecnología de vibración ultrasónica.	16
1.7	Estándares comparativos de la fundición A356.0 para control de calidad. El número al centro de cada uno indica el porcentaje del área superficial con porosidad, el número de abajo la densidad.	20
1.8	a) Rotor de diseño liso (A), b) Rotor comercial FOSECO (B), c) Rotor FOSECO (muescado) (C).	29
Capítulo 2. Metodología de trabajo		
2.1	Reactor industrial de Cooper Crouse Hinds y planos de diseño de CIATEQ para el modelo físico utilizado.	45
2.2	a) Rotor comercial de la marca FOSECO®, b) Nueva propuesta de rotor, elaborado en un trabajo previo	46
2.3	a) Tacómetro, b) Oxímetro, c) Flujómetro.	46
2.4	Esquema de las partes que componen al modelo físico y arreglo experimental.	47

2.5	Fotografía del arreglo experimental, lo componen: i) Modelo físico del reactor, ii) Soporte para nivelar el modelo, iii) Motor y juntas rotativas, iv) Flecha de Nylamid®, v) Flujómetro, vi) Tanque de gas N ₂ , vii) Oxímetro, viii) Toma de aire.	48
Capítulo 3. Resultados y discusión de resultados		
3.1	a) Serie de fotografías de los experimentos con el rotor estándar FOSECO®, b) Serie de fotografías de los experimentos con el rotor de nuevo diseño.	58
3.2	Curvas resultantes de los experimentos correspondientes para el nuevo diseño de rotor con sus réplicas.	60
3.3	Curvas resultantes de los experimentos correspondientes para el rotor comercial FOSECO® con sus réplicas.	62
3.4	Curvas comparativas de las pruebas con el rotor estándar comercial FOSECO® y el nuevo diseño de rotor.	63
3.5	Tendencia de la constante cinética de acuerdo a las condiciones de operación.	65
3.6	a) Definición de las funciones con $f(1)$ =Volumen consumido de gas y $f(2)$ =Inverso de constante cinética, b) Definición de las funciones como $f(1)$ =Inverso de la eficiencia y $f(2)$ =Inverso de constante cinética.	72
3.7	a) Rutina f_{minimax} en función del volumen de gas de purga consumido, b) Rutina f_{minimax} en función de la eficiencia del proceso.	73
3.8	a) Rutina $g_{\text{multiobjt}}$ en función del volumen de gas de purga consumido, b) Rutina $g_{\text{multiobjt}}$ en función de la eficiencia del proceso.	73

Índice de Tablas

Designación de tabla	Descripción de la tabla	Página
Capítulo 2. Metodología de trabajo		
1	Dimensiones comparativas a considerar en la similitud geométrica.	42
2	Propiedades físicas para el cálculo de los números adimensionales.	43
3	Cálculo de los números adimensionales para los criterios de similitud.	43
4	Niveles de variables utilizadas en el diseño de experimentos.	54
5	Matriz experimental del diseño de experimentos multifactorial 2 ³ .	55
Capítulo 3. Resultados y discusión de resultados		
6	Correlaciones y constantes cinéticas (24) obtenidas en Table Curve®.	65
7	Cálculo de la eficiencia como dependencia del volumen de gas consumido.	67
8	Efecto de las variables y su error estándar en el proceso para el diseño de experimentos en función del volumen de gas de purga.	68
9	Efecto de las variables y su error estándar en el proceso para el diseño de experimentos en función de la constante cinética.	69
10	Efecto de las variables y su error estándar en el proceso para el diseño de experimentos en función de la eficiencia del proceso.	70
11	Comparación de los resultados obtenidos para gamultiobjt.	76

Capítulo 1. Introducción, antecedentes y generalidades

1.1 Historia del aluminio

Las fundiciones fueron el primer mercado importante para el aluminio, seguidas de la comercialización del proceso de reducción electrolítica Hall-Heroult. Al principio, las aplicaciones fueron limitadas a curiosidades como letreros de números de casas, espejos de mano, brochas, cierres, mancuernillas, alfileres de sombrero y cubiertas para lámpara decorativas que enfatizan el bajo peso, acabado plateado y la novedad del nuevo metal. Los utensilios de cocina de aluminio fundido fueron una alternativa bienvenida a los hierros colados y las ollas de latón, sartenes y calderos. El costo del aluminio decreció continuamente, y a finales del siglo 19 importantes aplicaciones ingenieriles se volvieron viables económicamente.

El aluminio en fundiciones así como para formas metalmecánicas fue un metal para este tiempo. Tres mercados emergentes coincidieron con la aparición del aluminio como material alternativo:

- La electrificación demandó no solo baja densidad, resistencia a la corrosión, alambres de alta conductividad y cables para los cuales el aluminio fue muy adecuado, pero también torres de transmisión e instalación de equipos.
- Los pioneros automotrices buscando materiales innovadores y formas de producto para diferenciar el desempeño y apariencia de sus productos.
- Cuando los hermanos Wright tuvieron éxito en el vuelo propulsado, el motor y otras partes en aluminio colado representaron el comienzo de una cercana colaboración con lo que se convertiría en las industrias de la aviación y aeroespacial.

El amplio número de aplicaciones para las cuales el aluminio es competente en estos y otros mercados requirieron el desarrollo de composiciones y condiciones del material especializadas para satisfacer requerimientos ingenieriles específicos. La caracterización de las propiedades físicas y mecánicas y los resultados de las pruebas de desempeño fueron las bases para el desarrollo continuo de nuevas

aleaciones y refinación en el control de la composición. El desarrollo del molde permanente y colada a presión como alternativas a la colada en arena alentaron el desarrollo de nuevas aleaciones adecuadas no solo para los requerimientos de las aplicaciones sino que también para el proceso de colada. Las mejoras tecnológicas continuas en aleaciones, coladas y tecnologías de reciclado han mejorado la competitividad e impulsado el crecimiento del mercado de los aluminios colados. ^[1]

1.2 Historia del Proceso de Fundición del Aluminio

Las aleaciones coladas de aluminio se produjeron primero usando procesos que habían sido usados históricamente para otros metales. Es una creencia general que el arte de la fundición de metales fue practicado más de 5500 años atrás ^[1], cuando en forma de huecos se cavaban o imprimían en moldes de minerales suaves y arcilla. Producidos de forma natural el cobre, la plata y el oro fueron fundidos y solidificados en esos huecos. Artefactos, armas y herramientas fabricados de latones, bronces, estaño y zinc fueron colados como desarrollo de la metalurgia extractiva, y moldes más complejos de mezclas de arena y arcilla evolucionaron. Estos métodos fueron duplicados después para otros metales incluyendo hierros y aceros.

Las atractivas propiedades ingenieriles del aluminio –bajo punto de fusión y colabilidad- rápidamente permitieron una adopción de los procesos existentes de fundición y de la evolución que ampliaron los medios por los que se diseñan formas que pueden ser producidas por metales fundidos.

La colada a presión entró en existencia a principios de 1820 en respuesta a la expansión necesaria para altos volúmenes de fundición de tipo impresión. La inyección de metal bajo presión en matrices metálicas fue al principio puramente mecánica, usando manivelas de mano. Después, sistemas neumáticos e hidráulicos fueron usados cuando las aplicaciones aumentaron para incluir la bicicleta, el fonógrafo y partes de consumo durables. Para 1870, los trabajadores

de colada a presión produjeron plomo y otros metales de baja temperatura con un sorprendente grado de automatización. El progreso en el aluminio colado a presión estuvo limitado hasta el desarrollo del proceso de cámara fría en la década de 1920.

El aluminio puede ser fundido por todos los procesos existentes incluyendo colada a presión, molde permanente, molde de arena aglomerada con arcilla y agua (arena en verde), arena aglomerada químicamente, molde de yeso y fundición de precisión (investment casting). Importantes variaciones incluyen moldeo y distinciones de patrones como lost-foam (molde evaporable), moldes V y de coraza, y procesos derivados como squeeze casting, molde permanente de baja presión, colada al vacío sin alimentadores, y formación semisólida basada en principios rheocasting/thixocasting.^[1]

1.2.1 Selección del proceso de fundición

Muchos factores contribuyen en la selección del proceso de fundición para producir partes específicas. El proceso de selección está fuertemente influenciado por los requerimientos de las partes que son a menudo las bases para definir las aleaciones candidatas que a su vez intervienen en el rango de procesos elegidos. Los criterios de selección de procesos más importantes son:

- Consideraciones del proceso de colada: Requerimientos de fluidez, resistencia a la fractura en caliente, minimización de las tendencias de contracción.
- Consideraciones del diseño de colada: Perspectiva, espesor de pared, pasajes internos.
- Propiedades mecánicas requeridas: Resistencia y ductilidad, dureza, resistencia a la fatiga, tenacidad, resistencia al impacto, límites especificados.
- Propiedades físicas requeridas: Conductividad térmica y eléctrica, gravedad específica, características de expansión.

- Requerimientos del proceso: Maquinabilidad, soldabilidad y acabado químico.
- Requerimientos de servicio: Hermeticidad (que impide el paso de fluidos, líquidos o gases), resistencia a la corrosión, resistencia al desgaste, resistencia a las altas temperaturas, estabilidad térmica y dimensional.
- Económicos: Volumen, productividad, rendimiento del proceso, costo de material, costo del herramental, costo de maquinaria, soldadura, y tratamientos térmicos.

Muchas aleaciones coladas de aluminio pueden ser producidas por cualquiera de los métodos disponibles. En la mayoría de los casos, las dimensiones, especificaciones de diseño, y propiedades requeridas del material limitan el rango de procedimientos candidatos. Se realizan concesiones en criterios especificados para facilitar el uso de los procesos más efectivos en costo. ^[1]

1.3 Impurezas y control de calidad en el aluminio fundido (generalidades)

Una variable de especial importancia para seleccionar un proceso de fundición es la calidad metalúrgica que tendrá la pieza una vez acabada. Factores como el acabado superficial, niveles de porosidad en el metal así como impurezas o mezclas con material indeseado proveniente de la fundición de metal mismo u otras provenientes del ambiente incluyendo el horno en el cual se lleva a cabo la fusión, por ejemplo desprendimiento de material de refractario, deben tenerse en cuenta en cuanto a un control estricto de calidad.

Las impurezas se dividen en dos clases: Inclusiones sólidas e impurezas disueltas.

Las impurezas solidas en el aluminio provienen de diferentes fuentes. Las inclusiones exógenas pueden provenir como ya se mencionó, del refractario del horno de fundición así como del ambiente de fundición, las cucharas de vaciado,

reactores, etcétera. Muchas de ellas son simples óxidos como el Al_2O_3 y MgO , K-, Ca- y silicatos de Al-, aluminatos de Mg, K-, Ca- entre otras provenientes de los tratamientos para mejorar el desempeño de las aleaciones como los refinadores de grano de TiB_2 . Las inclusiones endógenas se forman en el metal fundido durante su etapa de producción, por ejemplo en las celdas electrolíticas, en las operaciones de tratamiento al metal fundido como durante la purga de gas o durante las etapas del enfriamiento y almacenamiento del mismo metal. Dependiendo del material producido las inclusiones más importantes son Al_2O_3 , MgO y Al_4C_3 .

Las impurezas disueltas pueden ser metales extraños y gases disueltos. Los metales extraños en la sala de cuba son Na, Li, y Ca provenientes del electrolito. Los metales refundidos pueden contener Fe, Si, y Cu como impurezas. Estos metales no son removidos industrialmente y tienen que ser diluidos con la adición de aluminio puro o aleaciones correspondientes en el horno de fusión. El único gas disuelto en las fundiciones de aluminio es el hidrógeno, porque no forma compuestos con el aluminio como lo hacen otros gases (por ejemplo el nitrógeno forma AlN , el oxígeno forma Al_2O_3). Comparado con el hierro y el cobre, el aluminio más bien tiene una baja solubilidad para el hidrógeno (a $660\text{ }^\circ\text{C}$ el aluminio líquido disuelve 0.69 ppm de H y el aluminio sólido sólo 0.039 ppm de H). El hidrógeno tiene que ser removido, porque las burbujas de este gas originadas durante la solidificación conducen a inaceptables poros por gas producidos en el material. Debido a su vez a la baja solubilidad del hidrógeno en el aluminio, su eliminación en estas fundiciones es una tarea exigente. ^[2]

El control de la calidad del producto generalmente comienza con el control de calidad de la fundición. Un completo entendimiento de la calidad del metal fundido es de gran importancia para el control y predicción de las características actuales de la colada. Si uno es capaz de actuar de forma proactiva en lugar de una forma reactiva con respecto al metal líquido y el control de calidad de la fundición, se pueden entonces reducir los costos de inactividad y los niveles de chatarras. No existe un único aparato disponible en el mercado para una evaluación completa de

la calidad del aluminio fundido. Por consiguiente, los aparatos combinan varios métodos como son: análisis térmico, prueba de presión reducida, molde K, prueba Tatur, prueba de fluidez de espiral y PoDFA tienen que ser usados para una completa evaluación de la calidad del aluminio fundido. Cualquier defecto adicionado o creado durante la etapa de fundición puede llevarse a la microestructura final, y seguramente, afectará la calidad de los productos de colada. [3]

Es de especial importancia mencionar que la calidad requerida para el metal líquido y por consiguiente, de la pieza de fundición, depende de forma crítica de la aplicación de la pieza así como sus consideraciones de operación. Algunas piezas de aluminio se ilustran en la Figura 1.1.

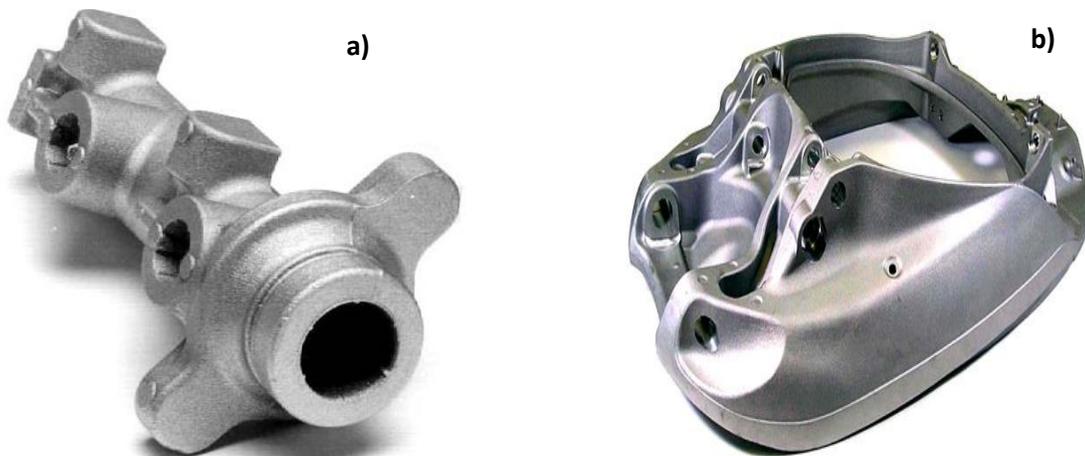


Figura 1.1. a) Cilindro maestro de freno (aplicación automotriz) [4], b) Base de motor (aplicación naval) [4]; incluso el acabado superficial difiere en el mismo material de fundición de acuerdo al seguimiento del control de calidad.

Las piezas hechas de aluminio por fundición (junto con sus aleaciones) necesitan entonces tratamientos para mejorar sus propiedades y calidad metalúrgica en general (refinación de grano, modificación del Si o desgasificación); en mayor o menor medida debe existir un procesamiento del metal fundido.

1.3.1 Procesamiento del aluminio fundido

Como se mencionó de forma general en el apartado 1.3, la limpieza del aluminio líquido empieza con un simple tratamiento en la cuchara por ejemplo en el cuarto de cuba metálico para remover metales alcalinos, antes de que el metal fundido sea transferido al horno de fusión. Allí se realiza la aleación y una operación adicional se puede llevar a cabo. Desde el horno de fundición el metal líquido es alimentado a través de un canal de colada a la unidad de desgasificación para eliminar el hidrógeno. La refinación de grano se lleva a cabo mediante un cable de inyección entre la unidad de purga de gas y la estación de filtración. A veces la purga de gas se combina con un filtro en una unidad. Después del tratamiento al metal líquido, este es colado en una unidad de fusión de tochos, panqués o lingotes. [2]

De acuerdo con lo anterior, es entonces necesario dividir el procesamiento del metal líquido en cuatro fases:

- i) *Mezclado*: Casi todas las cargas al horno no estarán mezcladas saliendo de la fundición y la adición de aleaciones, tanto en la química del baño como en la uniformidad térmica. Antes de la transferencia, ya sea a un horno de mantenimiento o a la máquina de colada el baño necesita tener una composición química uniforme. La mayoría en las adiciones hechas al baño son más densas que el aluminio líquido y por tanto se hundirán hasta el fondo del horno y necesitarán ser “encontrados” por algún tipo de agitación. Se puede agitar por medio de un brazo agitador unido a una carretilla elevadora, soplado de gas al horno utilizando una varilla de flujo, aunque el alto grado de agitación necesario por este método puede causar grandes pérdidas de metal por oxidación. Tapones porosos, agitación por inducción y bombes mecánicos son también usados por algunas compañías de aluminio.
- ii) *Remoción de Metales Alcalinos*: Como se mencionó en 1.3, los elementos principales que contaminan el aluminio líquido son el Na, el

Ca y el Li. Dependiendo de la aleación a producir todos ellos causan detrimento del proceso de fundición y el producto terminado. El Na es el más común en el metal fundido como contaminante en la alúmina o el proceso de fundición. El Li se agrega a las celdas electrolíticas para incrementar la eficiencia de corriente y el Ca puede ser encontrado como contaminante en las adiciones de Si al metal. Estos elementos se oxidan de forma natural pero los niveles que alcanzan no son permitidos, sumado a que toman mucho tiempo en hacerlo. Para ello se utilizan tratamientos como el SNIF (sistema de tratamiento de metal en hornos sobre ruedas, equipo de Pyrotek), que reduce los niveles de metales alcalinos usando bajos porcentajes de cloro. Para remover cantidades grandes de estos metales el metal líquido es tratado entre el cuarto de celdas y el sitio de fusión utilizando una reacción química con cloro o una sal reactiva por ejemplo el AlF_3 . Dentro del horno, el método más popular es utilizar pequeñas cantidades de gas en transportadores inertes (como Argón o Nitrógeno) o utilizando reactivos químicos no tóxicos como Promag o Zendox. En todos los casos la efectividad de la adición y la agitación del baño afectarán la efectividad del proceso.

- iii) *Remoción de Inclusiones:* Nuevamente, refiriendo a 1.3, existen muchas fuentes de inclusiones metálicas y no metálicas que pueden contaminar el aluminio fundido. Los niveles aceptables de inclusiones varían dependiendo de la finalidad del producto. Se utilizan filtros y máquinas para incrementar la calidad metalúrgica del producto; incluso donde se realizan tratamientos en línea, el uso de los tratamientos en el horno para reducir las inclusiones mejora la calidad final del metal.
- iv) *Desgasificación:* Es bien conocido que el hidrógeno es el único gas que tiene una solubilidad significativa en el aluminio líquido. La cantidad de hidrógeno en la carga inicial varía debido a muchos factores incluyendo la naturaleza de la carga, el tipo de horno y la humedad atmosférica. Sin embargo, es usualmente demasiado alto para el acabado final del

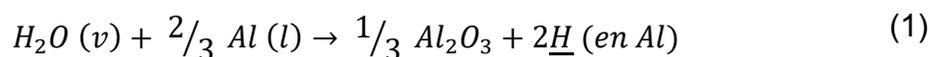
producto y necesita ser reducido. El método más común para su reducción es utilizar “tratamientos en línea” justo antes de que el metal sea vaciado en el molde final de fundición. La reducción absoluta de aluminio es afectada por la concentración proveniente de hidrógeno disuelto, es decir, cuanto mayor sea el hidrógeno de entrada mayor será el hidrógeno de salida. Para aplicaciones críticas donde el hidrógeno necesita ser controlado de manera crucial, es necesaria alguna forma de pre tratamiento en el horno. [5]

Planteamiento del problema

1.4 Generalidades del desgasificado

El caso de estudio en este trabajo refiere al método de desgasificado como forma de tratamiento en el horno. Como se ha descrito, el desgasificado del metal líquido es uno de los tratamientos cruciales para asegurar tanto la calidad de la fundición como las propiedades que esta va a presentar.

En el artículo escrito por Sigworth titulado “A Scientific Basis for Degassing Aluminium” [6] el autor plantea la facilidad del aluminio de reaccionar con el medio y de esta forma llegar a la reacción conocida de disolución de hidrógeno en el aluminio:



Es entonces lógico suponer que el estado líquido del aluminio le confiere al agua que se encuentra en la atmósfera una excepcional capacidad para poder romper su molécula, y al hidrógeno molecular romperse en hidrógeno monoatómico para disolverse dentro de este aluminio líquido; el cual es el principal problema de los procesos de fundición de este metal.

Se explica entonces que el hidrógeno tiene tres tipos de factores que afectan su remoción:

- Factores químicos: De acuerdo a la ecuación de Sievert, la solubilidad de hidrógeno S en una atmósfera de H₂ puede explicarse como la siguiente ecuación en función de la temperatura, T:

$$\ln S = -\frac{5872}{T} + 6.033 \quad (2)$$

Posteriormente se introduce la ecuación que relaciona el efecto de los elementos aleantes en esta reacción para el gas disuelto, dónde se introduce un coeficiente de actividad f_H y se aprecia la concentración de hidrógeno, H , en unidades de cm³/100g de Al y la presión parcial de hidrogeno P_{H_2} :

$$S = f_H \frac{H \left(\frac{cm^3}{100g} \right)}{\sqrt{P_{H_2}}} \quad (3)$$

Entonces se puede calcular una constante de equilibrio, Keq , de la ley de Sievert en función de la presión parcial de H₂, el porcentaje en peso de hidrógeno, %H disuelto en aluminio, y el coeficiente de actividad por medio de:

$$Keq = f_H \frac{[\%H]}{\sqrt{P_{H_2}}} \quad (4)$$

Y lo que se obtiene entonces es la relación de la solubilidad del hidrógeno con el incremento de la temperatura, que muestra una proporción directa en escala logarítmica como se aprecia en la Figura 1.2.

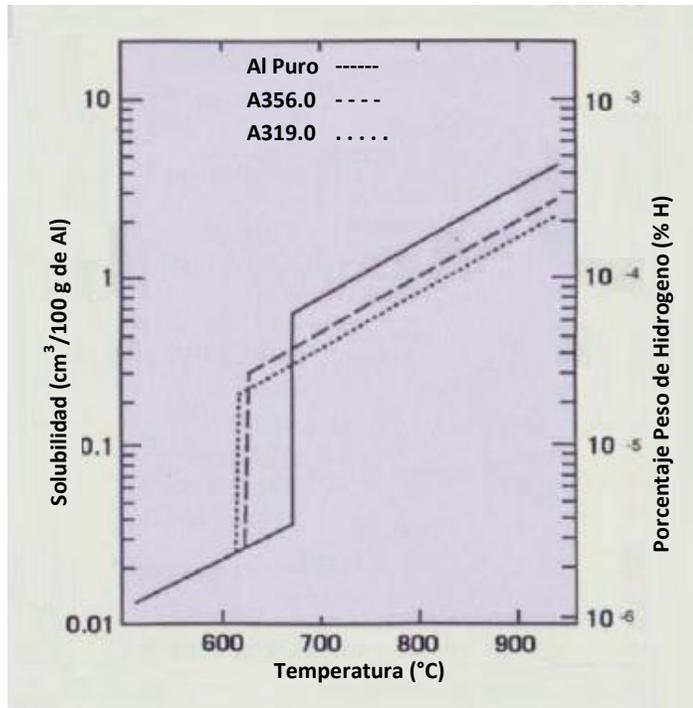


Figura 1.2. Influencia de la temperatura en la disolución de hidrógeno para el aluminio puro y las aleaciones A356.0 y A329.0 a 1 ATM. [7]

Posteriormente generan un balance de masa para calcular el cociente del gas de purga sobre el gas removido:

$$R = \frac{\text{stdft}^3 \text{ de Gas de Purga}}{\text{stdft}^3 \text{ de H}_2 \text{ Removido}} = \frac{1-P_{H_2}}{P_{H_2}} \quad (5)$$

La remoción de gas al equilibrio disminuye con la concentración de H disuelto.

➤ Factores cinéticos: Son los mecanismos de transporte de masa convectivo y difusivo que afectan al proceso, resumido en las siguientes etapas:

- 1) Transporte de H del metal líquido a la proximidad de una burbuja de gas inerte por una combinación de convección y difusión
- 2) Transporte difusivo a través de una capa delgada de líquido estancado, llamada capa límite, circundante a la burbuja.

- 3) La adsorción química del hidrógeno sobre la burbuja y subsecuente desorción de éste desde la superficie de las burbujas.
- 4) Difusión de H₂ como especie gaseosa dentro de las burbujas de gas de purga

La etapa 2 es la más lenta que las otras y por lo tanto controla al proceso de desgasificado.

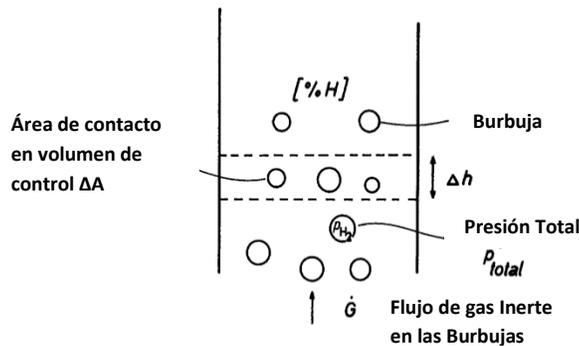


Figura 1.3. Volumen de control de gas de purga. ^[6]

Se considera ahora un cambio en la composición del gas mientras la burbuja asciende en el metal fundido. La Figura 1.3 muestra una sección horizontal de amplitud Δh de un reactor batch. Puede construirse una ecuación de balance de masa para el hidrógeno que deja esta sección del metal fundido (hidrógeno disuelto monoatómico H) y entra a la fase gas (hidrógeno molecular H_2) descrita por:

$$\frac{k\rho([\%H] - [\%H]_e)\Delta A}{100m_H} = 2\dot{G}\Delta\left(\frac{P_{H_2}}{P_{N_2}}\right) \quad (6)$$

Se usa un coeficiente de transferencia de masa empírico k en metros por segundo a la superficie de las burbujas.

En la ecuación anterior \dot{G} es la velocidad de flujo molar del gas de purga, ΔA es el área superficial de burbuja, m_H es el peso molecular del hidrógeno en Kg/Kmol, ρ es la densidad del metal en Kg/m³, P_{N_2} es la presión parcial

de nitrógeno en atmósferas, $[\%H]_e$ es la concentración de hidrógeno al equilibrio en la superficie de las burbujas dada por el equilibrio $\underline{H} = 1/2H_2$.

- Control difusional y control químico: Las ecuaciones generadas de los dos factores anteriores se sintetizan e integran para generar una ecuación conocida como cálculo de grupo de hidrógeno adimensional ψ :

$$\frac{\Psi}{[\%H]} = \frac{k\rho A K e q^2}{400 f^2 m_H \dot{G}} \cdot \frac{1}{[\%H]} \quad (7)$$

Donde A es el área superficial total en las burbujas de gas de purga y la demás nomenclatura se explica en las ecuaciones (4) y (6). La eficiencia de desgasificado entonces tiene que ver con la concentración de hidrógeno adimensional. La eficiencia de desgasificado es controlada por factores cinéticos, difusivos y mixtos: Cerca de 0.3 de $\Psi / [\%H]$ (concentración de hidrógeno adimensional) son controlados por difusión y por arriba de 2 se trata de un control cinético.

La geometría y el diámetro de las burbujas indican su velocidad de desplazamiento, que aumenta en órdenes de magnitud mientras más se acerquen a cascos esféricos.

Finalmente el artículo indica que mientras menores sean los tamaños de burbuja (así como a mayor número) y menor temperatura existe un incremento en la eficiencia del desgasificado. Se concluye que de los métodos de desgasificado utilizando gas de purga, el más eficiente es el uso del rotor inyector, lo cual se muestra en la Figura 1.4.

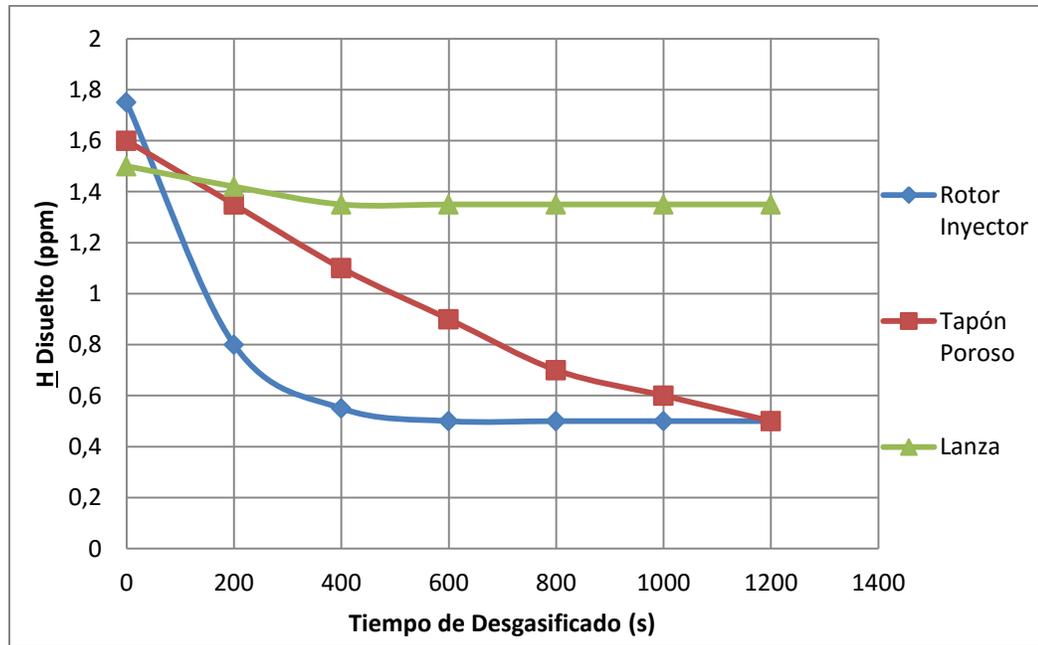


Figura 1.4. Comparación entre los métodos de desgasificación por gas de purga (argón) con rotor inyector, tapón poroso y lanza. [7]

1.4.1. Diversos métodos de desgasificado

El método de desgasificado de mayor importancia en la industria metalúrgica para el tratamiento de las fundiciones de aluminio es el uso de rotor inyector, siendo utilizado desde las pequeñas fundidoras hasta las grandes industrias de presencia internacional.

La porosidad, que es el defecto a eliminar idealmente por medio de este tratamiento, no es causada enteramente por el hidrógeno. Durante la solidificación, la contracción del metal debida a las condiciones de subenfriamiento es otra causa de porosidad en las aleaciones de aluminio; la diferencia es que la porosidad por contracción se encuentra localizada en el espaciamiento interdendrítico de las aleaciones de aluminio (metalográficamente) y la porosidad por gases disueltos no tiene una zona preferencial de generación del poro el cuál es perfectamente visible macroscópicamente en la mayoría de los casos y tiene forma esférica (ver Figura 1.5).

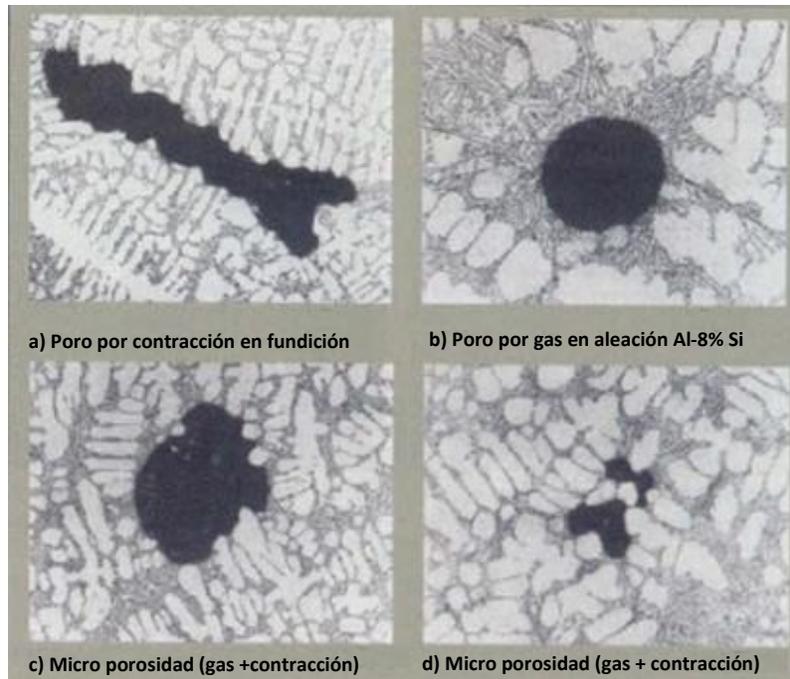


Figura 1.5. Comparación entre la morfología de las porosidades por contracción y por gases disueltos. [8]

Aclarado el punto anterior, es importante mencionar que la desgasificación es un proceso estandarizado aplicado al metal fundido, por lo que la determinación del origen de los poros por contracción sólida o gases atrapados requerirá de las pruebas metalográficas y mecánicas pertinentes cuyo uso queda fuera del alcance de este trabajo.

Existen diversos métodos de desgasificación que van desde los más tradicionales a algunos muy novedosos que se enriquecen debido a las nuevas tecnologías, a continuación se citan los métodos de desgasificado más utilizados actualmente, sin ningún orden en específico:

- a) *Desgasificación ultrasónica:* Por medio del uso de frecuencias de ultrasonido es posible eliminar pequeñas burbujas de gas suspendidas en el metal líquido así como disolver los niveles de gas disuelto en el mismo. Kapustina [9] menciona en su trabajo que las oscilaciones de la burbuja son

la fuerza motriz más importante detrás del desgasificado. En el estado de expansión, la presión reducida dentro de la burbuja obliga al hidrógeno a difundir y recombinarse a moléculas dentro de la burbuja. Durante la fase de contracción parte de este hidrógeno es obligado a regresar. Sin embargo, la relación superficie/volumen es tal que la burbuja oscilante actúa como una bomba teniendo finalmente más hidrógeno del que ha escapado. El proceso tiene como ventaja su rapidez en la desgasificación como se observa en la Figura 1.6, pero se busca mejorar aún más su eficiencia. utilizando inyección de gas de purga y métodos de desgasificación por vacío.

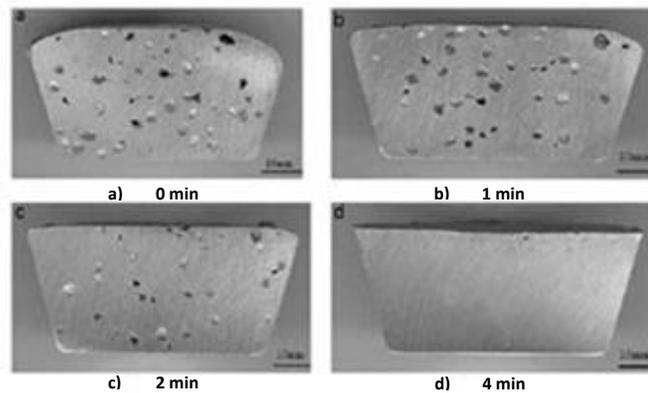


Figura 1.6. Tiempo de desgasificado de aluminio usando la tecnología de vibración ultrasónica. ^[10]

- b) *Desgasificación al vacío:* Se elimina la presión atmosférica lo que produce que el hidrógeno forme burbujas que son eliminadas por un sistema de bombeo. Este proceso es generalmente acelerado por la introducción de una lanza al fondo del horno que promueve la formación de las burbujas de hidrógeno en la superficie del metal.
- c) *Tabletas de desgasificado:* Entre las primeras técnicas de desgasificación y actualmente en desuso (usado aún por pequeñas fundidoras) para desgasificar el metal líquido. Las tabletas están basadas generalmente en

una descomposición del hexacloroetano (C_2Cl_6). La tableta forma cloruro de aluminio, una fase gaseosa metaestable. La burbuja generada atrapa al hidrógeno dentro de sí misma y posteriormente lo libera a la atmósfera. El problema de este método es la toxicidad del gas, además de que la burbuja resultante es grande con una baja relación área a volumen. ^[11]

- d) *Desgasificado por spray*: En este método, el aluminio fundido es atomizado en pequeñas gotitas y se rocía en un ambiente de gas de purga. Durante este proceso, el hidrogeno en las gotitas fundidas puede ser fácilmente llevado fuera del metal fundido por el gas de purga. Después del proceso de desgasificación por Spray, las gotas purificadas se combinan con el flujo de metal líquido nuevamente. En este proceso de desgasificado, se ganan tamaños de burbuja de metal líquido. Esto conduce a una enorme área de contacto liquido-gas entre el gas de purga y el aluminio fundido. Y entonces no existe regasificación en el proceso de desgasificado por Spray porque las gotas de metal fundido existen en un ambiente de gas de purga y no tienen contacto con la atmósfera. ^[12]
- e) *Desgasificación natural*: El metal líquido libera el gas disuelto a la atmósfera a un tiempo de permanencia dado (misma temperatura). Este proceso es bastante inconveniente ya que tarda demasiado en disminuir aunque sea un poco el nivel de hidrógeno disuelto en el metal fundido.
- f) *Desgasificación por inyección de gas de purga en el metal fundido*: Los métodos de desgasificado por inyección de gas de purga han experimentado un gran crecimiento desde mediados del siglo pasado. El método de inyección de gas tiende a ser de todos los descritos, el más estudiado, seguro, económico y fácil de adoptar en la industria de la fundición. Existen diversos métodos para inyectar gas de purga, descritos a continuación:
- i. Uso de lanzas: Por medio de una lanza se inyecta el gas de purga, dónde la variable a controlar es el flujo de gas. El método

es muy impreciso debido a que al ser inyectado el gas solo en una zona, se generan comportamientos anómalos del movimiento del fluido y existen muchas zonas muertas.

- ii. Uso de tapones porosos: Tapones porosos de grafito se usan para distribuir burbujas pequeñas dentro del metal líquido. El mayor inconveniente de este método es que necesita agitación que no se puede controlar la distribución de las burbujas dentro de la olla, así como la existencia de zonas muertas debido a la diferencia de agitación en todo el volumen.
- iii. Uso de rotor inyector: Se utilizan rotores inyectoros de grafito de distintas geometrías que buscan mejorar el tamaño de burbuja, su distribución y permanencia dentro del metal líquido, a modo de maximizar la eficiencia de desgasificado.

De los métodos antes descritos, se tiene toda la certeza de que el método más ampliamente utilizado a nivel industrial en las fundiciones de aluminio es el uso de gases de purga, y más específicamente, el uso de rotores inyectoros ya que tienen una eficiencia superior en cuanto a tiempo de desgasificado que los tapones porosos y muchas veces más que las lanzas (Ver Figura 1.4). Todos los métodos de desgasificado tienen inconvenientes (descritos en este apartado), así que entonces se elige el más versátil y fácil de utilizar, además de que posee una buena relación de área superficial a volumen de gas empleado y que es el método de purga por gases utilizando un rotor inyector.

A continuación se desglosa el uso de los rotores inyectoros así como las variables que afectan su operación; parte esencial del contenido de este trabajo.

1.5 Historia de la desgasificación por medio de gases de purga

Los principios del burbujeo para la remoción de hidrógeno disuelto fueron desarrollados a finales de 1920 y principios de 1930. El uso de gases activos

como el cloro y la separación fisicoquímica de óxidos arrastrados y otros no metálicos por fundentes se hicieron conocidos en los 1930. El uso de difusores para hacer eficiente el flujo de gas fue desarrollado posteriormente.

Para 1950, filtración de partículas y flujos contracorriente usando nitrógeno, argón, cloro y una combinación de esos gases se volvió común para producción de aleaciones metalmecánicas, y variaciones de esos procesos estaban siendo utilizados en fundición por gravedad.

El posterior desarrollo de sistemas de desgasificado rotatorios fue rápidamente adaptado al uso en fundición. ^[1]

1.5.1 Evaluación de la calidad de fusión posterior al desgasificado

En gran medida, la calidad del aluminio fundido ha sido evaluada por variaciones de la prueba Straube-Pfeiffer en la cual la relación de la solubilidad de hidrógeno y la presión son medidas cualitativamente. La ausencia de óxidos arrastrados fue evaluada por su influencia en la precipitación bajo presión reducida. Una aproximación semicuantitativa fue desarrollada y usada extensamente como una herramienta de control de proceso ^[2]. Para mayor sensibilidad, la vibración controlada durante la solidificación de la muestra a presiones absolutas de 0.04 a 0.01 psi (2 a 5 mm Hg) fue empleada. Mediciones en tiempo real del hidrógeno disuelto, hechas por difusión de la presión parcial en metales fundidos, complementaron los resultados de las pruebas de vacío. La validación de la evaluación de hidrogeno fue proporcionada por técnicas de extracción en estado sólido.

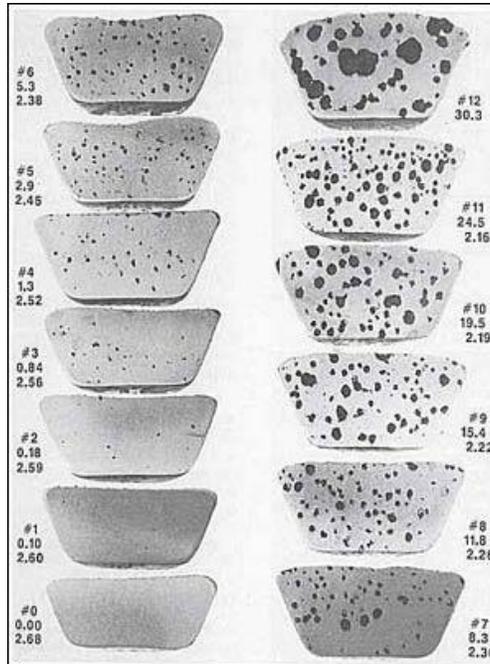


Figura 1.7. Estándares comparativos de la fundición A356.0 para control de calidad. El número al centro de cada uno indica el porcentaje del área superficial con porosidad, el número de abajo la densidad. [4]

Es de vital importancia mencionar nuevamente que la calidad metalúrgica requerida varía en función de la aplicación del componente específico. Los primeros tres niveles de porosidad vistos en la Figura 1.7 son perfectamente alcanzables por la técnica de desgasificación por rotor inyector.

1.5.2 Antecedentes del desgasificado por rotor inyector

En el artículo escrito por Sano Masamichi y Kazumi Mori titulado “Rate Determining of Degassing by Inert Gas Flushing in Molten Metal” [13] se habla sobre la velocidad de desoxidación en plata por flujo de gas inerte. Se asume que la velocidad de desoxidación va a estar controlada por una o dos de las tres etapas controlantes del transporte de masa del gas así como las reacciones químicas, la difusión y la cantidad de interface de burbujas-metal y se desarrollan varios modelos.

La inyección de gas se usa en muchos procesos a alta temperatura, por lo que es necesario entender las interacciones químicas y físicas de la burbuja y el líquido; se ha estudiado la desgasificación de hidrógeno del aluminio líquido, desoxidación de cobre con monóxido de carbono y nitrogenación de acero inoxidable.

Este mismo artículo trata sobre la absorción de oxígeno en plata fundida y un aporte del mismo es que se miden los tamaños de burbuja.

El artículo aborda la inyección de Argón a través de una boquilla sumergida. Para conocer los pasos controlantes de la velocidad en el proceso, varios modelos de reacciones se desarrollaron para compararlos con valores experimentales.

El tamaño predominante de las burbujas, se determinó por la siguiente ecuación:

$$V_B = V'_G / f \quad (8)$$

Dónde V_B es el volumen de burbuja, V'_G es la velocidad de flujo de gas a la temperatura de fundición y f es la frecuencia de la formación de burbujas.

Los tamaños de burbuja se determinaron de acuerdo a las condiciones del equipo, del volumen del gas usado, de la altura o profundidad a la que se encontraba la boquilla de la superficie de la superficie libre del metal, y a una temperatura específica.

Se buscaba conocer la influencia del desgasificado a través de la superficie del metal y se encontró que la desoxidación a través de la superficie es despreciable.

Los datos experimentales se interpretan en términos de eficiencia de desoxidación por la siguiente ecuación:

$$f = \frac{P_{O_2}}{P_{O_2,e}} = \frac{P_{O_2}}{[\%O]^2 / K^2} \quad (9)$$

Aquí, la P_{O_2} es la presión de oxígeno en la burbuja al instante que se libera desde la superficie del metal fundido, $P_{O_2,e}$ es la presión de oxígeno en el equilibrio con la concentración de oxígeno en el metal [%O] y K es la constante de equilibrio.

Pueden calcularse las eficiencias de desoxidaciones con dos concentraciones de oxígeno expresadas a dos tiempos.

La eficiencia de la desgasificación con respecto a la concentración adimensional θ ($[\%O] / [\%O]_s$ donde $[\%O]_s$ es la solubilidad para $P_{O_2}=1$ ATM) incrementa excepto para $\theta=0.2$; conforme la θ disminuye a concentraciones más bajas de 0.2, la eficiencia de desgasificación disminuye.

La eficiencia con altos valores de θ se hace más grande con flujo decreciente de gas.

Es más sencillo calcular la eficiencia utilizando la relación de oxígeno adimensional o utilizando también la relación de concentración de hidrógeno en ppm que hacer uso de la ecuación (9), lo cual se plantea en este trabajo.

Se toman en cuenta varias consideraciones para conocer la etapa controlante en el proceso, con varios modelos de reacción:

1. Modelo de reacción para el periodo ascendente de burbuja

Asume como factores importantes la forma de la burbuja (que sea esférica), que deben existir las mismas temperaturas entre la burbuja y el líquido y que el contenido de oxígeno no cambie. Se resuelve con un modelo la eficiencia de una burbuja que deja la superficie:

$$f = \frac{\frac{n_{O_2}}{n_{Ar}+n_{O_2}} \times P_o}{[\%O]^2/K^2} \quad (10)$$

Dicha ecuación se expresa en función de número de moles de oxígeno n_{O_2} y número de moles de argón n_{Ar} que se encuentran en el metal fundido a través del tiempo a una presión de oxígeno disuelto P_o . La eficiencia va a variar con la concentración de oxígeno en la fundición.

La eficiencia calculada se vuelve más pequeña de acuerdo al modelo de difusión de la fase gas, al modelo de difusión de la fase gaseosa y líquida, al modelo de reacción química y al modelo de difusión de la fase líquida.

Para el modelo de difusión de la fase gas, el valor calculado de eficiencia es más grande que el obtenido experimentalmente, por lo que se deben tomar en cuenta las demás etapas controlantes. La comparación entre las eficiencias de desgasificación obtenidas utilizando el modelo de difusión de la fase líquida y el modelo combinado de difusión de las fases de gas y líquido muestra que la resistencia de la fase gas no es despreciable.

El flujo de gas en la burbuja tiene un efecto significativo en la transferencia de masa en la fase gas y éste es mayor que el estimado.

El valor teórico calculado utilizando el modelo de difusión de la fase líquida debe ser más grande que el obtenido experimentalmente, ya que la transferencia de masa de la fase gas y los pasos de reacción química son desestimados en el cálculo.

Las coincidencias entre los valores experimentales y los calculados se hacen mayores conforme crece la profundidad del líquido. Los valores experimentales son mucho menores que los calculados de la constante de velocidad de reacción por soplado de oxígeno-argón en la plata fundida. El cálculo desde el modelo de reacción química está hecho tomando la constante de velocidad como un parámetro.

Se puede decir que la constante de velocidad de reacción química para la interface de las burbujas es mucho mayor que la de la superficie de nivel fundida y la etapa de reacción química no controla la desoxidación.

2. Transferencia de masa durante la formación de burbujas

Se propone un modelo de transferencia de masa en la formación de la burbuja y se hacen cálculos para determinar el número de moles transportados, tomando en cuenta que el área de interfase no permanece constante según Groothuis.

3. Modelo de difusión de la fase líquida para los periodos de formación y ascenso de la burbuja

Está confirmado que la transferencia de masa durante la formación de la burbujas tiene una larga influencia en el proceso de desoxidación.

Se usa un modelo teórico de eficiencia de desoxidación para calcular el cambio de concentración de oxígeno con el tiempo.

4. Decremento en eficiencia de desoxidación en un rango bajo de concentración de oxígeno

La eficiencia de desgasificación a altas concentraciones de oxígeno está determinada de acuerdo con el modelo de transferencia de masa. La sílice contenida en el metal no tiene efecto en la velocidad de reacción a una alta concentración de gas. Deben hacerse más estudios para comprender totalmente la desoxidación de plata a bajas concentraciones de oxígeno.

Según este artículo, las ecuaciones que se utilizan, van muy de acuerdo con los modelos de difusión en fase líquida en el cual ambos coeficientes de transferencia de masa durante la formación de la burbuja y durante su ascenso a través de la fundición han sido tomados en cuenta. El análisis muestra que la transferencia de masa durante la formación de la burbuja es muy grande y la presión de oxígeno en la burbuja está cerca del equilibrio con el metal fundido a bajas concentraciones de oxígeno antes de que la burbuja se desprege de la boquilla.

Las ecuaciones explican de forma correcta el mecanismo descrito en el artículo, pero están limitadas por lo que debe profundizarse más en el estudio de éste, de acuerdo a trabajos anteriores consultados.

1.5.3 Análisis completo de desgasificado utilizando rotores inyectoros

Refiriendo al artículo “Effect of Process Variables on Kinetics and Gas Consumption in Rotor-Degassing Assisted by Physical and Mathematical Modeling” ^[14] escrito por M. A. Ramírez y colaboradores se habla de los diferentes

tipos de modelos correspondientes a la remoción cinética de hidrógeno en reactores de tipo batch y continuos. Los modelos asumen que este proceso está controlado el parámetro clave que es el área interfacial, A_b , y el coeficiente de transporte de masa global, k_m , los cuales a su vez depende las condiciones de agitación en la fundición (poder de agitación, patrones de flujo, y turbulencia). Es muy común que A_b y k_m sean obtenidos ajustando los datos experimentales en una ecuación cinética a través del llamado “modelo de regresión experimental”, el cual es la forma más popular de obtener estos parámetros cinéticos.

En este caso, se utiliza el modelo de Engh modificado al igual que la concentración adimensional y se utilizan las correlaciones de Lemoine para determinar A_b y k_m .

Se usa un modelo batch para validar una versión modificada de la ecuación de Engh. Ambos modelos describen las velocidades de desoxidación.

En cuanto al modelado físico, se utiliza el mismo modelo físico descrito en la sección 2.3 de este trabajo, aunque en este artículo se tendrán dos tipos de inyección de gas: A través de la lanza del rotor y por el fondo de la olla. Se tiene entonces un modelo multifactorial a dos niveles en el que se varía la velocidad de rotación en RPM, el flujo de gas de purga en NI/min y el punto de inyección de gas.

En cuanto al modelo matemático, se utiliza una modificación basado en el modelo reportado por Engh y Sigworth, el cual es un modelo de balance de masa global de hidrógeno disuelto en aluminio líquido. En esta formulación de modelo, el oxígeno disuelto $[\%O_2]$ se utilizó en lugar de hidrógeno. La evolución de $[\%O_2]$ con el tiempo puede ser determinado por la siguiente ecuación:

$$\frac{[\%O_2]}{[\%O_2]_0} = \exp\left(\frac{100f_{O_2}ZMW_{O_2}\dot{G}}{MP_{tot}K} t\right) \quad (11)$$

Dónde $[\%O_2]$ y $[\%O_2]_0$ son la concentración instantánea e inicial de oxígeno en el agua, en ppm respectivamente; f_{O_2} es el coeficiente de la actividad Henriana de oxígeno disuelto en el agua; P_{tot} es la presión total sin la burbuja, en atmosferas;

\dot{G} es la velocidad de flujo molar de gas, en kmol/s; MW_{O_2} es la masa molecular del oxígeno en kg/kmol; t es el tiempo en segundos; M es la masa del agua, en Kg; y K es la constante de equilibrio del oxígeno disuelto en agua y oxígeno gas. Además, un parámetro adimensional Z aparece en la ecuación ($Z=1 \exp(\psi)$), que depende del parámetro cinético ψ ($\psi = \frac{k_m A_b P_{tot} K}{100 MW_{O_2} G f_{O_2}}$) (12), que a su vez contiene los parámetros cinéticos K_m y A_b . Z representa la habilidad de las burbujas de gas para remover el oxígeno disuelto cuando estas dejan el baño a través de la superficie libre entre el baño y la atmósfera gaseosa. Z puede ser visto como la capacidad del gas de purga para remover oxígeno o eficiencia termodinámica. Este parámetro mide que tan cerca (o lejos) las burbujas (dejando el metal fundido) están del equilibrio de acuerdo a la tasa de la presión parcial de oxígeno en la burbuja con el oxígeno disuelto en la fundición.

Se observa que a las velocidades más grandes de rotor el vórtice incrementa, las burbujas son más pequeñas y son mejor dispersadas que en aquellas instancias donde la velocidad del rotor es más baja. Un incremento en la velocidad del flujo de gas incrementa el tiempo de residencia de las burbujas en el líquido, mientras el efecto del punto de inyección de gas es menos significativo para los tiempos de residencia del gas, el tamaño de burbuja y el tamaño del vórtice, aunque la inyección desde el fondo de la olla parece disminuir ligeramente el tamaño del vórtice y mejora la distribución de las burbujas en la olla entera.

Las coincidencias son claras entre los cálculos y las mediciones experimentales, cuando el gas se inyecta por debajo, aunque la predicción de la inyección convencional sólo coincide en una medición. En general se aprecia ligeramente un mejor desempeño de la inyección por abajo respecto a la inyección convencional.

Un incremento en la velocidad de rotación incrementa la convección del metal fundido y la turbulencia, y promueve burbujas más pequeñas por ruptura del flujo de gas en las boquillas del rotor; un incremento en la velocidad del flujo de gas promueve más burbujas y más turbulencia asociada con el ascenso de las burbujas a través del líquido. Todas estas características mejoran la cinética de

desgasificado porque la transferencia de masa por convección y la difusión turbulenta son mejoradas, y el área interfacial incrementa también (más burbujas y con un tamaño más pequeño).

Las desgasificaciones más rápidas fueron hechas con un alto flujo de gas y altas revoluciones del rotor, aunque un alto flujo de gas no es eficiente en términos de consumo de gas. Con respecto a la cinética de desgasificado, estas mismas dos variables son las más significativas.

Las interacciones de dos factores concernientes a las cinéticas de desoxidación muestran un incremento en los valores de $k_m A_b$ resultantes de incrementar la velocidad del flujo de gas a altas velocidades de rotación.

Se hace un análisis comparativo de la eficiencia con respecto al consumo de gas para obtener una cierta cantidad de O_2 . La mejor eficiencia se da a altas velocidades de rotación y bajos flujos de gas y la peor eficiencia se da a altos flujos de gas y bajas velocidades de rotación.

Las altas velocidades de rotor provocan la expansión de área interfacial creando burbujas pequeñas bien dispersadas que van a tener un largo tiempo de residencia.

Una combinación de altas velocidades de rotor con velocidades de flujo moderadas son las combinaciones óptimas de esas variables en términos de cinética de desgasificado y consumo de gas.

Se establece entonces que las interacciones entre el flujo de gas y la velocidad de rotación son los factores determinantes en la eficiencia de la desgasificación ya que el punto de inyección no tiene una influencia significativa. Mientras se aumenta el flujo de gas, decrece la eficiencia en el consumo de gas y si se aumentan las velocidades de rotación, la eficiencia crece.

En el artículo “Physical Modelling of an Aluminium Degassing Operation with Rotating Impellers—A Comparative Hydrodynamic Analysis” ^[15] de M.A. Ramírez y colaboradores, se hace una comparación entre el tipo de inyección y las demás

variables descritas en [14] y además se estudia el efecto del diseño de rotor a utilizar, dónde se compara el comportamiento hidrodinámico del fluido usando un diseño experimental multifactorial a dos niveles.

Se dice que la eficiencia del desgasificado depende del área interfacial total burbuja-liquido (tamaño de burbuja) y de la velocidad de transferencia de masa (mezclado, que a su vez depende de los patrones de flujo y turbulencia del sistema); adicionalmente, las variables más importantes en el desgasificado con rotores son: a) Diseño de la olla y tamaño, b) Diseño del rotor, c) Localización del rotor en la olla, d) Velocidad angular del rotor, e) Flujo y velocidad del gas y tipo de gas, f) tiempo total de inyección, y g) Accesorios en la olla (presas, o cualquier otro modificador de flujo). Desde el punto de vista cinético, los siguientes requerimientos son necesarios para remover eficientemente el hidrógeno del aluminio fundido:

- 1) Gran área interfacial (muchas burbujas pequeñas);
- 2) Distribución uniforme de las burbujas en la olla;
- 3) Largo tiempo de residencia de las burbujas en la olla para alcanzar el equilibrio químico del hidrógeno;
- 4) Buen mezclado en la olla para promover la transferencia convectiva de masa de los átomos de hidrógeno;
- 5) Presencia de turbulencia para promover el intercambio de masa a la interface liquido-burbuja;
- 6) Reducción del vórtice de superficie para reducir la entrada de aire.

Se utiliza un modelo físico más chico o a menor escala que el descrito en 2.3, estableciendo una similitud dinámica por medio del número de Froude modificado, N'_{Fr} . Esto fue determinado tal que la cantidad de aire a inyectar es 1.08 veces el volumen de gas inyectado en el aluminio fundido.

Para visualizar el sistema, en el modelo de agua, se utilizó un sistema de medición de velocidades conocido como Velocimetría de Imágenes por Partículas (PIV por sus siglas en inglés). El reactor se visualizó en partes con 5 distintos planos longitudinales. Para los planos transversales (usando un disparo), el láser del

sistema PIV está alineado paralelo a la base de la olla, mientras que para el plano longitudinal (usando dos disparos traslapados) esto está alineado paralelo a la coordenada radial de la olla. Se usan partículas de poliamida teñidas con Rodamina β ; cuyo movimiento se cuantifica por medio de una serie de imágenes tomadas por una cámara de alta velocidad separadas un tiempo conocido y correlacionando los desplazamientos de las partículas entre pares de tomas.

Se utilizan tres rotores (ver Figura 1.8): A será un rotor liso (que tiene un solo orificio por debajo por dónde escapa el gas), B que será un rotor comercial de la compañía FOSECO y C que se trata de un rotor muescado de la compañía FOSECO (con similitudes a B, esta vez agregando muescas).



Figura 1.8. a) Rotor de diseño liso (A), b) Rotor comercial FOSECO (B), c) Rotor FOSECO (muescado) (C). ^[15]

En los resultados obtenidos, incrementando N (velocidad de rotación) incrementa la dispersión de las burbujas y se reduce su tamaño; esto se observa en los rotores B y C, generando burbujas más pequeñas que el rotor liso A.

Para B y C con altas magnitudes de velocidad, los vórtices generados son mayores. Esto se debe al efecto bombeo que consiste en succionar fluido desde el fondo del rotor; ya que se desarrolla una presión baja (debido a la velocidad de rotación que está en contra balance a las fuerzas centrífugas), que se expulsa a través de las boquillas del rotor con alto momentum radial.

El rotor C es el que crea las más altas velocidades de movimiento del líquido y vórtices de todos los rotores probados.

Los vectores de velocidad obtenidos para los tres rotores a las velocidades anteriores e inyectando un flujo de gas, muestran que el rotor A tiene un

comportamiento similar a cuando no se inyecta gas. Los patrones de flujo son similares a cuando no se inyecta aire.

Sin embargo, las mismas diferencias pueden ser establecidas: proyección radial del líquido desde el rotor es más horizontal, y las velocidades son mayores cerca del eje de simetría cuando se inyecta aire.

Para B y C cuando se inyecta gas se reduce el vórtice, hay una débil circulación, proyección horizontal mayor del líquido y se reduce el efecto bombeo. Las burbujas afectan el intercambio de momentum entre el rotor y el líquido, por lo que hace que este se mueva angularmente más lento.

En los planos transversales para A, a una misma velocidad con y sin gas, son similares sin importar el flujo de gas inyectado. Las perturbaciones del fluido observadas son debidas a inestabilidades asociadas a la presencia de vórtice formado en la superficie libre donde esos vectores han sido medidos.

En cuanto a los perfiles de velocidad, mientras N aumenta, el vórtice también. Por inyección de aire, las velocidades del líquido decrecen significativamente independientemente de las posiciones radiales o axiales.

Adicionalmente, los perfiles radiales son favorecedores, y no está claro un máximo en el perfil de velocidad. La disminución de velocidad se explica por la transferencia de momentum del rotor al inyectar el gas. Además de que se transmite momentum al ascenso de las burbujas. El inyectar gas disminuye el tamaño de vórtice.

El rotor C con muescas en ausencia de gas es el rotor que transfiere más eficientemente momentum al líquido que los otros dos rotores, debido a la geometría que posee.

Como se ha establecido, el diseño de los rotores B y C crean un efecto de bombeado por succión de fluido desde el fondo y expulsándolo a través de sus boquillas laterales. Para cuantificar este fenómeno, la velocidad del flujo de

bombeo, Q_p , así como el número de bombeo, N_{Qp} , usando las siguientes expresiones:

$$Q_p = 2\pi \int_0^{Rr} \bar{V}_z(r) r dr \quad (13)$$

$$N_{Qp} = \frac{Q_p}{ND_r^3} \quad (14)$$

Los valores de Q_p y N_{Qp} para los rotores B y C a 536 y 800 rpm con y sin gas inyectado, nos muestran la eficiencia de los rotores. La inyección de gas reduce dramáticamente (un orden de magnitud de 536 a 800 rpm) y Q_p y N_{Qp} ya que el gas previene la transferencia de momentum entre el rotor y el líquido. Sin inyección de gas, Q_p incrementa con la velocidad angular del rotor B, cuyo resultado en este caso es un número constante N_{Qp} , mientras que en el rotor C este número no es constante, y sus valores son bajos respecto a aquellos para el rotor B. En todos los casos probados, el rotor B produce un efecto de bombeo mayor que el rotor C.

Se concluye que el proceso de desgasificado está controlado por: a) la fuerza motriz por transferencia de masa (diferencias de potencial en el hidrógeno entre las fases líquida y gas), b) el área interfacial (tamaño de burbuja), y c) condiciones de mezclado en el líquido. El mezclado es en parte afectado por los patrones de flujo, fuerte convección y el grado de turbulencia en la olla. Una buena agitación y la distribución uniforme de la turbulencia incrementan la cinética de desgasificado. Aunque este trabajo no cuantifica directamente la cinética de desgasificado, sus resultados pueden ser usados como una sugerencia indirecta a las condiciones hidrodinámicas óptimas para promover un mejor desempeño de desgasificado de la unidad de desgasificado basados en la caracterización de flujo de fluido y turbulencia.

El efecto de las variables de proceso tales como el diseño de rotor, la velocidad de rotación, y la velocidad del flujo de gas en la hidrodinámica del modelo físico de agua de desgasificado de aluminio equipado con un rotor inyector, fue analizado en esta investigación usando PIV. Las conclusiones fueron las siguientes:

- 1) En ausencia de inyección de gas, los campos de velocidad muestran direcciones similares: proyección de líquido desde el rotor a la pared de la olla, circulaciones por encima y debajo del nivel del rotor, y formación de vórtice. Adicionalmente, los rotores B y C presentan efecto de bombeo en el fluido el cual no se muestra en A, B es el que tiene el efecto de bombeo más grande.
- 2) Con inyección de aire, la recirculación de fluido es reducida (o incluso cambia) y el tamaño del vórtice, el efecto de bombeo y la proyección de líquido son también reducidas.
- 3) Sin inyección de aire, los perfiles de velocidad radial son similares, presentando un máximo valor cercano al centro de la olla y decreciente mientras el radio se acerca a la pared de la olla. La inyección reduce la velocidad y favorece los perfiles de velocidad a lo largo del radio en todos los planos analizados de B y C, ya que la presencia de las burbujas de gas previene el transporte de momentum entre el rotor y el líquido, mientras que para el rotor A no hay cambios significativos con y sin inyección de gas.
- 4) Sin inyección de aire la turbulencia se concentra en el lado y por debajo del rotor, así como al lado de la pared de la olla. Con inyección de gas, la turbulencia incrementa y se distribuye mejor a lo largo de la olla.
- 5) Los rotores B y C producen más turbulencia que el rotor A, siendo heterogéneamente distribuida con B, mientras que C provee una distribución homogénea de la estructura turbulenta en toda la olla.
- 6) El mezclado en la olla es mejorado (y consecuentemente la cinética de desgasificado) con B y C con altas velocidades de rotación e inyección de gas, ya que la turbulencia y la circulación del fundido incrementan.
- 7) El rotor C puede ser considerado desde el punto de vista hidrodinámico como el que presenta mejor desempeño de los tres diseños analizados, ya que promueve la mayor agitación, mezclado, mejor tamaño de burbuja (y distribución) y más homogénea estructura de su turbulencia.

Finalmente en el artículo titulado “Novel Degasification Design for Aluminium Using an Impeller Degasification Water Physical Model” [16] de M. A. Ramírez Argáez y colaboradores, se dice que las burbujas pequeñas generadas por el proceso de inyectores rotatorios promueven una alta eficiencia de desgasificado, lo que explica su uso en las fundiciones que van a ser usadas como partes de autos o en la industria aeroespacial. El diseño de los rotores es de vital importancia para la eficiencia del proceso de desgasificado. El lugar donde se inyecta el gas dentro de la olla no se considera como una variable importante a la hora de desgasificar.

Los inyectores rotatorios han sido usados para estudios indirectos de la operación de desgasificado, así como de cinética de remoción de partículas. Las cinéticas de desgasificado generalmente se presentan como una exponencial de decaimiento de primer orden:

$$[\%G] = [\%G]_0 e^{-k t} \quad (15)$$

Donde $[\%G]$ es la concentración de gas disuelto en el líquido, k es un parámetro de pendiente o coeficiente de transferencia de masa global (s^{-1}), $[\%G]_0$ son las concentraciones de gas inicial y t es el tiempo de tratamiento.

Una ventaja de estudiar las cinéticas de desgasificado en agua es el poder estudiar el contenido de oxígeno disuelto continua e instantáneamente. Además, los cambios en la cinética de desgasificado se pueden cuantificar con el coeficiente global de transferencia de masa k , y debido a su transparencia, se utilizan técnicas como el PIV para hacer los estudios hidrodinámicos obteniendo por ejemplo, patrones de turbulencia y mapas de velocidad.

Se utilizan de nuevo los rotores descritos en la Figura 1.8, basados en la cinética de eliminación de oxígeno del agua con N_2 , bajo diferentes condiciones de desgasificado.

Nuevamente, se utiliza el modelo físico descrito en 2.3, dónde el procedimiento consistirá en saturar de oxígeno el agua dentro del modelo y posteriormente utilizar como gas de purga N₂ de grado comercial, midiéndolo cada cierto tiempo.

Mediciones del contenido de oxígeno fueron hechas al borde superior del tanque. Como el tamaño del tanque es pequeño, se puede asumir que el oxígeno se distribuye uniforme y homogéneamente. Los rotores se usan de dos formas a) una operación convencional donde el gas fluye a través de ellos y b) un método nuevo que consiste en inyectar gas por debajo del rotor utilizando una lanza.

El tamaño del vórtice y la distribución de burbujas en el tanque se evaluaron cualitativamente por observación directa del modelo físico a ciertas condiciones de operación.

Para calcular la eficiencia de desgasificado como ppm de oxígeno eliminado por unidad de volumen inyectada de gas N₂ en la siguiente ecuación el volumen de nitrógeno usado para remover el 90% del contenido original de oxígeno, V_{N₂}, fue medido. Esto implica un cambio en el cociente [O₂]_f / [O₂]₀ desde 1 a 0.1. [O₂]₀ es el contenido original de O disuelto en el agua y [O₂]_f es un contenido final de oxígeno bajo disuelto en el agua (10% del original se tomó en este trabajo), y V_{N₂} es el volumen de nitrógeno requerido para reducir el contenido de O₂ inicial a final.

$$e = \frac{[O_2]_0 - [O_2]_f}{V_{N_2}} \quad (16)$$

El cambio en la eficiencia de desgasificado Δe desde la forma convencional de inyección de gas e_c al nuevo diseño de inyección e_u se calcula con:

$$\Delta e = \frac{e_u - e_c}{e_c} * 100 \quad (17)$$

El cambio en el coeficiente de transferencia de masa global desde la forma convencional al nuevo punto de inyección de N₂, Δk, fue calculado con:

$$\Delta k = \frac{k_u - k_c}{k_c} * 100 \quad (18)$$

En ambas ecuaciones, el subíndice u (underneath) significa inyección por debajo y el subíndice c (conventional) significa inyección convencional de gas respectivamente.

El resultado mostrado para la cinética de desoxidación por la inyección de N_2 en los tres rotores muestra que en A no cambia la cinética de eliminación a los dos flujos de N_2 utilizados. Para los rotores B y C, el método nuevo incrementa de buena forma la eficiencia de remoción de O_2 contra el método convencional. Aparentemente, los efectos combinados de un mejor diseño de rotor con la inyección de gas por debajo de él cambian el campo de flujo incrementando los coeficientes de transferencia de masa del oxígeno a la superficie libre y las interfaces agua/burbuja y promoviendo mejores condiciones de remoción de gas.

Se ha encontrado también que la inyección de gas a través del rotor impide un íntimo contacto entre el rotor y el líquido lo que dificulta una eficiente transferencia de momentum entre el rotor y el líquido, lo cual reduce la convección y la turbulencia en el sistema. Cuando el gas se inyecta por debajo, no hay una pérdida de momentum transferido entre el rotor y el líquido. Por el contrario, el gas inyectado por debajo del rotor promueve la creación de una superficie interfacial burbuja-líquido e incrementa la circulación de líquido en la olla.

Además, observando las mejoras de eficiencia de B y C es debido a la ausencia de inyección de gas a través del eje. Esto permite un elevado efecto bombeo, succionando agua desde el fondo del rotor y expulsándola a través de las boquillas laterales del rotor con un alto momentum radial. Esto no es posible con el rotor A. El efecto bombeo de B y C ha sido reportado, se menciona que el aluminio líquido es bombeado arriba mientras es mezclado por el gas de desgasificado. Sin embargo, este último factor no ha sido probado, como la inyección a través del eje termina en el centro del rotor, el gas va a fluir con una dirección opuesta reduciendo el efecto bombeado. Por otra parte, la inyección por debajo del rotor incrementa la presión de succión, como el arrastre del líquido desde el gas debido a que la fuerza boyante del gas se adiciona al momentum vertical del líquido hacia el rotor, haciendo un más intenso flujo de ambas fases a través del rotor.

Entonces, la presión de succión es magnificada y empleada para transporte de fluido (en la técnica nueva de inyección) en lugar de ser reducida por la entrada de gas al eje (método convencional). Este alto momentum producido en la técnica nueva ayuda a las burbujas de gas a dispersarse uniformemente aumentando el tiempo de residencia de las burbujas en el metal fundido. Además, cuando la inyección de gas está hecha a través del eje del rotor, en muchos casos el gas tiende a canalizar al centro del borde del eje, este fenómeno ha sido descrito como una sobre dispersión de gas que limita la velocidad de operación del rotor. Este fenómeno es considerablemente disminuido cuando la inyección se da por debajo del rotor.

El tamaño de vórtice y dispersión de las burbujas fueron evaluados cualitativamente. En los tres rotores A, B y C a flujos de gas y velocidades de rotación altas, para inyección convencional y por debajo del rotor, se puede notar que el tamaño del vórtice disminuye considerablemente, así como las burbujas que son más pequeñas y están mejor distribuidas en la olla para el nuevo método de inyección.

La hipótesis de que se trata de una cinética de primer orden está sostenida por los resultados de la desoxidación experimental, que sigue una tendencia cercana a 1 con respecto al coeficiente de correlación, que es mayor a 0.99 en todos los casos. Entonces, es interesante analizar los cambios en el parámetro cinético k causados por las diferentes condiciones experimentales en este trabajo.

Para los experimentos mencionados de desoxidación (los perfiles), muestran que a un rango de Q (flujo de gas de purga) y N (velocidad de rotación) igual y mientras la complejidad del rotor aumenta, aumenta el parámetro k . Un incremento de la velocidad de rotación, N , incrementa el parámetro cinético, k , y la eficiencia, e , de consumo de gas debido al flujo más turbulento asociado. Sin embargo, es muy difícil separar los efectos de cada variable, ya que la combinación de condiciones debe conducir a una diferente eficiencia de remoción de oxígeno, la cual indica que las interacciones entre las variables son más fuertes y varían de forma no lineal.

Además, incrementar el flujo de gas de purga produce, bajo similares condiciones de agitación, un decremento en la eficiencia de desgasificado, debido a que un mayor flujo de gas inyectado implica que las burbujas dejan el líquido a bajos contenidos de oxígeno, y entonces, la saturación de oxígeno en las burbujas es más difícil de conseguir. La inyección de gas por debajo del rotor incrementa k y la eficiencia para los rotores B y C.

El trabajo muestra que el punto de inyección de gas de purga juega un papel importante en la operación de desgasificado para los rotores comerciales usados en la experimentación; incrementa notoriamente la eficiencia del proceso de desgasificado cuando se usa inyección de gas por debajo del rotor. La relevancia industrial de estos resultados sugiere que existe una nueva localización del punto de inyección de gas que podría conducir a una mejor y más simple operación de desgasificado.

Las principales conclusiones son las siguientes:

1. La cinética de eliminación de gas disuelto por inyección de un gas inerte, N_2 , sigue un decaimiento exponencial de primer orden, donde el parámetro k se usa para caracterizar la cinética de desgasificación.
2. La inyección de gas por debajo del rotor a través de una lanza incrementa considerablemente el desempeño de desgasificado del rotor, mejorando la hidrodinámica, y por lo tanto las cinéticas del proceso de desgasificado en el sistema. Ventajas adicionales a esta nueva técnica para inyección de gas son la reducción del tamaño del vórtice, mejor distribución de burbujas y reducción de tamaño de burbuja. El efecto de canalización a través del centro del crisol también se ha reducido.
3. El nuevo procedimiento de inyección de gas incrementa considerablemente la cinética de desgasificado y también la eficiencia de la operación, arriba de 45% y 47%, respectivamente, en comparación con los sistemas de inyección de gas convencionales.

4. La velocidad de eliminación de gas disuelto se incrementa con la complejidad del rotor, la velocidad de rotación, y el incremento en el flujo de gas. Para el rango de las condiciones experimentales usadas en este trabajo, la eliminación de oxígeno más rápida se completa a 7 l/min inyectando por debajo del rotor C a 800 rpm.

Entonces es importante mencionar que en este trabajo se toman en cuenta los factores descritos como de mayor importancia en los artículos [14], [15] y [16] esencialmente, para de esta forma poder hacer un análisis detallado de los mecanismos de acción que hacen posible el proceso de desgasificado con rotor inyector, a las condiciones que serán descritas en las hojas siguientes.

1.6. Hipótesis

- Utilizando un rango amplio de condiciones de operación en un modelo físico del reactor tipo batch usado para la desgasificación de aluminio y equipado con un rotor inyector, es posible determinar valores óptimos de N y Q para los cuales la desgasificación será máxima tomando en cuenta factores cinéticos.
- La geometría del rotor es una pieza clave en el proceso de desgasificado ya que modifica de forma considerable la dinámica del fluido así como la distribución del gas en el reactor, de modo que es determinante en las distintas interacciones cinéticas del proceso.
- El proceso de desgasificado puede optimizarse y mejorarse haciendo uso de los resultados obtenidos y rutinas simples de optimización utilizando ecuaciones matemáticas que surgen a partir del diseño de experimentos.

1.7 Objetivos

- Comprender los mecanismos químicos, cinéticos y termodinámicos (así como sus interacciones diversas) que actúan en la desgasificación del aluminio en el reactor tipo batch equipado con rotor inyector.
- Incrementar la eficiencia del proceso mediante el uso de datos experimentales obtenidos por medio de modelado físico y algunos principios de análisis estadístico.
- Identificar de forma clara el papel que juegan las variables de flujo de gas de purga, velocidad de rotación, así como la geometría que presenta el rotor en el proceso de desgasificado y proponer condiciones de operación óptimas; enfatizando la importancia de la geometría de rotor en base al uso de un modelo prototipo.

Capítulo 2. Metodología de trabajo

La realización de este trabajo se realizó en base a dos etapas básicas. La primera fue el uso del modelo físico con un sistema de desgasificación de agua utilizando nitrógeno como gas de purga a través del uso del rotor inyector y la segunda fue el uso de los resultados y ecuaciones generadas utilizando softwares especializados.

En la primera etapa se obtuvieron curvas de desgasificado de agua en el modelo físico de reactor tipo batch desarrollado en un trabajo previo. ^[17] Los modelos clásicos de transporte de masa, flujo y dinámica de fluidos se analizan desde las curvas generadas. En la segunda etapa se analizan por medio de softwares las curvas generadas, para de este modo utilizar los datos generados en la etapa anterior y definir condiciones óptimas para el proceso de acuerdo a los límites establecidos.

A las condiciones anteriores, se les analiza desde el punto de vista de modelado para poder llevarlos al uso en el sistema real aunque en este caso no se realizan simulaciones matemáticas que describan el proceso ya que ese punto va más allá del alcance de este trabajo. Es importante mencionar que se utilizarán entonces datos generados en trabajos previos (como en el caso de las similitudes dinámica, geométrica y cinemática) para suponer correcto el uso del modelo físico directamente.

2.1 Modelo físico

Debido a que el modelo físico representa un fenómeno real debe entonces tener similitud con dicho fenómeno. Los modelos físicos son ampliamente utilizados en ingeniería de procesos metalúrgicos, dónde el costo de realizar experimentación o incluso la peligrosidad asociada a las altas temperaturas de operación, nos obligue a encontrar alternativas de experimentación y estudio de estos procesos que sean más viables económicamente y más seguras empleando otros materiales. En los procesos metalúrgicos, es lógico pensar que el agua y los metales fundidos no se

pueden comparar directamente, pero bajo ciertas condiciones estos fluidos tienen comportamientos similares en condiciones de operación similares.

En especial en los procesos metalúrgicos es extremadamente difícil realizar pruebas de campo ya que no existe opción de medir o ver lo que pasa dentro del metal fundido salvo mediciones de temperatura o composición química que en este caso no son trascendentes ni necesarias; es entonces cuando entran en operación los modelos físicos basados en agua.

Se puede comprobar que el modelo es válido para su uso como representación de un proceso por medio de la comparación específica de los números adimensionales que presentan los fluidos del modelo y los que se requiera estudiar, y en base a ellos, se determina si el modelo es apto para simular un fenómeno metalúrgico que involucre metales fundidos.

En este caso, el modelo H_2O-O_2 sustituye al sistema metal-gas $Al-H_2$, lo cual facilita el estudio del desgasificado en este tipo de reactores. A continuación se da a conocer cómo es que se calcularon los principales números adimensionales para satisfacer las similitudes requeridas entre el modelo físico y el proceso real.

2.1.1 Números adimensionales y criterios de similitud

Los modelos físicos tienen que cumplir estrictos criterios de similitud para poder ser considerados representaciones aproximadas de un fenómeno o proceso con metales fundidos usando agua. En el caso del reactor tipo batch es necesario cumplir con criterios de similitud geométricos, cinemáticos y dinámicos. A continuación se hace un desglose de las características que se cumplen para que exista la similitud:

➤ **Similitud Geométrica:**

El sistema se trata de un modelo a escala 1:1 de forma que las medidas deben ser iguales tanto en el modelo como en el reactor real, lo cual se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1. Dimensiones comparativas a considerar en la similitud geométrica.

Parámetro Medido	Reactor Industrial	Modelo Físico
	Dimensiones (cm)	Dimensiones (cm)
Altura del Líquido	50	50
Altura del Rotor	15	15
Radio Interno del Reactor	25	25
Radio Externo del Reactor	65	27
Radio del Rotor	8	8
Altura del Reactor	106	63

Es entonces observable que las dimensiones coinciden en su mayoría, excepto el radio externo y la altura del reactor. En cuanto al radio, la diferencia se debe al grosor de revestimiento que tiene desde refractario hasta gruesas capas de metal que posee el reactor industrial a diferencia del modelo físico, fabricado de acrílico. La altura del reactor industrial es un factor de seguridad debido a la fluidez extrema que alcanza el aluminio a un relativamente bajo incremento de temperatura por arriba de su punto de fusión, lo que podría provocar accidentes fatales en condiciones de uso similares a las del modelo físico.

Entonces es válido decir que se cumple el criterio geométrico de escala completa 1:1, donde se tendrán las mismas medidas y con la misma cantidad de líquido en volumen.

➤ Similitud Dinámica y Cinemática:

Tres números adimensionales son importantes para satisfacer la similitud dinámica, los cuales describen la relación de fuerzas que promueven el flujo de fluidos en ollas equipadas con el rotor-inyector. Estos números adimensionales son:

$$\text{Número de Reynolds: } Re = \frac{\rho V d_b}{\mu} = \frac{\text{Fuerzas Inerciales}}{\text{Fuerzas Viscosas}} \quad (19)$$

$$\text{Número de Froude Modificado: } Fr = \frac{\rho_g V^2}{(\rho_l - \rho_g) g d_b} = \frac{\text{Fuerzas Inerciales}}{\text{Fuerza de Gravedad}} \quad (20)$$

$$\text{Número de Weber: } We = \frac{\rho V^2 d_b}{\sigma} = \frac{\text{Fuerzas Inerciales}}{\text{Fuerzas de Tensión Superficial}} \quad (21)$$

Los números adimensionales anteriores son posibles de calcular utilizando los datos de propiedades físicas mostradas en la Tabla 2.

Tabla 2. Propiedades físicas para el cálculo de los números adimensionales.

Estado	Fluido	Temperatura de Operación (°C)	Viscosidad μ (Kg/ms)	Viscosidad Cinemática ν (m ² /s)	Tensión Superficial σ (N/m)	Densidad ρ (Kg/m ³)
Gases	Argón	20	-	-	-	1.78
	Aire	20	1,20E-03	1,12E-07	-	1.18
	Nitrógeno	20	1,80E-05	3,22E-07	-	1.2
Líquidos	Agua	20	1,00E-03	1,00E-06	0,073	998
	Aluminio	800	1,30E-03	5,48E-07	0,914	2345

Es importante mencionar que la temperatura de operación para el aluminio líquido en este caso está alrededor de 800 °C debido a que debe existir un rango de sobrecalentamiento para realizar adecuadamente la mayoría de los tratamientos en el metal líquido. Otro dato a considerar es la temperatura de operación para el argón, dónde la expansión del gas al inyectar en el aluminio fundido produce un cambio en sus propiedades físicas, que sería un factor importante a considerar si este trabajo simulara matemáticamente el proceso.

El número de Weber debe excluirse como criterio de similitud dinámica, ya que se aleja en un orden de magnitud la tensión superficial (σ) del aluminio y el agua en su fase gaseosa. Entonces, los números adimensionales de la Tabla 3 representan los criterios de similitud dinámica, tomando en cuenta el factor de la velocidad de rotación (angular) que posee el rotor.

Tabla 3. Cálculo de los números adimensionales para los criterios de similitud. ^[19]

	Velocidad Angular (m/s)	RPM	Número de Reynolds	Velocidad Ascenso de Burbuja (m/s)	Número Froude Modificado	Número Weber
Reactor Industrial	1.32	158	1202683	0.2694	0.0148	2281
	2.639	315	2405550	0.4275	0.0372	9119
Modelo Físico	2.4295	290	1202722	0.2694	0.0148	40347
	4.86	580	2405449	0.4275	0.0372	161454

Es entonces observable que coinciden los números de Reynolds y de Froude modificado, cuya combinación indica que existe similitud dinámica del sistema.

Como se ha mencionado el número de Weber no coincide en ningún caso ya que es imposible de satisfacer por las diferencias de tensión superficial entre agua y aluminio. Esto implica que los tamaños de burbujas no serán similares. A pesar de esto se puede decir que el sistema cuenta tanto con similitud geométrica como dinámica, es decir, cumple con dos criterios de similitud, por lo que es válido de utilizar para simular el proceso de desgasificación de aluminio en el reactor tipo batch equipado con rotor inyector. La similitud cinemática es aceptable al comparar la viscosidad cinemática del agua que es $1 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ contra la viscosidad del aluminio a 800°C que es de $5.5 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$, es decir que aunque no se satisface completamente la similitud, son de un orden de magnitud similar ambas viscosidades cinemáticas y es de esperarse que cumpliendo con la similitud dinámica, los movimientos en ambos sistemas sean similares (similitud cinemática).

Comprobándose finalmente que el modelo físico está correctamente validado para simular el proceso, es entonces necesario describir las partes que componen al sistema, así como las condiciones de operación en que se trabajó y cuál fue la razón de elegirlos. A continuación se hace un desglose detallado de lo anterior mencionado.

2.2 Descripción del sistema, materiales y equipos

El modelo físico utilizado se trata de una olla de desgasificado de aluminio de un reactor tipo batch, equipado con rotor inyector. Las condiciones de fabricación se mencionan en un trabajo anterior. ^[18]

Es de especial importancia mencionar que el modelo se basa en un reactor de la empresa Cooper Crouse Hinds (Figura 2.1).

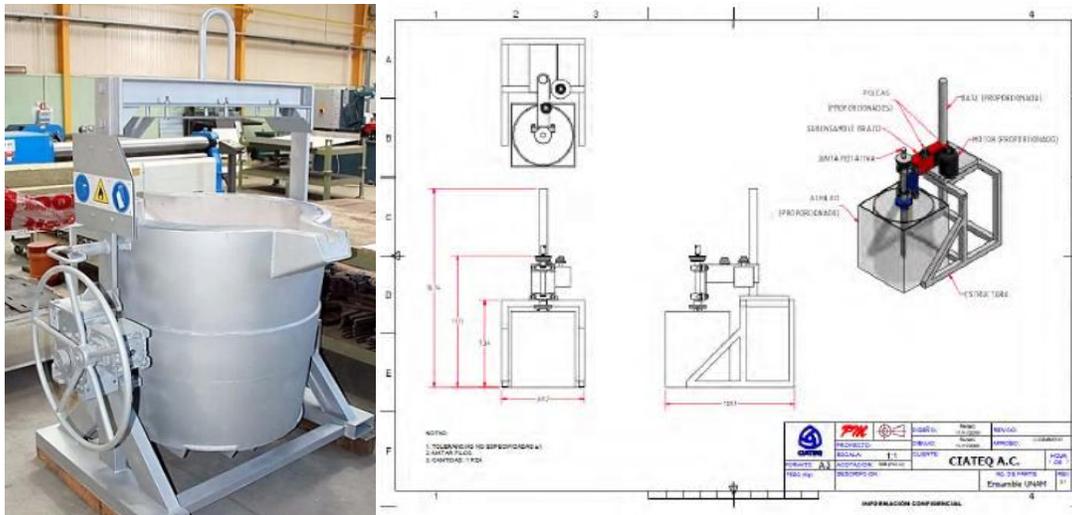


Figura 2.1. Reactor industrial de Cooper Crouse Hinds y planos de diseño de CIATEQ para el modelo físico utilizado. ^[19]

Además del modelo físico, se utilizaron diversos materiales entre los que destacan:

- a) Rotores fabricados de Nylamid®, con geometrías diferentes (Figura 2.2).
- b) Tacómetro digital de la marca Lutron® modelo DT-2236 [Figura 2.3, a)].
- c) Oxímetro medidor modelo HI 9146 de la marca HANNA® [Figura 2.3, b)].
- d) Fluviómetro de 0-150 NI/min de flujo de la marca Cole Parmer ® [Figura 2.3, c)].
- e) Tanque de gas N₂ de pureza grado industrial (99.9 % de pureza).

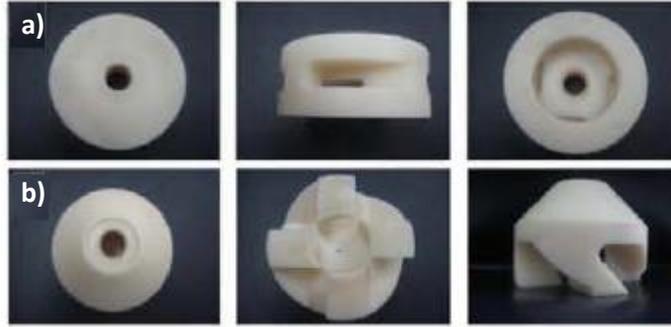


Figura 2.2. a) Rotor comercial de la marca FOSECO®, b) Nueva propuesta de rotor, elaborado en un trabajo previo.



Figura 2.3. a) Tacómetro, b) Oxímetro, c) Flujómetro.

2.3 Arreglo experimental

El esquema de la Figura 2.4 muestra el modelo físico montado con cada una de las partes que lo componen, así como su posición dentro del mismo.

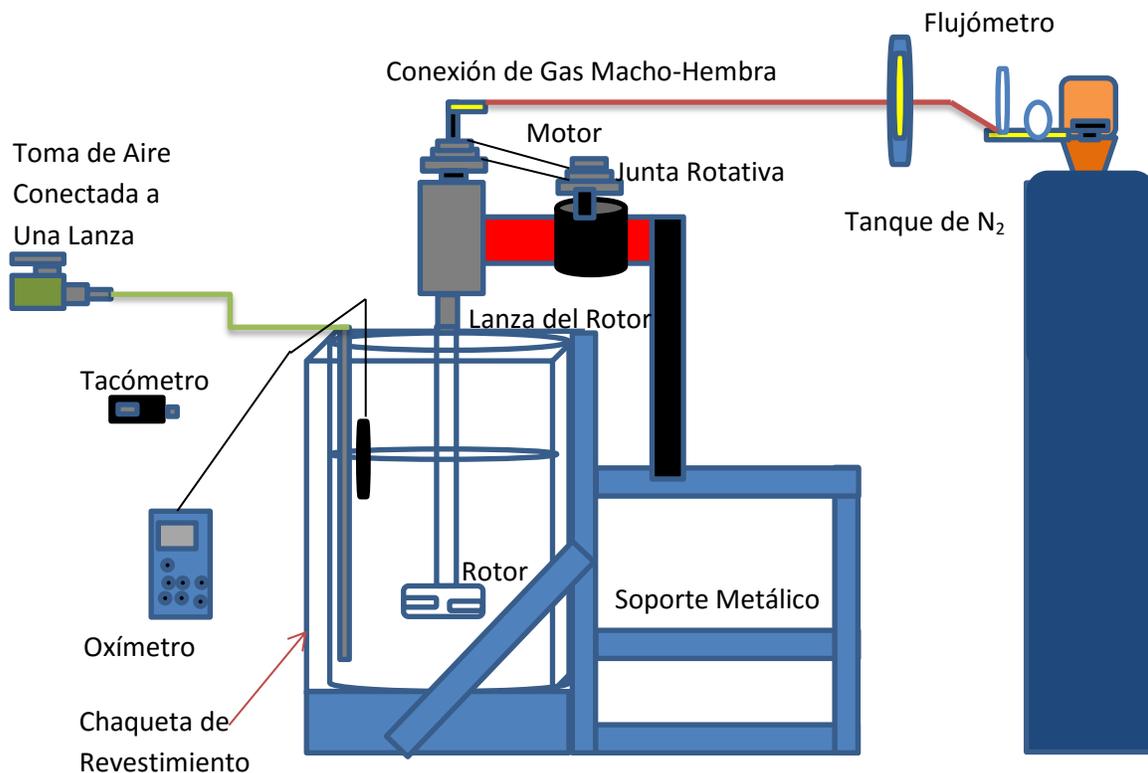


Figura 2.4. Esquema de las partes que componen al modelo físico y arreglo experimental.

Siguiendo el esquema anterior, el arreglo experimental utilizado para la realización de este trabajo se muestra en la fotografía de la Figura 2.5.

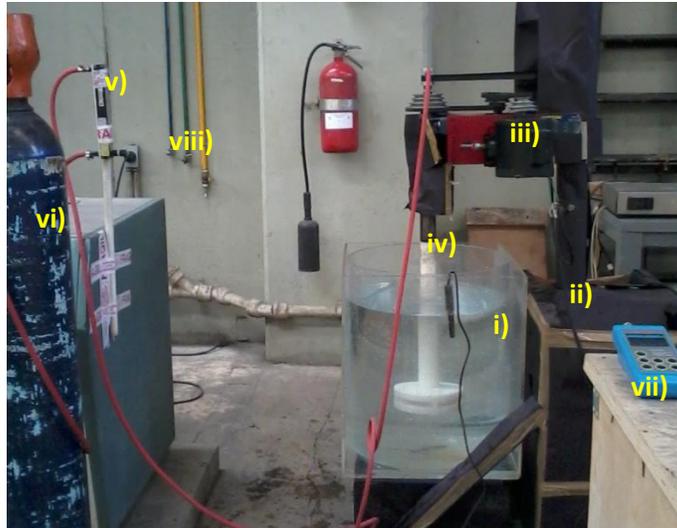


Figura 2.5. Fotografía del arreglo experimental, lo componen: i) Modelo físico del reactor, ii) Soporte para nivelar el modelo, iii) Motor y juntas rotativas, iv) Flecha de Nylamid®, v) Flujómetro, vi) Tanque de gas N₂, vii) Oxímetro, viii) Toma de aire.

El sistema montado es ideal para realizar las pruebas de desgasificación, siguiendo el correcto procedimiento experimental.

2.4 Procedimiento experimental

Con las bases descritas en los apartados anteriores sobre cómo es que se ha montado el modelo y los instrumentos utilizados, se procede entonces a describir el procedimiento paso a paso una vez armado el modelo y lleno con agua hasta el nivel adecuado.

Los experimentos se llevaron a cabo en dos etapas:

- i) *Etapas de saturación de oxígeno al agua:* Se conectó el rotor, utilizando en específico el rotor requerido en cada prueba, posteriormente se encendió el motor para medir con el tacómetro la velocidad de rotación y así reportarla. Se utilizó la toma de aire del laboratorio donde se llevó a cabo la experimentación, y conectándola a una manguera con una lanza, se inyectó aire hasta que la cantidad de oxígeno disuelto en el

agua fuera la de saturación a temperatura ambiente, es decir, de 6 ± 0.1 ppm de oxígeno, midiendo con el Oxímetro en todo momento el cual presenta una resolución de 0.01 ppm; siempre procurando que no quedaran burbujas atrapadas de aire que pudiesen producir anomalías en la medición de la saturación.

- ii) *Etapa de Desgasificación:* Una vez que se determinó por medio de las mediciones que el oxígeno disuelto en el agua era el requerido (de saturación), se procedió a conectar el tanque de N₂, que es el gas de purga que se utilizaría para desgasificar. Es en esta parte dónde se debió tener especial cuidado al calibrar el Flujómetro, conectar el rotor así como procurar que no entraran burbujas a la membrana del Oxímetro para tener una correcta medición cada 5 segundos. Cada paso debió tener una perfecta sincronía. En cada experimento se buscó tener un 100% de desgasificación, no fijando entonces un límite de tiempo para ello.

Antes de comenzar con el diseño de experimentos, es importante mencionar dos factores que influyen especialmente en el proceso que son la calibración del Oxímetro y los cálculos requeridos para obtener una correcta relación gas de purga/flujo medible en el Flujómetro.

2.4.1 Calibración del Oxímetro y consideraciones de uso

Calibrar el Oxímetro es esencial para llevar a cabo procedimientos de este tipo. El equipo medidor de oxígeno disuelto HANNA® modelo HI9146 tiene poco menos de 8 años de antigüedad, por lo que es fundamental conocer su funcionamiento para trabajos futuros.

El equipo consta de dos partes principales: Hardware de medición y electrodo medidor de oxígeno; que llevan a una calibración simultánea del equipo.

Observable en la Figura 2.3 b), el electrodo consta de tres partes principales que son la membrana de medición (parte inferior que tiene un pequeño electrodo de

platino al centro), electrodo de platino enrollado con conformación toroidal (unido directamente al cuerpo) y el cuerpo del electrodo que tiene una parte ancha y una delgada. Debe llevarse a cabo el procedimiento siguiente:

- 1) Separar la membrana del cuerpo, para de esta forma poder agregar la solución electrolito para polarimetría de oxígeno disuelto con la designación HI 7071S de la empresa Hanna Instruments. Se desecha la solución y enjuaga la membrana con el electrolito anterior, tiene que llenarse a un nivel de 2 cm y volver a unirse al cuerpo. Se tiene un tiempo de acondicionamiento que es de 3-5 minutos
- 2) Pasado el tiempo de acondicionamiento, se debe separar nuevamente la membrana del cuerpo y desechar la solución, esta vez se va a enjuagar el electrodo enrollado de platino con el electrolito, dando ligeros golpes con el dedo a fin de que no queden burbujas de aire del ambiente adheridas a este. Llenar la membrana nuevamente y procurando que no queden burbujas al colocar el electrolito, golpeando levemente con el dedo. Volver a unir la membrana con el cuerpo (es normal que al unir la membrana se derrame un poco de líquido).
- 3) Una vez unida la membrana, debe entonces encenderse el hardware. Este paso hará que se muestre en pantalla el porcentaje de oxígeno disuelto después de unos segundos y es entonces cuando debe presionarse el botón CAL. Se observa entonces que esta medida tiene muchos picos, por lo que nuevamente existe un tiempo de acondicionamiento que va de los 5-10 minutos.
- 4) Finalmente, la medida se estabiliza y debe mostrarse en pantalla 100% de DO (oxígeno disuelto o en inglés Dissolved Oxygen). Posteriormente se presiona el botón RANGE, con lo que la medición cambiará de unidades a ppm, que es lo que se requiere medir en este tipo de trabajos.

Es de vital importancia tomar en cuenta las siguientes consideraciones:

- El electrodo debe sumergirse para mediciones en el fluido hasta llegar a la parte ancha. No debe sumergirse por completo o montarse ya que en especial en este proceso se transfiere momentum al instrumento, lo que finalmente llevará al fondo del reactor el electrodo provocando una falla del material y probablemente inutilizándolo.
- Ligado al punto anterior, el electrodo debe supervisarse en todo momento agitándolo ligeramente una vez sumergido y con el equipo en funcionamiento, con el fin de que no queden atrapadas burbujas de aire o gas de purga en la membrana que muestren lecturas erróneas en el equipo.
- Al utilizar el modelo físico a valores altos de velocidad de rotación, el rotor tiende a generar un gran vórtice. Esa superficie está expuesta a la re-gasificación atrayendo aire que se disuelve nuevamente en el agua, por lo que bajo ninguna circunstancia se debe medir cerca del vórtice ya que disparará el error de las mediciones considerablemente.

Adicionalmente, es importante mencionar que el tiempo en el que se registre la medida del oxígeno disuelto depende enteramente del experimentador, obteniendo una mejor tendencia de las mediciones al limitar cada medición a un tiempo corto.

2.4.2 Conversión de flujo de gas como dependencia del Flujómetro

Como se mencionó en el apartado de descripción del equipo, el Flujómetro de la marca Cole Parmer® puede suministrar flujos de 0-150 NI/min. Esta medida de flujo puede ser suministrada utilizando aire por medio de por ejemplo, un compresor.

Si se requiere utilizar este mismo equipo para suministrar otros gases (por ejemplo los gases de purga) entonces deben considerarse los criterios que reporta el fabricante como factores que determinan que tan correcto es el uso del equipo en estas circunstancias.

Para el caso específico de las condiciones de operación utilizadas en este trabajo, se utilizó la relación descrita por el fabricante del rotámetro, Cole Parmer® para transformar el flujo de aire en flujo de Nitrógeno para el desgasificado. Se utilizaron las siguientes ecuaciones:

- Flujo de gas calculado directamente desde el flujo de aire:

$$q_G^\circ = q_A^\circ \sqrt{\frac{0.00120}{P_G^\circ}} \quad (22)$$

Dónde:

P_G° = Densidad de gas en gm/ml a condiciones estándar

q_A° = Flujo de aire estándar leído desde el medidor

- Correcciones de Presión y Temperatura:

$$q_G' = q_G^\circ \sqrt{\frac{P}{760} * \frac{530}{T}} \quad (23)$$

Dónde:

q_G' = Flujo de gas corregido desde P y T estándar

P = Presión absoluta del gas entrante en mm/Hg

T = Temperatura absoluta en °R = F + 460

Para aplicar las anteriores ecuaciones, se tomó en cuenta el máximo flujo de aire que se registra en el rotámetro, para este caso específico, de 150 L/min, partiendo de un 20% por debajo de ese número para tener un flujo máximo (a flujo de 120 L/min) y posteriormente se tomó la mitad de ese flujo máximo para tener el mínimo en el intervalo, con un flujo de 75 L/min.

Realizando el cálculo para condiciones estándar aplicando la primera ecuación se estableció que el intervalo de flujo de nitrógeno será 166,276878 L/min máximo y 103,923048 L/min mínimo.

Tomando en cuenta que las mediciones se hacen a la altura de la Ciudad de México, por arriba del nivel del mar dónde la presión es 585 mmHg y con una temperatura ambiente en promedio de 25 °C que transformado a unidades consistentes con la ecuación será 537 °R; se utilizaron los flujos calculados a condiciones estándar con la ecuación anterior. Los flujos corregidos máximo y mínimo son 144,32 L/min y 91,780 L/min. El anterior es el intervalo de flujo de gas de purga (N₂) a inyectar utilizando esta técnica de desgasificado.

2.4.3 Consideraciones para la operación del equipo

Como apoyo a futuras referencias en trabajos similares, es importante mencionar los factores que se encontraron en este trabajo como los más influyentes al momento de realizar las mediciones de forma que éstas presentaran la mayor reproducibilidad posible. Las consideraciones se muestran a continuación:

- El nivel de agua debe permanecer a la altura que se menciona en el apartado 2.1.1 en todas las mediciones, ya que esta es la altura de llenado que tiene el reactor industrial, además de que los experimentos deben ser reproducibles.
- La chaqueta de revestimiento del modelo físico no sólo sirve para evitar las distorsiones ópticas en el uso del equipo PIV (Imágenes de Velocimetría de Partículas), también es bastante útil para poder darle estabilidad al sistema al momento de inyectar el aire para saturarlo de oxígeno o con el mismo movimiento del agua usando velocidades de rotación altas. Mantener llena de agua la chaqueta es muy recomendable para operar el sistema.
- Seguir las recomendaciones que se mencionan en el apartado 2.4.2 sobre el uso del electrodo, así como verificar que el electrolito no haya caducado.
- Verificar que el Flujómetro permanezca siempre con la altura de la esfera al nivel de calibración al uso del tanque de gas de purga, ya que al disminuir la cantidad de gas dentro de este, la presión de salida comienza a

disminuir, lo que produce variaciones espontáneas en la altura que deben controlarse.

- Mantener condiciones de limpieza altas en el modelo, ya que de otra forma las impurezas en el agua pueden distorsionar los valores de las mediciones.
- Utilizar una lanza conectada a una toma de aire es más efectivo que el uso del compresor debido a que se llega más rápido al nivel de saturación de oxígeno.
- Es muy importante medir la velocidad de rotación de la lanza en cada calibración a las bandas, tomando en cuenta que el valor real de RPM es superior al reportado.
- Realizar los experimentos a una misma hora y con un clima parecido todas las veces, ya que la temperatura afecta la solubilidad del oxígeno disuelto en el agua

2.5 Diseño de experimentos

En este trabajo, se utilizaron condiciones amplias de operación del equipo como ya se ha descrito en la hipótesis y los objetivos, pero haciendo uso de las variables corregidas de flujo de gas y de velocidad de rotación de la lanza (valores reales). Las variables utilizadas se muestran en la Tabla 4, siendo designadas también como variables X1, X2 y X3.

Tabla 4. Niveles de variables utilizadas en el diseño de experimentos

Nivel	Variables				
	RPM	RPM Real [X1]	Q (NI/min)	Q Real (NI/min) [X2]	Rotor [X3]
Alto (+)	510	597.1	120	144	Nuevo Diseño
Bajo (-)	250	315.8	75	92	Comercial

En este caso el rotor comercial corresponde al diseño comercial de FOSECO® y el nuevo rotor al desarrollado en un trabajo previo (ver Figura 2.2).

El diseño de experimentos de acuerdo al número de variables a utilizar se trata de un diseño multifactorial a dos niveles 2^3 que corresponde a un total de 8 experimentos a realizar. Las variaciones distintas entre cada experimento se muestra en la Tabla 5, dónde cada uno posee sus propios niveles.

Tabla 5. Diseño de experimentos multifactorial 2^3 usando las variables descritas.

Experimento No	RPM [X1]	Q [X2]	Rotor [X3]
1	+	+	+
2	+	+	-
3	+	-	+
4	+	-	-
5	-	+	+
6	-	+	-
7	-	-	+
8	-	-	-

Los experimentos se realizaron por duplicado y dónde fue más imprecisa la medición, por errores de control en los parámetros de operación del sistema (ver apartado 2.4.3) inclusive se triplicaron para garantizar su reproducibilidad. Como se ha recalado en este trabajo se utiliza un análisis estadístico para garantizar y sustentar los resultados.

2.6 Tratamiento estadístico de datos

Para este apartado se utilizaron los datos de los 16 experimentos realizados (experimento y réplica), desechando una de las mediciones en el caso donde fue necesario triplicar las mediciones. Las curvas se trataron en el software Microsoft Excel® para transformar las unidades del contenido de oxígeno en ppm a una concentración adimensional, obtenida con el cociente $[O_2]/[O_2^0]$, donde $[O_2]$ es la

concentración de oxígeno instantánea y $[O_2^0]$ es la concentración inicial de oxígeno, de forma que se pudiera graficar $[O_2]/[O_2^0]$ VS Tiempo de desgasificado (s).

Posteriormente, cada curva de cinética de desoxidación tratada se analizó en otro software llamado Table Curve®, dónde se realizó un ajuste de curva a una ecuación cinética de primer orden. La mayoría de estas curvas presentó coeficientes de correlación $r^2 > 0.99$, pero no en todas ellas se ajustaban a una misma ecuación cinética para lo cual se homogenizó el resultado partiendo de la siguiente ecuación:

$$\frac{[O_2]}{[O_2^0]} = a + b \exp(-cx) \quad (24)$$

Dónde la variable más importante es la c , constante cinética que involucra el producto del coeficiente de transferencia de masa y el área interfacial ($k_m A_b$), que es vital en este proceso. Posteriormente se interpolaron los valores de tiempo de desgasificación al 90% (0.9 en el gráfico) de cada experimento y por medio del flujo usado y el tiempo obtenido en minutos, fue posible calcular el volumen utilizado para lograr una desgasificación al 90% de forma sencilla. Una vez obtenido el volumen utilizado, se calculó la eficiencia, utilizando la ecuación (16).

Haciendo uso de los datos generados, se utilizó el software Mini Tab 17®, a fin de analizar el diseño de experimentos y obtener ecuaciones que describieran el comportamiento del sistema en cada caso. Para ello se utilizó la opción DoE (Design of Experiments) que analiza los datos de la matriz experimental. Se utilizaron los datos de eficiencia, volumen consumido al 90% así como las constantes cinéticas de cada experimento para de esta forma llegar a obtener las mencionadas ecuaciones.

Finalmente se analizaron los datos estadísticos arrojados por este software, desechando los parámetros que tuvieran errores estadísticos muy grandes (así como coeficientes de error estándar excesivos) para ajustar las ecuaciones de forma que mostraran sólo las variables importantes, así como las interacciones o

efectos combinados útiles de estas. Estas ecuaciones se trataron en el software MATLAB® 2014, utilizando subrutinas formales de optimización de procesos con el objetivo de obtener los parámetros óptimos de operación dentro del intervalo de condiciones de operación empleadas en este trabajo.

Capítulo 3. Resultados y discusión de resultados

Esta sección se dividirá en dos partes fundamentales que son los resultados del modelo físico y los resultados que arroja el análisis estadístico. Los resultados estadísticos sirven para validar el uso del modelo a las condiciones de operación que se propusieron.

3.1 Resultados del modelo físico

En la Figura 3.1 puede analizarse de forma cualitativa el efecto del cambio de las tres variables de operación del sistema sobre la distribución de las burbujas de gas para poder determinar su importancia dentro del mismo, siendo el efecto de la velocidad del rotor el que tiene más peso en este trabajo sobre la distribución de las burbujas aunque se aprecia que los casos con el nuevo diseño de rotor (fotografías de abajo, Figura 3.1 b) se mejora la distribución de burbujas finas respecto a los casos del rotor comercial (fotografías de arriba, Figura 3.1a).

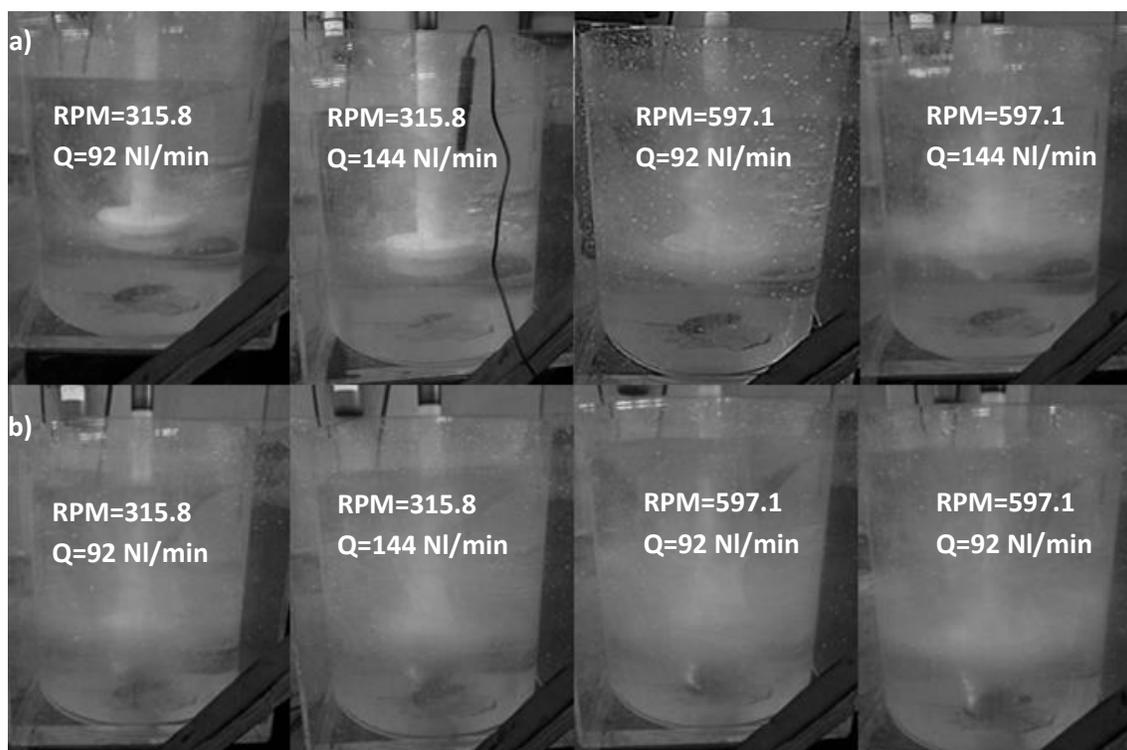


Figura 3.1 a) Experimentos con el rotor estándar FOSECO[®], b) Experimentos con el rotor de nuevo diseño.

Se observa, de manera cualitativa, que las burbujas están mejor distribuidas dentro del modelo al utilizar el nuevo diseño de rotor y de igual manera sus tamaños son menores en comparación con los del rotor estándar.

Las revoluciones altas de rotor producen una mayor distribución y tamaños más pequeños de las burbujas sin importar el tipo de rotor utilizado, aunque si se combina con flujos altos esta relación es aún mejor aumentando de esta forma el área superficial burbuja-líquido y acelerando con ello el proceso del desgasificado. La mayor turbulencia producida a altas revoluciones también favorece el mezclado y los fenómenos de transporte.

Como se describió anteriormente, la energía mecánica del motor en el sistema es utilizada para mover el fluido y para romper el flujo de gas en burbujas finas, es decir, se transforma la energía mecánica en energía cinética del fluido y en energía de superficie de las burbujas. Burbujas más finas tienen más energía. En este balance es obvio que a mayores revoluciones del rotor las burbujas son más finas y se agita más el líquido. No es tan obvio que con el nuevo rotor se obtengan burbujas más finas. Entonces, el rotor y su diseño juegan un papel determinante en transferir movimiento y la forma de las aspas es fundamental (la geometría del diseño de rotor).

En cuanto a la generación de vórtice, es mucho mayor al utilizar el rotor de nuevo diseño, pero está por comprobarse si es de importancia este parámetro en la cinética de desgasificación; pues el área expuesta generada por los vórtices lleva al proceso de re-gasificación del agua en contacto con el oxígeno del ambiente. El vórtice puede mitigarse fácilmente con deflectores en la cara interna de la olla. El crecimiento del vórtice es producto del efecto bombeo descrito en [15] que succiona líquido del fondo y lo expulsa al mismo tiempo con un alto momentum radial, el cual es completamente visible en las imágenes y que promueve a su vez un mejor mezclado, favoreciendo de esta forma la transferencia de masa entre las burbujas del gas de purga y el gas disuelto en el líquido.

En la figura 3.1 se observa que el factor predominante del proceso que es el diseño del rotor favorece el transporte de masa convectivo, el área superficial burbuja/líquido es muy grande e incrementa la cinética del proceso así como el tiempo de residencia de las burbujas que se observa más largo en el uso del nuevo diseño de rotor.

Cualitativamente, el uso del nuevo rotor es mucho más turbulento, mezcla mejor y produce el efecto bombeo que incrementa todavía más la transferencia de masa, el tiempo de residencia de las burbujas y la distribución dentro del reactor.

La siguiente parte a analizar son las curvas cinéticas de desgasificado comparativas entre los distintos tipos de rotores así como sus condiciones de operación, y verificar que los experimentos presentan un alto grado de reproducibilidad.

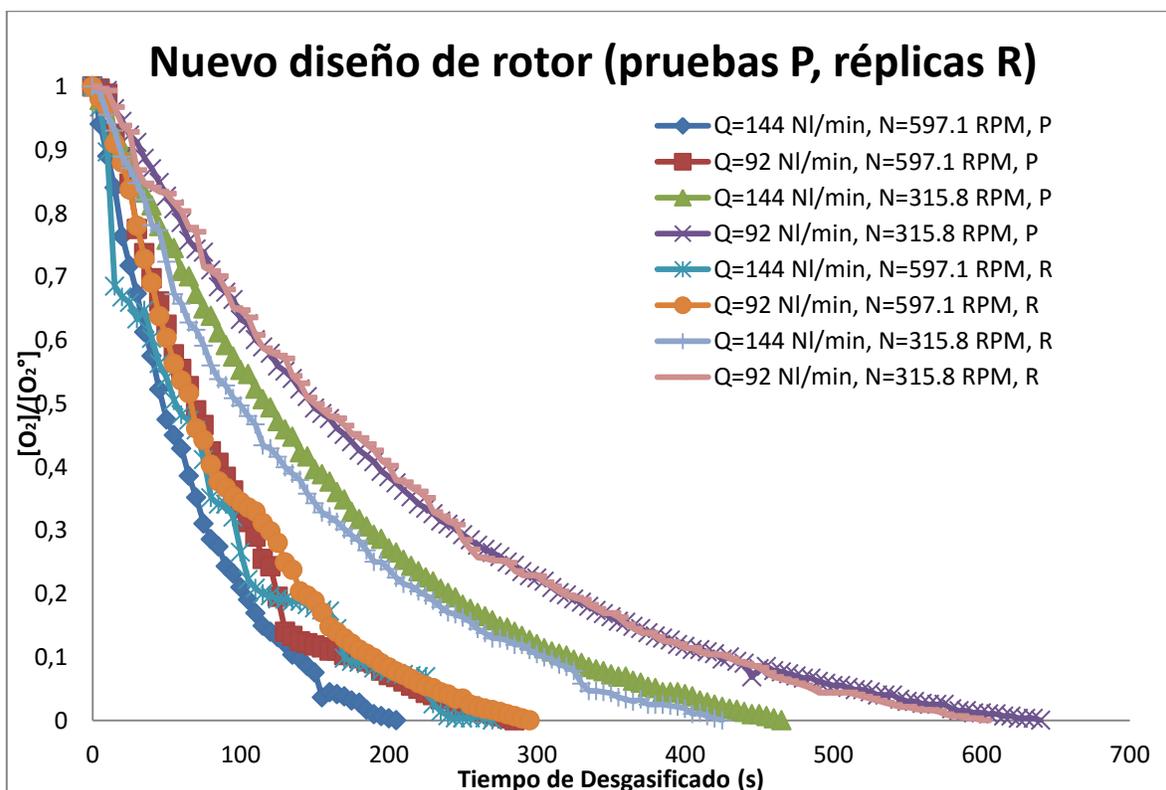


Figura 3.2. Curvas resultantes de los experimentos correspondientes para el nuevo diseño de rotor con sus réplicas.

La Figura 3.2 para el nuevo diseño de rotor muestra como primer punto que los experimentos cuentan con una gran reproducibilidad, al ser muy similares los experimentos y sus réplicas, a pesar de que las condiciones de uso del sistema sean muy elevadas, sobre todo los flujos de gas usados. Esto es indicativo más adelante del porque las constantes cinéticas tienen el mismo orden de magnitud y en varios casos, difieren muy poco. Es posible observar entonces que el uso de este rotor favorece la desgasificación, pero produce grandes vórtices que hacen difícil la medición para las condiciones más altas de velocidad de rotación, razón por la cual aunque las curvas tienen reproducibilidad elevada difieren por unos segundos en el momento en que termina la desgasificación.

Otro punto importante es que prácticamente las curvas se ordenan de forma que con las condiciones de flujo de gas alto $Q=144$ NI/min y velocidad de rotación alta $N=597.1$ RPM se tiene la desgasificación más rápida con un tiempo de 205 segundos. El orden que se observa es decreciente en tiempo, primero conforme baja el nivel de rotación y después conforme baja el nivel de gas inyectado, por lo que es lógico que al nivel más bajo de N y Q sea el que desgasifica más lento e inclusive no lo hace completamente a un tiempo límite de 11 minutos (660 segundos).

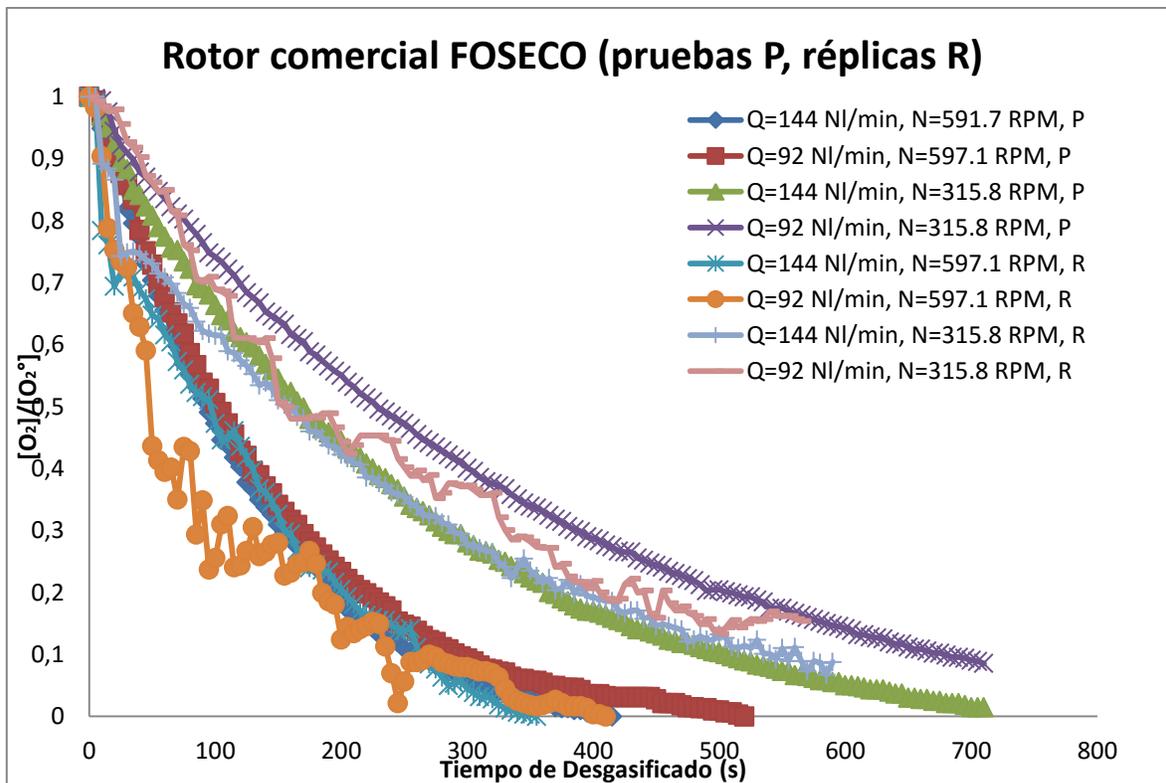


Figura 3.3. Curvas resultantes de los experimentos correspondientes para el rotor comercial FOSECO® con sus réplicas.

En cuanto a la Figura 3.3, que muestra las curvas de desgasificado para el rotor comercial, puede verse que en su mayoría las curvas siguen la misma tendencia exponencial decauyente y que hay buena reproducibilidad entre experimentos principales y las réplicas, aunque hay curvas que muestran picos como resultado de errores de operación que se mencionan en el apartado 2.4.3. Se sigue el mismo orden que para el rotor nuevo siendo $Q=144$ NI/min y $N=597.1$ RPM, los niveles más altos, los que muestran mejores resultados en el proceso. Aunque la reproducibilidad de las curvas en dos casos no se observa claramente (entre 350 y 400 segundos), pero la tendencia general muestra que las pruebas y sus réplicas tienen casi el mismo tiempo de desgasificado. Es importante mencionar que las pruebas con este rotor y un flujo $Q=92$ NI/min y una velocidad $N=315.8$ RPM no se desgasifica por completo al tiempo de 12 minutos.

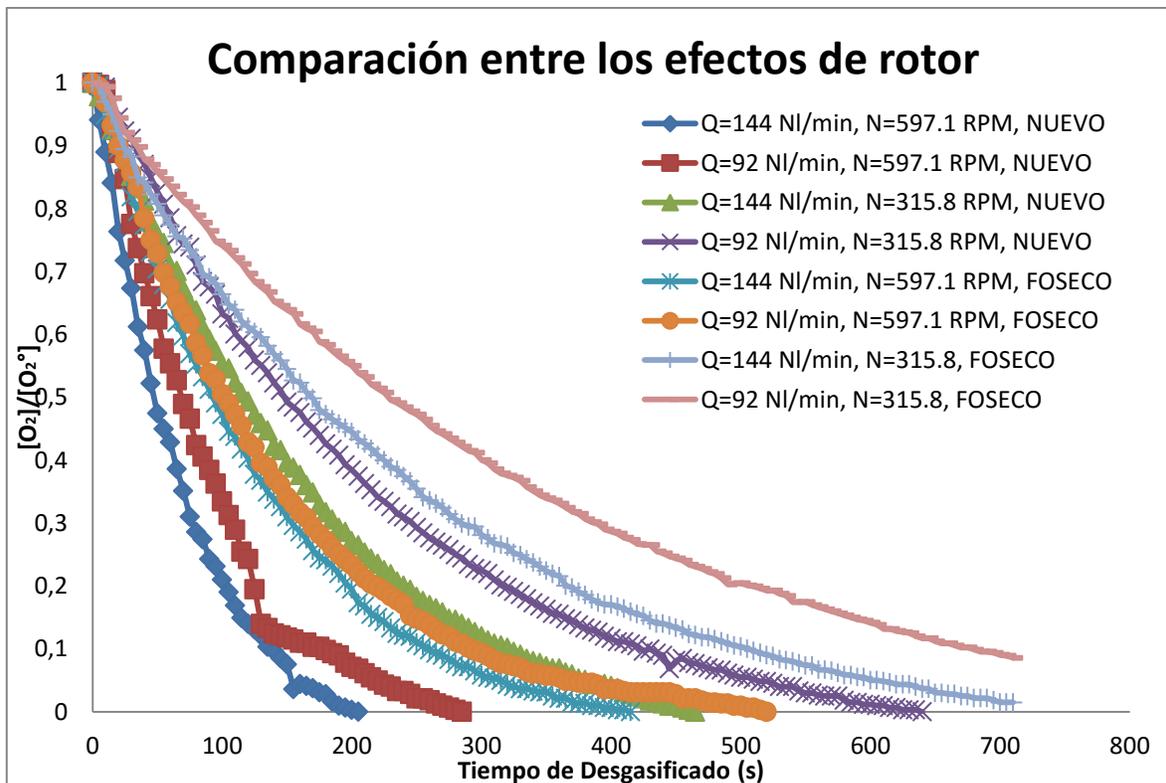


Figura 3.4. Curvas comparativas de las pruebas con el rotor estándar comercial FOSECO® y el nuevo diseño de rotor.

Finalmente, la Figura 3.4 muestra el proceso de desgasificación comparativo entre cada caso del diseño de experimentos utilizando los dos rotores con las respectivas variantes de operación. Nuevamente se observa que el rotor de nuevo diseño es el que desgasifica más rápido; pero ahora es observable que sin importar las condiciones de operación se muestra muy superior al compararlo con el rotor estándar.

Lo anterior indica que el mejor mezclado que se obtiene por la geometría del rotor así como los niveles de turbulencia y el efecto bombeado, mencionado anteriormente, aceleran considerablemente el proceso. Como se ha mencionado el efecto bombeo incrementa el tamaño del vórtice y con él la superficie libre que lleva al proceso de la re-gasificación, se observa que la cinética es tal que es capaz de evitar este proceso en donde su efecto observable cualitativamente es casi nulo.

El nuevo diseño de rotor también produce burbujas más pequeñas y las distribuye mejor en todo el volumen, lo que incrementa el área superficial burbuja/líquido y con ello el proceso de desgasificado. Lejos de que el rotor estándar produce menos vórtices y con ello da más estabilidad al sistema, no tiene ninguna ventaja en el proceso sobre la cinética de desgasificación y transporte de masa. Es importante mencionar que aunque los límites de operación muestran al flujo de 92 NI/min como condición baja, para este proceso no se considera un valor bajo en absoluto siendo más del doble de la condición alta en trabajos previos.

En las siguientes secciones se comprueba con el análisis estadístico porque se considera entonces que el nuevo diseño de rotor es el mejor para llevar a cabo el proceso.

3.2 Resultados del análisis estadístico

3.2.1 Obtención de la constante cinética

Como se ha explicado en el apartado 2.6, la constante cinética en cada experimento se obtuvo posteriormente del arreglo de las curvas experimentales, ajustando las curvas a la ecuación (24), cuyos resultados se muestran en la Tabla 6.

El error experimental es bajo en todos los casos y de igual forma se muestra que las tendencias de las curvas ajustadas cinéticamente poseen un coeficiente alto de correlación $r^2 > 0.99$ en casi todos los experimentos por lo que se puede afirmar que los experimentos realizados con el debido procedimiento experimental son reproducibles y por lo tanto las constantes cinéticas de los experimentos y las réplicas son similares.

Tabla 6. Correlaciones y constantes cinéticas (24) obtenidas en Table Curve®.

Experimento	Condiciones de operación			Correlación r2	Constante cinética c
	N (RPM)	Q (NI/min)	Rotor		
1	597.1	144	Nuevo	0,99545932	0,01195655
1 Réplica	597.2	144	Nuevo	0,98626275	0,01112699
2	597.3	144	Estándar	0,99935017	0,00730471
2 Réplica	597.4	144	Estándar	0,9892623	0,00507492
3	597.5	92	Nuevo	0,99290777	0,011168482
3 Réplica	597.6	92	Nuevo	0,99727513	0,01022278
4	597.7	92	Estándar	0,99922995	0,00707609
4 Réplica	597.8	92	Estándar	0,96064441	0,01095024
5	315.8	144	Nuevo	0,9980081	0,00648701
5 Réplica	315.9	144	Nuevo	0,99951737	0,00558181
6	315.10	144	Estándar	0,99969297	0,00376538
6 Réplica	315.11	144	Estándar	0,9930801	0,00376754
7	315.12	92	Nuevo	0,99961741	0,00455229
7 Réplica	315.13	92	Nuevo	0,99900061	0,00422562
8	315.14	92	Estándar	0,99979189	0,0027966
8 Réplica	315.15	92	Estándar	0,98979433	0,00422267

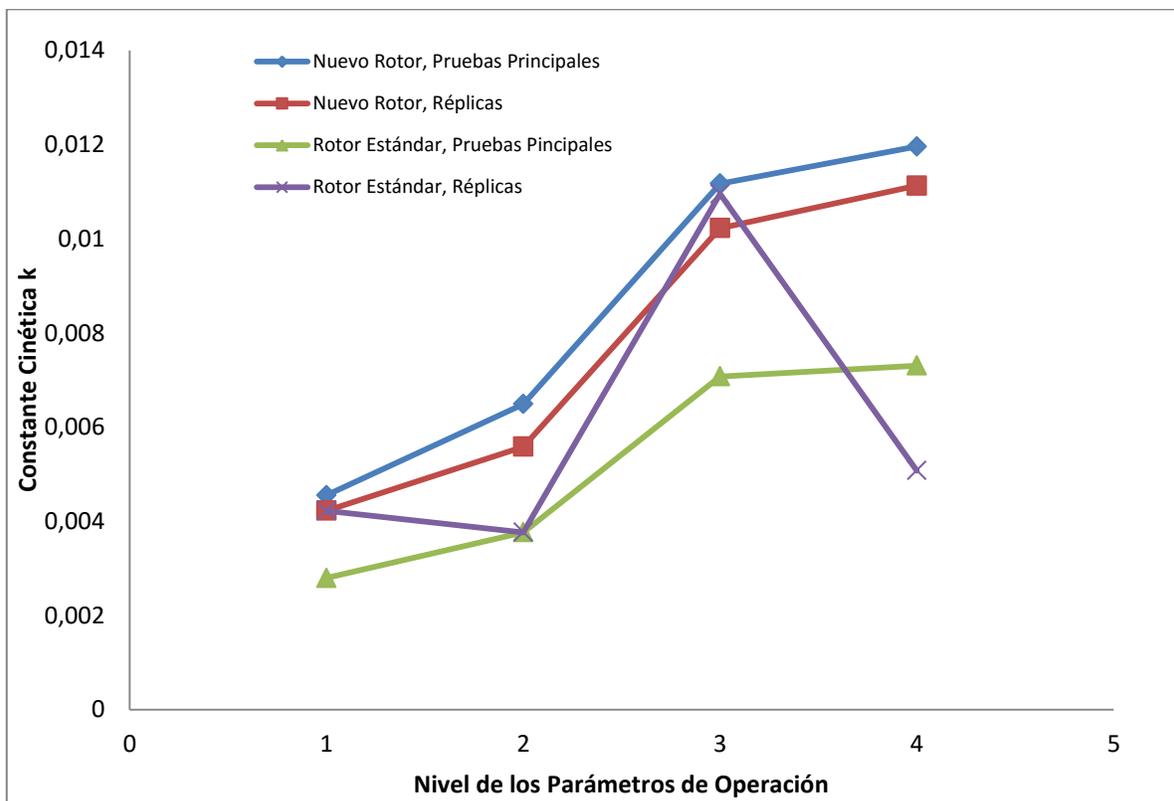


Figura 3.5. Tendencia de la constante cinética de acuerdo a las condiciones de operación.

En la Figura 3.5 se muestra el aumento de la constante cinética k conforme se incrementan las condiciones de operación, en este caso el eje x se muestra como adimensional, pero en realidad es la combinación de flujo de gas y velocidad de rotor y tiene la representación siguiente:

1: $Q=92$ NI/min, $N=315.8$ RPM

2: $Q=144$ NI/min, $N=315.8$ RPM

3: $Q=92$ NI/min, $N=597.1$ RPM

4: $Q=144$ NI/min, $N=597.1$ RPM

Son cuatro curvas porque se utilizaron dos rotores y las otras dos curvas son representativas de las réplicas. Se observa entonces que el nivel de gas de purga inyectado no produce un fuerte efecto en la cinética del proceso debido a que el límite de operación son altos; pero la velocidad de rotación si produce un gran aumento en dicha cinética. Es importante describir la presencia de saltos en la curva correspondiente a las pruebas de réplica con el rotor estándar que se deben a los errores descritos en apartados anteriores. También es claro que con el rotor nuevo se obtienen mayores constantes cinéticas

3.2.2 Volumen de gas consumido y eficiencia del proceso

Nuevamente refiriendo a la sección 2.6, se obtuvo de la curva en el tiempo de desgasificación en minutos para desgasificar el 90% por cada experimento del diseño con su correspondiente réplica para posteriormente multiplicar cada tiempo por el flujo de gas de purga utilizado, obteniendo el volumen de gas consumido. El cálculo de la eficiencia se realizó posteriormente utilizando la ecuación (16).

Es muy importante considerar el proceso no sólo desde el punto de vista de la ciencia detrás del mismo, sino desde el punto de vista industrial, ya que la eficiencia indicará que tan viable es un nuevo procedimiento sugerido de acuerdo a su costo. Los resultados se muestran en la Tabla 7.

Tabla 7. Calculo de la eficiencia como dependencia del volumen de gas consumido.

Experimento	Condiciones de Operación			Parámetros de las Curvas Arregladas				Eficiencia (ppmO2/l)
	N (RPM)	Q (NI/min)	Rotor	[O ₂ °] (ppm)	[O ₂ °]0.1 (ppm)	t al 90%(min)	Volumen (l)	
1	597.1	144	Nuevo	6,1	0,61	3,58	516	0,01064
1 Réplica	597.2	144	Nuevo	5,81	0,581	3	432	0,0121
2	597.3	144	Estándar	6,01	0,601	4,33	624	0,00867
2 Réplica	597.4	144	Estándar	6,01	0,601	4,35	626,4	0,00864
3	597.5	92	Nuevo	6,01	0,601	3	276	0,0196
3 Réplica	597.6	92	Nuevo	6,1	0,61	3,17	291,3	0,01884
4	597.7	92	Estándar	6,09	0,609	4,83	444,7	0,01233
4 Réplica	597.8	92	Estándar	6,03	0,603	4,5	414	0,01311
5	315.8	144	Nuevo	6,04	0,604	5,08	732	0,00743
5 Réplica	315.9	144	Nuevo	6,08	0,608	5,33	768	0,00713
6	315.10	144	Estándar	5,98	0,598	8,42	1212	0,00444
6 Réplica	315.11	144	Estándar	6,72	0,672	8,92	1284	0,00471
7	315.12	92	Nuevo	6,01	0,601	7,17	659,3	0,0082
7 Réplica	315.13	92	Nuevo	6,15	0,615	7,17	659,3	0,00839
8	315.14	92	Estándar	6,07	0,607	11,17	1027,3	0,00532
8 Réplica	315.15	92	Estándar	5,85	0,585	11,36	1045	0,00504

Se observa que la mayor eficiencia se obtiene con el rotor nuevo con (Experimento 3) Q=92 NI/min y N=597.1 RPM, siendo el valor de las revoluciones por minuto el factor más importante entre los utilizados, comprobándose así la tendencia observada en la Figura 3.5; el flujo alto inyectado de Q=144 NI/min no tiene un efecto benéfico en el sistema. Esta misma tendencia en la eficiencia se observa en el caso del rotor estándar donde las altas revoluciones y los flujos bajos obtienen los mejores resultados. El peor resultado en eficiencia fue el rotor estándar con Q=144 NI/min y N=315.8 RPM (Experimento 6). En cálculo de la eficiencia permite observar de forma más clara el efecto de las variables ya que cada experimento y su réplica tendrán su propia eficiencia dependiendo del valor de saturación de oxígeno y el tiempo que tardó en desgasificar al nivel de 90 %, razón por la que se toma como un factor determinante al momento de realizar el análisis estadístico completo correspondiente.

3.2.3 Análisis estadístico de las eficiencias, volúmenes y constantes cinéticas

Siguiendo el procedimiento descrito en el apartado 2.6, se programó la función DoE del software Minitab 17[®], y realizando un diseño multifactorial a dos niveles con una réplica, se analizaron los 16 experimentos (experimento y réplica) de acuerdo al diseño de experimentos.

Tabla 8. Efecto de las variables y su error estándar en el proceso para el diseño de experimentos en función del volumen de gas de purga.

<i>Variables</i>	<i>Efecto más el error estándar</i>
PRINCIPALES	
Velocidad de Rotación N (RPM)	-470.33 +/-7.66
Flujo de Gas de Purga Q (NI/min)	172.17 +/-7.66
Tipo de Rotor	-292.93 +7.66
INTERACCIONES A DOS NIVELES	
RPM*Q	-20.93+/-7.66
RPM*Rotor	144.50 +/-7.66
Q*Rotor	-31.67 +/-7.66
INTERACCION A TRES NIVELES	
RPM*Q*Rotor	28.9+/-7.66

En la Tabla 8 se muestra el efecto de las variables en el proceso sobre el volumen de gas usado, enfatizando los efectos que se han encontrado como los más significativos al compararlos con el error experimental que en este caso fue de +/- 7.66 litros. Se observa que los tres efectos principales son influyentes en la cantidad de gas que se consume en el proceso pero es la velocidad de rotación y el tipo de rotor los factores más significativos, coincidiendo con los análisis previos; la mejor relación de parámetros combinados son dos en específico que son velocidades altas más el rotor de nuevo diseño y flujos bajos con este mismo rotor. Es entonces que puede afirmarse que el tipo de rotor mejora esta relación ahorrando mucho volumen de gas consumido en el proceso obteniendo de esta forma los mejores resultados. Se obtiene entonces una ecuación de regresión factorial que describe el comportamiento del sistema en función de las variables y

sus interacciones, de las cuales solo destaca el efecto combinado del tipo de rotor y las revoluciones del mismo, indicando que una combinación de altas revoluciones con el nuevo diseño incrementa el consumo de gas.

$$\text{Volumen} = 1215 - 2.010 \text{ RPM} + 2.00 \text{ Q} - 96 \text{ Rotor} + 0.00286 \text{ RPM} \cdot \text{Q} + 0.047 \text{ RPM} \cdot \text{Rotor} - 2.41 \text{ Q} \cdot \text{Rotor} + 0.00395 \text{ RPM} \cdot \text{Q} \cdot \text{Rotor} \quad (25)$$

Tabla 9. Efecto de las variables y su error estándar en el proceso para el diseño de experimentos en función de la constante cinética.

<i>Variables</i>	<i>Efecto más el error estándar</i>
PRINCIPALES	
Velocidad de Rotación N (RPM)	0.004938 +/- 0.000313
Flujo de Gas de Purga Q (NI/min)	-0.000016 +/- 0.000313
Tipo de Rotor	0.002565 +/- 0.000313
INTERACCIONES A DOS NIVELES	
RPM*Q	-0.000990 +/- 0.000313
RPM*Rotor	0.000969 +/- 0.000313
Q*Rotor	0.001262 +/- 0.000313
INTERACCION A TRES NIVELES	
RPM*Q*Rotor	0.000590 +/- 0.000313

La Tabla 9 muestra que las variables a considerar en la cinética de desgasificación son el tipo de rotor y la velocidad de rotación. Esto coincide completamente con las tendencias generadas de los gráficos ya que esta tabla nos indica que aumentando la velocidad de rotación con el uso del rotor de nuevo diseño, es posible mejorar la cinética que tiene el proceso. La cinética se ve incrementada conforme el rotor aumenta el flujo turbulento del agua por transferencia de momentum al aumentar su velocidad de giro, la cual también hace las burbujas más pequeñas. El bajo flujo y el rotor nuevo también incrementan la cinética del proceso. La constante cinética se presenta en la siguiente ecuación:

$$K = -0.00838 + 0.000034 \text{ RPM} + 0.000061 \text{ Q} + 0.00119 \text{ Rotor} - 0.000000 \text{ RPM} \cdot \text{Q} - 0.000006 \text{ RPM} \cdot \text{Rotor} - 0.000013 \text{ Q} \cdot \text{Rotor} + 0.000000 \text{ RPM} \cdot \text{Q} \cdot \text{Rotor} \quad (26)$$

Finalmente la relación de la eficiencia en el consumo de gas con los parámetros experimentales se presenta en la Tabla 10.

Tabla 10. Efecto de las variables y su error estándar en el proceso para el diseño de experimentos en función de la eficiencia del proceso.

<i>Variables</i>	<i>Efecto más el error estándar</i>
PRINCIPALES	
Velocidad de Rotación N (RPM)	0.006663 +/-0.000119
Flujo de Gas de Purga Q (NI/min)	-0.003381 +/-0.000119
Tipo de Rotor	0.003766 +/-0.000119
INTERACCIONES A DOS NIVELES	
RPM*Q	-0.002577 +/-0.000119
RPM*Rotor	0.000846 +/-0.000119
Q*Rotor	-0.0001055 +/-0.000119
INTERACCION A TRES NIVELES	
RPM*Q*Rotor	-0.000836 +/-0.000119

Por último la Tabla 10 indica que para la eficiencia es importante utilizar flujos bajos así como velocidades altas de rotación y el uso del rotor de nuevo diseño. Es importante mencionar que las revoluciones por minuto del rotor combinado con el tipo de rotor son los factores que incrementan la eficiencia de forma positiva, siendo la mejor combinación el rotor nuevo y revoluciones altas. El efecto que tiene el flujo sobre las revoluciones de giro del rotor desfavorece la eficiencia debido a que las burbujas generadas abarcan un área excesiva y no llegan a saturarse por completo de oxígeno, lo que provoca ese decaimiento y quiere decir entonces que existe un límite de eficiencia para el incremento del flujo de gas, es decir, que la eficiencia no mejora si se incrementa infinitamente. El rotor combinado con el flujo alto también provoca un decremento en la eficiencia. La siguiente ecuación es el resultado del ajuste de curva de respuesta de las variables sobre la eficiencia en el consumo de gas.

$$\begin{aligned}
 \text{Eficiencia} = & -0.01245 + 0.000065 \text{ RPM} + 0.000096 \text{ Q} - 0.00325 \text{ Rotor} - 0.000000 \text{ RPM*Q} \\
 & + 0.000017 \text{ RPM*Rotor} + 0.000032 \text{ Q*Rotor} - 0.000000 \text{ RPM*Q*Rotor}
 \end{aligned}
 \tag{27}$$

Es importante aclarar que los resultados están en función de las condiciones específicas utilizadas para este trabajo, debido a que en trabajos previos se ha encontrado que el aumento de flujo de gas siempre mejora el proceso, teniendo rangos dónde el valor máximo de gas inyectado va hasta la mitad del flujo mínimo utilizado en este trabajo.

En este análisis se comprueba de forma correcta lo que se afirma en el apartado 3.1: es mejor utilizar el rotor de nuevo diseño debido a que su geometría influye directamente en la cinética de desgasificación, lo que coincide perfectamente con uno de los objetivos de este trabajo.

Es difícil establecer una relación de cuál combinación de las variables es la correcta partiendo sólo de los tres parámetros de comparación, por lo que se determina entonces una relación del parámetro cinético, volumen de gas de purga utilizado y la eficiencia en el consumo de gas. Las mejores condiciones de los 8 experimentos se resumen así:

- Constante cinética mayor: Rotor de Nuevo Diseño, $Q=144$ NI/min, $N=597.1$ RPM
- Volumen de gas menor: Rotor de Nuevo Diseño, $Q=92$ NI/min, $N=597.1$ RPM
- Eficiencia de proceso mayor: Rotor de Nuevo Diseño, $Q=92$ NI/min, $N=597.1$ RPM

3.3 Optimización del proceso al rango de condiciones utilizadas

El objetivo final del estudio es optimizar el proceso, de modo que a nivel industrial tenga una buena relación costo/beneficio.

Incrementar la cinética de desgasificación utilizando un volumen bajo de gas de purga optimiza el proceso descrito, de forma que se siguió el procedimiento descrito en el apartado 2.6; antes tratando las ecuaciones de forma que mostraran

solo los parámetros importantes en cada una de ellas. El arreglo de las ecuaciones toma la forma siguiente:

$$\text{Volumen} = 1215 - 2.010\text{RPM} + 2.00\text{Q} - 96\text{Rotor} + 0.047\text{RPM}*\text{Rotor} - 2.41\text{Q}*\text{Rotor} \quad (28)$$

$$\text{K} = -0.00838 + 0.000034\text{RPM} + 0.00119\text{Rotor} - 0.000013\text{Q}*\text{Rotor} \quad (29)$$

$$\begin{aligned} \text{Eficiencia} = & -0.01245 + 0.000065\text{RPM} + 0.000096\text{Q} - 0.00325\text{Rotor} \\ & + 0.000017\text{RPM}*\text{Rotor} + 0.000032\text{Q}*\text{Rotor} \end{aligned} \quad (30)$$

El software MATLAB® 2014 cuenta con rutinas de optimización de forma automatizada, en este caso se utilizaron las rutinas fminimax y gamultiobj. La primera rutina minimiza el valor de la función 2 definida que en todos los casos es K (constante cinética), por lo que debe entonces utilizarse un inverso de la ecuación (29); mientras maximiza el valor de la función 1 que podrá ser producto de la ecuación (28) o (30); usando de nuevo el inverso de esta última para conocer la interacción presente en el sistema. La segunda rutina es más precisa. Se muestran entonces las funciones definidas en el software (ver Figura 3.6).

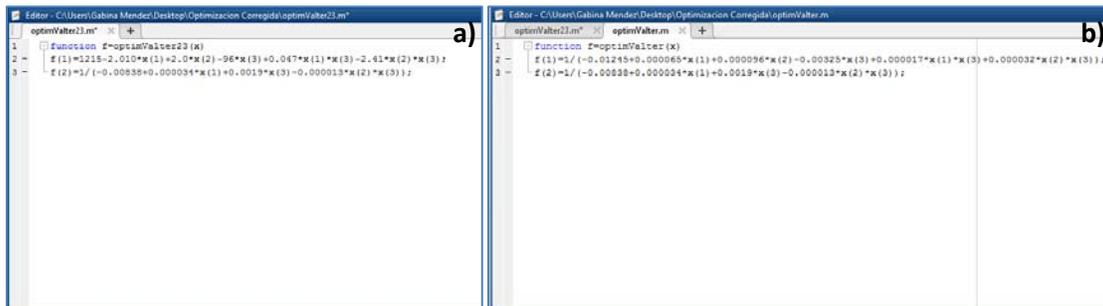


Figura 3.6. a) Definición de las funciones con f (1)=Volumen consumido de gas y f (2) =Inverso de constante cinética, b) Definición de las funciones como f (1)=Inverso de la eficiencia y f (2)=Inverso de constante cinética.

El proceso de optimización sirve para que a nivel industrial se pueda obtener condiciones óptimas de operación, a fin de obtener un proceso más rápido o de menor costo.

Utilizando la rutina fminimax para las funciones definidas en la Figura 3.6, es posible conocer el valor de las condiciones que se encuentran óptimas para el proceso (ver Figura 3.7).

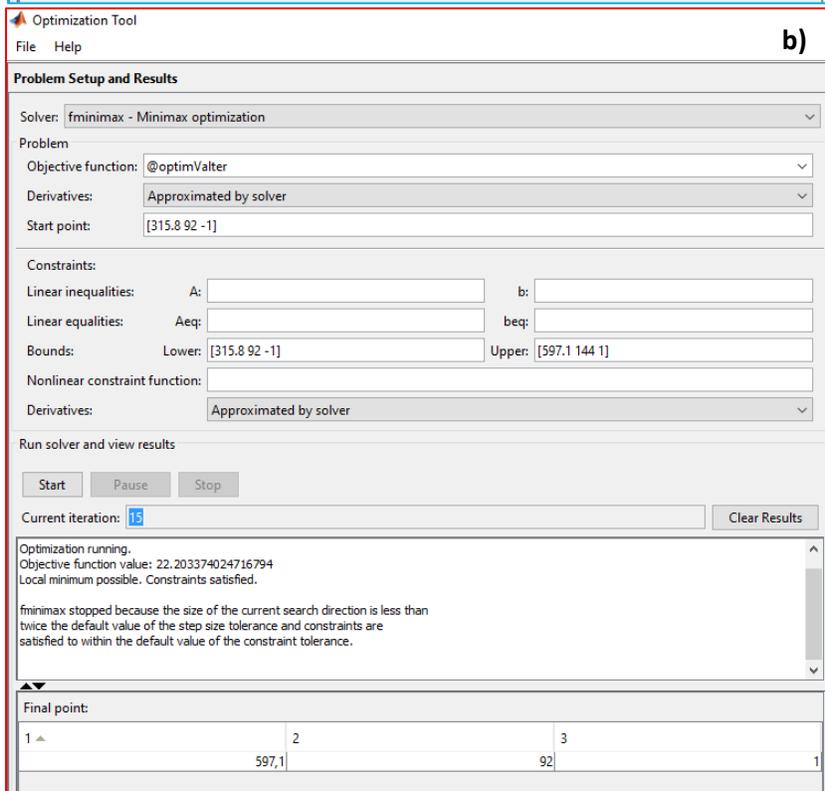
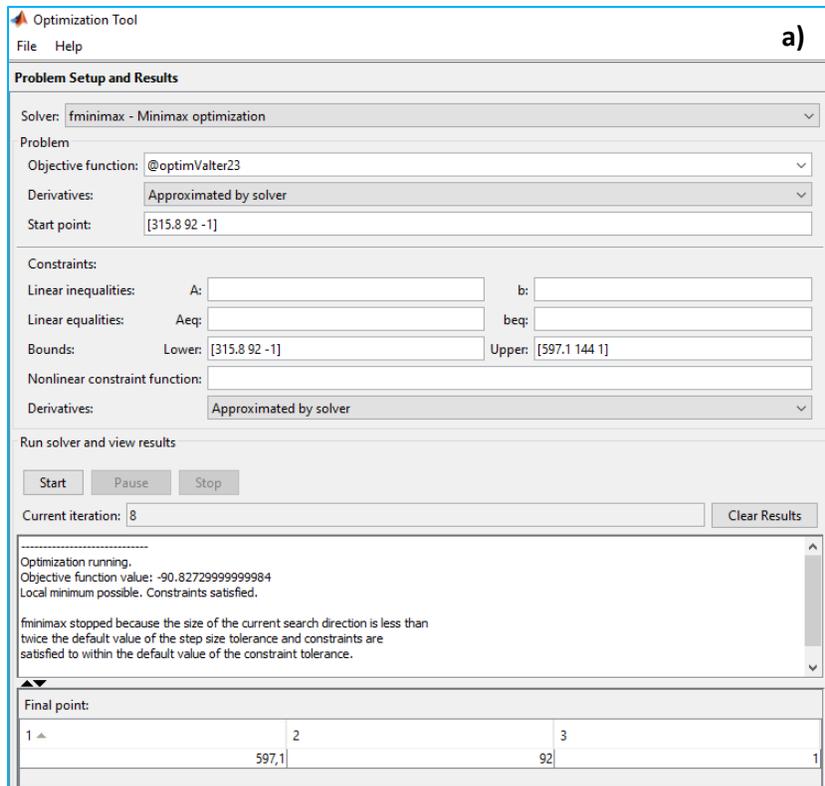


Figura 3.7. a) Rutina fminimax en función del volumen de gas de purga consumido, b) Rutina fminimax en función de la eficiencia del proceso.

Con base a lo que indica el uso de la rutina fminimax con ambas combinaciones, los resultados muestran que el valor óptimo de las condiciones utilizadas es el que se utiliza para el experimento 3; es decir, $Q=92$ NI/min, $N=597.1$ RPM y nuevo diseño de rotor.

El uso de la rutina gamultiobjt muestra resultados no tan concretos, estando en función de lo que requiera el proceso como se ha mencionado, en función de la rapidez o el costo (ver Figura 3.8).

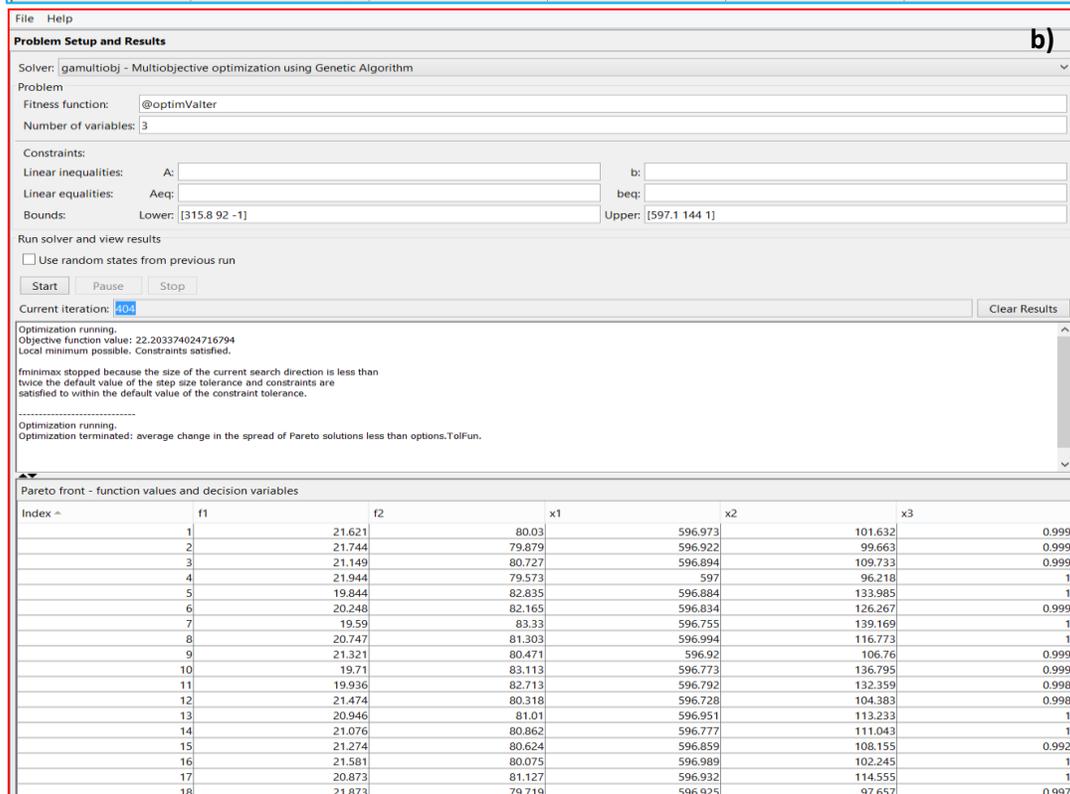
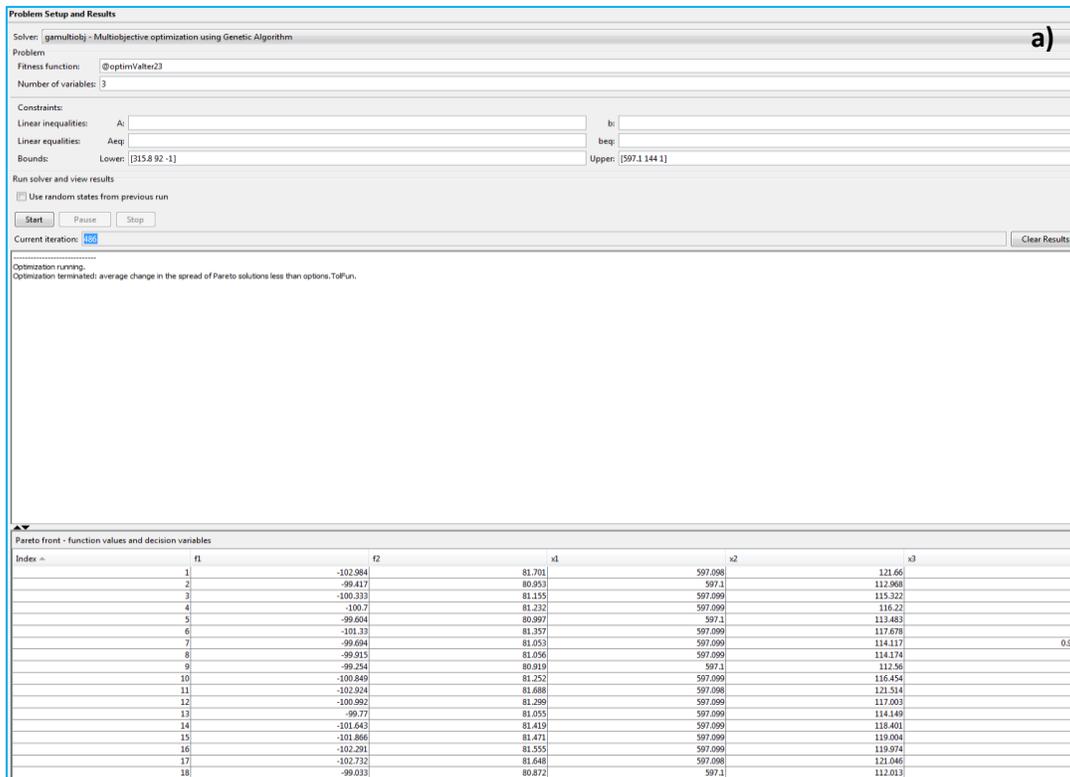


Figura 3.8. a) Rutina gamultiobjt en función del volumen de gas de purga consumido, b) Rutina gamultiobjt en función de la eficiencia del proceso.

De acuerdo a los valores que indica la Figura 3.8 debe escogerse una combinación de variables tales que se disminuya el consumo de gas de purga utilizado incrementando la constante cinética, al igual que aumentar la cinética y la eficiencia del proceso simultáneamente; para lo cual se seleccionaron cinco valores que parecieran tener la mejor relación, los cuales se condensan en la Tabla 11.

Tabla 11. Comparación de los resultados obtenidos para gamultiobjt.

Volumen de gas consumido				
Volumen (L)	Constante cinética K	N (RPM)	Q (NI/min)	Tipo de rotor
-99.417	0,012352847	597.1	112.968	Nuevo
-99.604	0,012346136	597.099	113.483	Nuevo
-99.694	0,012337606	597.099	114.117	Nuevo
-99.254	0,012358037	597.1	112.56	Nuevo
-99.033	0,012365219	597.1	112.013	Nuevo
Eficiencia del proceso de desgasificado				
Eficiencia (ppmO2/L)	Constante cinética K	N (RPM)	Q (NI/min)	Tipo de rotor
0,0459897	0,012518935	596.922	99.663	Nuevo
0,04557054	0,012567077	597	96.218	Nuevo
0,04656794	0,012450509	596.728	104.383	Nuevo
0,04633706	0,012488292	596.989	102.245	Nuevo
0,04571847	0,012544061	596.925	97.657	Nuevo

En la primera parte de la Tabla 11, se puede observar que la constante cinética es muy parecida a la obtenida para el experimento 3 del diseño de experimentos, ya que las condiciones que se marcan como óptimas son muy similares a las de este experimento. Se observa un comportamiento creciente en el consumo de gas mientras mayor es el flujo de gas de purga, por lo que se representa el consumo de gas como un número negativo; aunque en realidad dicho número representa un exceso de consumo dependiente del flujo del mismo gas.

En la segunda parte de la tabla, es posible observar que a condiciones similares nuevamente a las del experimento 3, pero con flujos ligeramente más altos es posible incrementar la eficiencia del proceso de forma considerable, de modo que

llega incluso a duplicarse dicha eficiencia, mientras que la constante cinética se mantiene a los mismos niveles.

Analizando más a fondo los valores de $\gamma_{multiobjt}$ se validan los resultados obtenidos con $f_{minimax}$, lo que indica finalmente que en promedio, las mejores condiciones de desgasificado se encuentran a las condiciones de trabajo del experimento 3.

Las condiciones descritas como óptimas responden al clásico comportamiento que indica que flujos bajos (aunque el límite bajo ya es considerado alto), revoluciones altas y geometrías de rotor más complejas tienen un mejor comportamiento.

El modelo físico descrito explica propiamente los fenómenos involucrados en su funcionamiento por sí mismo. La energía eléctrica transferida al motor del sistema (ver Figura 2.4) se transforma en energía cinética donde por termodinámica parte de la energía transferida se transforma en calor y es disipada del sistema, la energía que conservada produce el movimiento de la flecha y el rotor convirtiéndose posteriormente tanto en energía cinética o de movimiento del líquido que se está agitando como en energía de superficie que representan las burbujas de gas de purga (las cuales deben ser numerosas, esféricas y pequeñas); esta energía es responsable del proceso de desgasificación por medio de gases de purga ya que permite la transferencia de masa convectiva entre dichos gases y el gas disuelto en el líquido por efecto de la agitación y transferencia de momentum radial del rotor al líquido. En menor medida existe transferencia de masa por difusión en las zonas del líquido donde reside la burbuja que no se ven afectadas directamente por la transferencia de momentum, que pueden formar ciclos de recirculación de líquido al agitar.

Es de vital importancia conocer cómo se lleva a cabo este fenómeno para tomar en cuenta que implicaciones tiene el uso de las variables a analizar.

El consumo de gas se ve afectado de forma positiva (es decir que disminuye) por la velocidad que tendrá el rotor ya que al moverse más rápidamente el fluido estará mejor mezclado, habrá una mayor transferencia de momentum entre el

rotor y el líquido además de que se formarán burbujas más pequeñas con un gran tiempo de residencia, lo que se traducirá en una mayor superficie de contacto y una mejor transferencia de masa convectiva entre las burbujas de gas de purga y el gas disuelto en el líquido que puedan llegar a saturarse; además la forma del rotor también influye en la disminución de consumo de gas ya que la geometría de éste (en este caso el nuevo diseño) provoca que se produzcan más fuerzas cortantes en el líquido que provoca la generación de burbujas pequeñas y bien distribuidas en todo el volumen.

Un alto flujo de gas a través del rotor provoca que exista una disminución en la energía cinética que le confiere el motor, que puede verse como una ligera disminución en el mezclado del líquido y una sobresaturación de burbujas de gas de purga en el mismo, lo que provoca que las burbujas de gas de purga no alcancen la saturación de gas disuelto y abandonen el líquido impidiendo así su libre transferencia de masa por convección, dando lugar a un proceso de transferencia difusivo que es mucho más lento y que actúa de forma negativa en la cinética de desgasificado al aumentar infinitamente el gas suministrado y en su eficiencia de desgasificado independientemente del rotor y la velocidad que se utilicen. Aunque el flujo de gas alto no es lo ideal, generalmente mostrará una mayor rapidez de desgasificación incrementando la cinética, siempre y cuando no haya una sobresaturación de gas como se ha explicado a cambio de incrementar el consumo de gas.

Recordando que las condiciones de operación utilizadas en este trabajo se encuentran en un rango alto y refiriendo específicamente a la velocidad de rotación, se encuentra entonces que a velocidades muy altas de rotación se llega a una turbulencia alta del líquido que siempre va a ser benéfica para el mezclado y la transferencia de masa convectiva asociada, incrementando la cinética de desgasificado y disminuyendo el consumo de gas (lo que incrementa la eficiencia); combinar la alta rotación con el diseño de rotor nuevo es la práctica adecuada.

Capítulo 4. Conclusiones

- La rapidez de desgasificación corresponde a una cinética de primer orden.
- La geometría del nuevo rotor le confiere una superioridad clara respecto al rotor estándar comercial, llegando inclusive a reducir a la mitad el tiempo de desgasificado que tomaría al rotor estándar en igualdad de condiciones de operación.
- El tiempo de desgasificado se reduce principalmente al incrementar las revoluciones del rotor y con el diseño nuevo de rotor y en menor medida aumentando el flujo de gas. La desgasificación más rápida fue de 205 segundos para el caso del rotor nuevo a 597.1 RPM y 144 NI/min.
- El volumen de gas consumido es afectado negativamente al aumentar el flujo de gas y se disminuye el consumo con el nuevo rotor e incrementando las velocidades de rotación del rotor. El menor consumo de gas fue de 276 litros con el Rotor de Nuevo Diseño, $Q=92$ NI/min, $N=597.1$ RPM), y que corresponde a la máxima eficiencia en el consumo de gas de 0.01922 ppmO₂/L.
- Respecto al volumen de gas utilizado, las variables más importantes son RPM, Q y Rotor, además de las interacciones de RPM*Rotor y Q*Rotor. Las variables indican entonces que aumentar la velocidad de rotación disminuye en 470.33 litros la cantidad de gas de purga en promedio. Adicionalmente, incrementar el flujo gas de purga sube el consumo de litros de dicho gas (lo cual es lógico de pensarse) en 172.17 Litros. Utilizar el rotor de nuevo diseño disminuye en 292.93 litros utilizando dicho rotor, lo que es un ahorro considerable de gas.
- En cuanto a las interacciones de dos niveles, utilizar el rotor nuevo con altas RPM conduce a un ahorro de 144.50 L de gas de purga; mientras que la interacción de gas de purga aumentado con el rotor nuevo produce una pérdida de 31.67 L de gas

- Respecto a la cinética de desgasificación, se encuentra entonces que dos variables son fundamentales en este proceso, que son la velocidad de rotación (RPM) y el tipo de rotor. Incrementar la velocidad provoca que la constante cinética $k_m A_b$ suba 0.004938 unidades mientras que el uso del nuevo rotor produce un aumento de $k_m A_b$ de 0.002565 unidades.
- Respecto a la eficiencia del proceso, las variables más importantes son RPM, Q y Rotor, además de las interacciones de RPM*Q y RPM*Rotor. Se incrementa la eficiencia en 0.006663 ppmO₂/L al incrementar RPM, un aumento de Q produce que la eficiencia baje 0.003381 ppmO₂/L y utilizar el nuevo tipo de rotor incrementa la eficiencia casi al mismo nivel que el incremento de velocidad, en 0.003766 ppmO₂/L.
- La rutina de optimización del software MATLAB® 2014 indica que las condiciones óptimas en las relaciones que involucran la máxima cinética de desgasificado VS el mínimo volumen de gas utilizado y la máxima cinética de desgasificado VS la mejor eficiencia del proceso, serán las condiciones óptimas para desgasificar obteniendo la mayor eficiencia son las del experimento 3, es decir el rotor de nuevo diseño, Q=92 NI/min y N=597.1 RPM.

Trabajo Futuro

El trabajo realizado complementa la información generada en tesis previas, ya que se demuestra que condiciones de operación altas sobre todo para el flujo de gas de purga no produce un incremento infinito de la eficiencia del proceso. Aunque se fijó como condición alta el valor de 510 RPM (Cuyo valor real es 597.1 RPM) este valor se toma casi siempre como referencia como valor alto en todos los trabajos, por lo que sería muy interesante poder analizar lo que ocurre en el sistema a condiciones mucho más altas de velocidad de rotación; aunque en este trabajo se

parte de este valor debido a que rotaciones más altas producen que el agua del modelo se derrame, afectando completamente la medición ya que el modelo no tiene la misma altura que el reactor industrial y entonces sería necesario un modelo de mayor altura.

También como trabajos futuros se proponen el uso de técnicas de análisis por PIV para determinar los patrones de flujo que existen en el sistema a estas condiciones ya que la observación cualitativa debiera estar más detallada, debido a que aunque se podrían utilizar trazadores para conocer la respuesta a simple vista no se obtendrían ni siquiera resultados de análisis similares a los que describiría el PIV.

Sería también interesante en un trabajo futuro conocer la respuesta de un reactor industrial con estas condiciones, en el que los nuevos tiempos y demandas de materiales cada vez mayores hacen que en particular este proceso ya no se lleve a cabo de forma separada por etapas, es decir, que haya separación entre la refinación, modificación, escorificación y otros tratamientos al metal líquido por lo que el mismo mezclado que producen los rotores se aprovecha para adicionar dentro del reactor estos diversos agentes.

Otros datos interesantes en otro trabajo futuro serían obtenidos por ejemplo en modelado matemático por elemento finito para conocer las interacciones que se muestran en las fuerzas cortantes al cambio de geometría de los diversos rotores.

Capítulo 5. Bibliografía

- [1] J. Gilbert Kaufman y Elwin L. Rooy; "Aluminium Alloys Castings: Properties, Processes, and Applications", ASM International. Estados Unidos. 2004. pp. 1-2, 7, 21, 32.
- [2] Bernd Friedrich y Christoph Kräutlein; "Melt Treatment of Copper and aluminium – The Complex Step Before Casting". Association of Metallurgical Engineers of Serbia. pp. 253-260.
- [3] Mile B. Djurdjevic, Zoran Odanovic, Jelena Pavlovic-Krstic; "Melt Quality Control at Aluminium Casting Plants". Association of Metallurgical Engineers of Serbia. pp. 63-65.
- [4] <http://stahlspecialty.com/>, consultada el 12/Noviembre/2015.
- [5] Green Richard; "In-Furnace Treatment of Molten Aluminium". Presented at the International Melt Quality Workshop. Spain 2001. Pyrotec Engineering Materials Ltd. pp.1-8.
- [6] G.K. Sighworth; "A Scientific Basis for Degassing Aluminium". Reading Foundry Products. Exton. PA. pp. 73-78.
- [7] T.A. Engh, T. Pedersen; "Removal of Hydrogen from Molten Aluminium by Gas Purging", Light Metals 1984. pp. 1329-1343.
- [8] J. E. Grusleski; "The Treatment of Liquid Aluminium-Silicon Alloys", American Foundrymen's Society, Incorporated, Jan 1, 1990, pp. 126-144.
- [9] O. A. Kapustina; "Degassing of Liquids". Physical Principles of Ultrasonic Technology –Chapter 5, ed. L.D. Rozemberg (New York, New York. Plenum Press. 1993.
- [10] <http://alu-tech.blogspot.mx/2007/12/degassing-of-aluminum-alloys-using.html>, consultada el 15/Noviembre/2015.

[11] David V. Neff; "Understanding Aluminium Degassing". Reprinted for Modern Casting. Mayo 2002. pp. 1-4.

[12] Ruizhi Wu, ZhiKun Qu, Boade Sun, Da Shu; "Spray Degassing as a Method for Hydrogen Removal in Aluminium Melt". Materials Transactions. Vol. 48, No. 5 (2007). pp. 1029-1033.

[13] Sano Masamichi y Kazumi Mori; "Rate Determining of Degassing by Inert Gas Flushing in Molten Metal", Transactions of Japan Institute of Metals. Vol. 23. No. 8 (1982). pp. 440-450.

[14] M. A. Ramírez, M. Hernández, W.Cruz Méndez, C. González R.; "Effect of Process Variables on Kinetics and Gas Consumption in Rotor-Degassing Assisted by Physical and Mathematical Modeling". Taylor and Francis Group, Materials and Manufacturing Processes. 2011. pp. 1-5.

[15] M. A. Ramírez, José L. Camacho, Roberto Zenit, Arturo Juárez H., Oscar Barcenas S., Gerardo Trápaga M; "Physical Modelling of an Aluminium Degassing Operation with Rotating Impellers—A Comparative Hydrodynamic Analysis", Taylor and Francis Group, Materials and Manufacturing Processes, 2010. pp. 581-591.

[16] M. A. Ramírez Argáez, José. L Camacho, Arturo Juárez H., Gerardo Trápaga M., Carlos González R.; "Novel Degasification Design for Aluminium Using an Impeller Degasification Water Physical Model". Taylor and Francis Group. Materials and Manufacturing Processes. 2012. pp. 556-560.

[17] Robles Flores Ivan; "Modelado Físico de la Fluidinámica durante la Desgasificación de Al por la Técnica del Rotor-Inyector". Tesis de Licenciatura. 2009. Facultad de Química. UNAM.

[18] A T Dinsdale and P N Quested, NPL Materials Centre, National Physical Laboratory, Teddington, UK TW11 0LW.

[19] Hernández Hernández Maricruz; "Estudio de la Cinética de Desgasificación de Aluminio con Rotor Inyector Variando el Punto de Inyección de Gas y el Diseño de

Rotor Asistido por Modelado Matemático y Planta Piloto”. Tesis de Doctorado.
2015. Facultad de Química, UNAM.