

# UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO FACULTAD DE QUÍMICA

IMPLEMENTACIÓN DE LA TÉCNICA **PLIF** PARA LA MEDICIÓN DE TIEMPOS DE MEZCLADO EN UN MODELO FÍSICO DE HORNO OLLA **1/6,** Y COMPARACIÓN DE LA MISMA CON TÉCNICAS TRADICIONALES DE MEDICIÓN DE TIEMPOS DE MEZCLADO

TESIS

# QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

INGENIERA QUÍMICA METALÚRGICA

PRESENTA

CINTHYA PAULINA ORTIZ OLVERA



CIUDAD DE MÉXICO; MÉXICO

2018



Universidad Nacional Autónoma de México



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: Profesor: ALBERTO INGALLS CRUZ
- VOCAL: Profesor: JUAN SOLÓRZANO LÓPEZ
- SECRETARIO: Profesor: LUIS ENRIQUE JARDÓN PÉREZ
- 1er. SUPLENTE: Profesor: GERARDO SANJUAN SANJUAN
- **2° SUPLENTE:** Profesor: MARCO AURELIO RAMÍREZ ARGÁEZ

## SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

LABORATORIO 203, EDIFICIO D, FACULTAD DE QUÍMICA

ASESOR DEL TEMA:	
	M. en I. Luis Enrique Jardón Pérez
SUPERVISOR TÉCNICO:	
	Dr. Marco Aurelio Ramírez Argáez
SUSTENTANTE (S):	

Cinthya Paulina Ortiz Olvera

# Agradecimientos

Al Doctor Ciro Eliseo Márquez Herrera por la ayuda prestada para la realización de los análisis químicos reportados en el presente trabajo.

# RESUMEN

En el presente trabajo se implementó una técnica relativamente nueva denominada Fluorescencia Planar Inducida por Láser o PLIF por sus siglas en inglés (Planar Laser Induced Fluorescence) para medición de tiempos de mezclado en un modelo físico de una olla de refinación secundaria a escala de 1/6 agitada por medio de una boquilla en el centro-inferior (axisimétrica). PLIF es una técnica no intrusiva basada en la visualización y procesamiento de imágenes, que utiliza la intensidad de fluorescencia de un trazador orgánico en presencia de un haz de luz láser a una determinada longitud de onda para medir la concentración de un soluto (trazador) en un baño líquido en un plano completo del sistema. Por medio de una calibración es posible obtener resultados de tiempos de mezclado y mapas de concentración instantáneos en un plano de medición bidimensional en la olla. Se realizaron mediciones de tiempo de mezclado utilizando como trazador Rhodamina 6G y se capturaron imágenes por medio de una cámara digital de alta resolución, las cuales se procesaron y analizaron por medio del software Matlab® para obtener campos de concentración instantáneos a partir de los cuales se obtuvo el tiempo de mezclado, el cual se comparó con los obtenidos por medio de pH-metría y conductimetría a las cuales se denomina como "técnicas tradicionales". Los efectos de la intrusión de estas técnicas en la fluidodinámica del modelo se obtuvieron por medio de la técnica de Velocimetría de Partículas por Imágenes o PIV por sus siglas en inglés (Particle Image Velocimetry), en términos de distorsión del patrón de flujo y variación de la magnitud de velocidad promedio (V) así como de la energía cinética turbulenta promedio (K) en distintos planos de medición, tanto cualitativa como cuantitativamente. Los mapas de concentración instantáneos se compararon con los patrones de flujo para describir la trayectoria del trazador dentro del modelo físico agitado.

#### Contenido

Agradecim	ientosiii	
RESUMEN	iv	
Lista de Sír	nbolos1	
CAPITULO	1   Marco Teórico	
1.1 I	ntroducción	2
1.2 0	Objetivos Principales	4
1.3 0	Objetivos Secundarios	4
1.4 H	Hipótesis	4
1.5 A	Antecedentes	5
1.5.1	El Acero en México y el mundo	5
Defini	ición	5
Produ	icción de acero en México y el mundo	5
Impor	rtancia del acero	7
1.5.2	Producción de Acero	9
i.	Ruta Alto Horno- Convertidor Básico al Oxígeno	10
ii.	Ruta Horno Arco Eléctrico-RD (HRD)	10
iii.	Ruta Horno Arco Eléctrico- Chatarra	10
1.5.3	Refinación Secundaria	10
1.5.4	Horno Olla	12
1.5.5	Operaciones en el Horno Olla	13
Agitad	ción 13	
Desga	asificación al vacío	15
1.5.6	Modelado Físico de Procesos Metalúrgicos	17
1.5.7	Escalamiento de modelos físicos	18
1.5.8	Tiempo de Mezclado	20
1.5.9	Medición del Tiempo de mezclado	21
1.5.10	D Técnicas de Medición del Tiempo de mezclado	25
i.	Fluorescencia Planar Inducida por Láser (PLIF)	25
ii.	Conductimetría	31
iii.	pH-metría	34
1.5.11	1 Estado del Arte	35

CAPIT	ULO 2   Metodología Experimental	
2.1	Metodología	43
2.1	.1 Elementos del arreglo experimental	44
i.	. Tanque (modelo físico) con instrumentación complementaria	44
ii	i. Láser	49
ii	ii. Cámara	49
i	v. Computadora con software y sincronizador	52
2.1	2 Experimentos para medición de Tiempos de Mezclado	52
а	a. Técnicas Tradicionales: pH-metría y Conductimetría	52
þ	pH-metría	53
C	Conductimetría	55
F	Procesamiento de resultados para las técnicas tradicionales	55
b	b. PLIF	57
C	Calibración PLIF	58
F	Procesamiento de datos obtenidos por medio de PLIF	60
С	c. PIV	61
E	Elementos de un arreglo PIV para experimentación	62
C	Calibración PIV	66
F	Procesamiento de datos obtenidos por medio de PIV	66
CAPIT	ULO 3  Resultados y Análisis	
3.1	Corrección de Imágenes adquiridas	68
3.2	Calibración PLIF	69
3.3	Resultados PLIF	76
3.4	Cálculo tiempo de mezclado	80
C	Gráfico de Concentración vs. Tiempo	80
Т	Tiempos de mezclado calculados	86
3.5	Resultados PIV	87
١	Vectores de velocidad promedio/ patrones de flujo	91
C	Contornos de velocidad	92
E	Energía cinética turbulenta	94
F	Resultados numéricos PIV	95
3.6	Análisis de Mapas de Concentración Instantáneos.	98

CAPITULO 4  Conclusiones	. 106
Bibliografía	. 108
Anexo 1	. 112

# Lista de Símbolos

T <sub>mix</sub>	Tiempo de mezclado	S
Q	Flujo de gas	m³ s⁻¹
A <sub>eye</sub>	Area de ojo de escoria	cm
λ	Factor de escalación	
Dm	Diámetro del modelo	cm
Dp	Diámetro del prototipo	cm
⊢r <sub>m</sub>	Froude modificado	2
ρL	Densidad liquido	g cm <sup>-s</sup>
ρ <sub>g</sub>	Densidad gas	g cm <sup>-3</sup>
Δρ	Diferencia de densidad metal-escoria	g cm <sup>-3</sup>
$U_0$	Velocidad inicial del gas (en el pto. de inyección)	m s <sup>-</sup> '
g	Aceleración Diámetre de le bequille de invessión	m s -
	Viscosidad sinomática	$cm^2 c^{-1}$
V Ma	Viscosidad cinemática do la cana do oscoria	$cm^2 s^{-1}$
VS	viscosidad ciliematica de la capa de escolia	CIII- S
	Viscosidad	$1  (0, 0  \text{m})^{-1}$
μ	VISCOSIDAU Eluorosconcia local	ig-(s-ciii)
Г		cm
∟m		CIII
m	Masa de fluido	kg
8m	Energía de agitación específica	W/Kg
R <sub>m</sub>	Radio del modelo	cm
Ν	Numero de boquillas de inyeccion de gas en el	
	modelo	
hs	Grosor de la capa de escoria	cm
Н	Altura del baño líquido	cm
ΔL	Grosor de la capa de escoria	cm
Qm	Magnitud de flujo de gas en el modelo físico	lpm
Qp	Magnitud de flujo de gas en el prototipo	lpm
<b>C</b> <sub>0</sub>	Concentración inicial del trazador	gl <sup>-1</sup>
С	Concentración final	gl <sup>-1</sup>
C (t)	Concentración del trazador a un tiempo t	gl <sup>-1</sup>
$\overline{V}$	Velocidad	ms⁻¹
$\Delta x$	Distancia	mm
$\Delta t$	Tiempo	S
F1,F2	Areas de interrogación	mm
F1, <del>F</del> 2	Valor promedio del área de interrogación	mm
$\sigma_{F1}, \sigma_{F2}$	Desviación estándar del área de interrogación	
Np	Número de pixeles	

# CAPITULO 1 | Marco Teórico

## 1.1 Introducción

Dentro del proceso global de producción de acero, la refinación secundaria tiene una importancia fundamental debido a que está directamente relacionada con la calidad final del mismo. La refinación secundaria, también conocida como metalurgia de la olla, se lleva a cabo en un Horno Olla LF (Ladle Furnace) y comprende varios procesos de acuerdo al producto deseado y al grado que se desea en el acero. Estos procesos incluyen desoxidación, desulfuración, remoción y/o modificación de inclusiones además del ajuste de la composición química (adición de aleantes en el acero fundido) y de homogenizar la temperatura del baño. Para mejorar la eficiencia y aumentar la cinética de los procesos anteriores, se utiliza una inyección de gas inerte que tiene como función agitar el metal fundido, con lo cual se obtiene un sistema de flujo de fluidos de tres fases, el metal líquido, una capa de escoria (óxidos fundidos) superior y una fracción de gas-líquido en forma de pluma formada por la inyección de gas inerte. Las interacciones entre estas fases son de vital importancia para lograr los objetivos de las operaciones de forma eficiente, lo cual se logra con la agitación, que resulta vital para el proceso.

Desde hace varias décadas se han estudiado reactores agitados por medio de modelos físicos para obtener mayor información acerca de las interacciones entre fases y los mecanismos de transporte dentro de éstos, los cuales su mayoría se ha estudiado a través de las mediciones del tiempo de mezclado, esto debido a que es un parámetro asociado a la eficiencia del mezclado en reactores de procesamiento por lotes, y por lo tanto al grado de agitación en los mismos, lo anterior mediante modelos matemáticos, físicos o combinados, sin embargo, debido a la complejidad de las interacciones, ha sido difícil encontrar un modelo unificado que describa sin error lo que ocurre durante el proceso de agitación dentro de un reactor agitado. Las técnicas experimentales de determinación de tiempo de mezclado más utilizadas desde hace décadas por su accesibilidad y facilidad de implementación consisten en sumergir un sensor dentro del modelo físico e inyectar un trazador, a fin de medir el tiempo que tarda el sistema en alcanzar la concentración de equilibrio en el volumen de fluido, considerando un criterio fijo en porcentaje de

homogenización; como ejemplo de estas técnicas se encuentra la conductimetría y la pHmetría, las cuales pueden llevarse a cabo con equipo y material comúnmente encontrado en un laboratorio de química analítica. Sin embargo, estas técnicas tradicionales presentan el inconveniente de ser intrusivas, por lo que modifican el proceso de mezclado al alterar el patrón de flujo del modelo físico, lo que a su vez provoca que el tiempo de mezclado determinado a partir de las mediciones realizadas mediante éstas tenga un cierto grado de error, y además al ser mediciones localizadas en un solo punto de la olla, los resultados pueden variar dependiendo de la zona donde se coloque el sensor. Debido a lo anterior, en el presente trabajo se implementó la técnica PLIF (Planar laser-induced fluorescence), una técnica no intrusiva la cual está basada en la medición de la intensidad de fluorescencia de un trazador expuesto a un haz de luz de un láser a determinada longitud de onda, la cual, a través del procesamiento de las imágenes obtenidas del trazador en el flujo agitado y de una previa calibración, se establece una relación entre dicha intensidad y una escala de grises, lo que permite obtener campos de concentración instantáneos en un plano bidimensional completo, a partir de los cuales se pueden obtener tiempos de mezclado globales así como visualizar y caracterizar el proceso de mezclado a través del tiempo. Además, se compararon los resultados obtenidos mediante PLIF con las mediciones realizadas de conductimetría y la pH-metría bajo las mismas condiciones de agitación y geometría de la olla, para verificar las ventajas y desventajas de la nueva técnica con respecto a las tradicionales, y sentar un precedente para su posible uso en futuras investigaciones.

# 1.2 **Objetivos Principales**

- Medir el tiempo de mezclado en un plano bidimensional por medio de la técnica PLIF en un modelo físico de una olla de refinación secundaria con una escala de 1/6;
- Medir el tiempo de mezclado mediante las técnicas tradicionales de conductimetría y pHmetría y compararlo con el tiempo de mezclado obtenido mediante la técnica PLIF;
- Conocer el grado de interferencia que produce un sensor inmerso dentro del modelo físico en la fluidodinámica del mismo por medio de la obtención de patrones de flujo a través de la técnica PIV (Particle Image Velocimetry);
- Caracterizar el mezclado dentro del modelo agitado por medio de los mapas de concentración instantáneos obtenidos a través de PLIF.

# 1.3 Objetivos Secundarios

 Determinar los procedimientos adecuados para la calibración de PLIF, así como evaluar el efecto de la concentración del trazador y la pertinencia de usar agua destilada o agua corriente (agua de la llave).

# 1.4 Hipótesis

La técnica PLIF tendrá una ventaja sobre las técnicas tradicionales de conductimetría y pH-metría, debido a que, al no ser intrusiva, no modifica el patrón de flujo en el modelo físico bajo estudio, lo cual se podrá comprobar por medio de la técnica PIV, lo que a su vez implica una medición más precisa del tiempo de mezclado con PLIF. Además, la técnica PLIF permite visualizar un plano completo dentro del modelo físico, obteniéndose de esta manera una visión amplia de los fenómenos que ocurren durante la agitación en el modelo a través del tiempo, lo cual facilita un monitoreo instantáneo del movimiento del trazador dentro del modelo físico. Lo anterior representa una ventaja comparada con la visión que ofrecen las técnicas tradicionales, las cuales realizan mediciones localizadas en un solo punto.

#### **1.5** Antecedentes

#### 1.5.1 El Acero en México y el mundo

#### Definición

El acero es un sistema de hierro carbono con elementos aleantes (Nb, V, W, Cr, Ni, etc.) que le aportan propiedades específicas de acuerdo a su uso final. Además de los elementos aleantes, también se pueden presentar impurezas a lo largo del proceso de fabricación como S, P, H, N, O, así como inclusiones no metálicas que son perjudiciales para las propiedades mecánicas del acero.

Las propiedades mecánicas del acero pueden ser modificadas mediante un control de su composición química y tratamientos posteriores a la fabricación para ser utilizado en gran diversidad de aplicaciones. Debido a esto, el acero se considera uno de los materiales más importantes del último siglo y actualmente se producen más de 2,000 grados diferentes, los cuales son utilizados por diversas industrias desde aquellas de uso común hasta aquellas con usos muy específicos. Además, puede ser reciclado por lo que se le considera como un material verde, lo cual es de gran valor considerando el auge de los últimos años en el cumplimiento de altos estándares medio ambientales y de calidad. [1]

Desde hace varias décadas, se ha incrementado su producción, y a la par, la investigación con fines de innovación a fin de mejorar la relación costo/calidad y mantenerse a un nivel competitivo y sustentable.

#### Producción de acero en México y el mundo

La asociación americana WorldSteel Association, cuyo objetivo es ser un líder global para la industria siderúrgica principalmente en temas económicos, ambientales y sustentables, emite un reporte anual sobre la producción y uso de acero a nivel mundial. En la publicación correspondiente al balance final del año 2017, se reportó que en el año 1950 se producían menos de 200 millones de toneladas de acero al año, en contraste con el año 2017 en el cual se reportó una producción de 1,689 millones de toneladas con una expectativa de crecimiento de 1.8% para el 2018 y 0.7% para 2019. La tendencia de incremento a través de los años se observa en la **Figura 1**, ésta se debió en gran parte al crecimiento de naciones industrializadas como Brasil, China, India, Irán y México.



Figura 1. Producción de acero mundial anual (1950-2017).

De acuerdo a este mismo reporte, México produjo 18.8 millones de toneladas de acero en el año 2016 y 19.9 en 2017, posicionándolo en el número 14 a nivel mundial entre más de 50 países. De este total, el 23.7% fue producido por el proceso de Convertidor Básico al Oxígeno (BOF por sus siglas en inglés), y el restante por medio de Hornos Eléctricos de Arco (EAF por sus siglas en inglés). [2]

Por otra parte, la CANACERO [3] reportó que la capacidad instalada en el año 2017 de la industria siderúrgica en México fue de 29.5 millones de toneladas de acero crudo. Las exportaciones cerraron en un total de 5.1 millones; las importaciones sumaron un total de 14.7 millones. En la **Figura 2** se observa el crecimiento de la producción en México en la última década. La tendencia de incremento se ha mantenido hasta el año anterior y las perspectivas son de crecimiento para los siguientes años.



Figura 2. Producción de acero en México anual (2000-2017).

#### Importancia del acero

El acero es un material de importancia incomparable debido a su resistencia, formabilidad y variedad de usos. Por esta misma razón, se ha vuelto indispensable para el desarrollo de la sociedad y el crecimiento económico de una nación, pues está presente en cada aspecto de la vida diaria.

En el año 2016, se consumió un total de 1,500 millones de toneladas de acero a nivel mundial [4], el cual fue utilizado en múltiples sectores. En la **Figura 3** se muestra la distribución por cada sector, siendo la construcción el sector que ocupa la mayor cantidad de acero, seguido por la de producción de maquinaria y la automotriz; después por la producción de diversos objetos y productos de acero varios, y en menor cantidad la industria del transporte, producción de equipo y accesorios eléctricos y finalmente la industria de electrodomésticos.



Figura 3. Distribución del acero consumido en el año 2016 según sector de consumo. Adaptado de [4]

En México el acero tiene una aportación importante a la economía del país. En el año 2017 la industria siderúrgica representó el 2% del PIB anual y empleó a más de 600,000 personas directa e indirectamente. [3]

## 1.5.2 Producción de Acero

En la actualidad existen 3 rutas principales de producción de acero, las cuales se muestran en la **Figura 4** [5].





Figura 4. Rutas principales de producción de acero. Adaptado de [6]

#### i. Ruta Alto Horno- Convertidor Básico al Oxígeno

Como se observa en la **Figura 4**, esta ruta consiste en 2 procesos en distintos reactores para la obtención de acero.

- Producción de Hierro (Arrabio): Alto Horno BF (Blast Furnace).
- Producción de acero crudo: Convertidor Básico al Oxígeno BOF (Basic Oxygen Furnace).

## ii. Ruta Horno Arco Eléctrico-RD (HRD)

Esta ruta, tal como se observa en la **Figura 4**, utiliza las mismas materias primas que la ruta anterior, pero distintos procesos y reactores para obtener el mismo producto, el acero previo a la Refinación Secundaria.

- Producción de Hierro: Proceso de Reducción Directa DR (Direct Reduction)
- Producción de acero crudo: Horno de Arco Eléctrico EAF (Electric Arc Furnace)

#### iii. Ruta Horno Arco Eléctrico- Chatarra

Como se observa en la **Figura 4**, en esta ruta se utiliza únicamente chatarra como materia prima para cargar el Horno de Arco Eléctrico. El proceso siguiente es similar al descrito en la ruta anterior para la obtención de acero crudo.

## 1.5.3 Refinación Secundaria.

Como se observa en la **Figura 4**, posterior a los procesos realizados en la siderurgia primaria se llevan a cabo procesos de Refinación o Metalurgia Secundaria o Refinación en la Olla (Ladle Refining). Existen diversos procesos en esta etapa de producción de acero, los cuales se pueden realizar con o sin vacío, y con o sin agitación. Es posible realizar más de un proceso dependiendo de las especificaciones requeridas para el acero. En la **Figura 5** se observan algunos de los procesos que conforman esta etapa, y su clasificación [7].

El objetivo de la Refinación Secundaria es realizar ajustes en el metal fundido mediante una serie de tratamientos llevados a cabo en Hornos Olla LF (Ladle Furnace). Las principales acciones realizadas son las siguientes:

- Homogenización de la composición química y temperatura del acero líquido en la olla;
- Desoxidación (remoción de oxígeno);
- Ajuste de la temperatura del acero líquido para que sea adecuada para la colada continua;
- Ajuste de la composición química del acero por medio de la adición de ferroaleaciones;
- Desgasificación por medio de vacío para la remoción de Hidrógeno y Nitrógeno;
- Descarburación dependiendo del grado de acero requerido;
- Desulfuración (hasta 0.002%S);
- Remoción de elementos no metálicos indeseables en la composición final;
- Cambio en la composición de las impurezas remanentes en el acero líquido para mejorar la microestructura final.

Una vez que se realiza el vaciado del acero crudo, la olla con metal fundido se transfiere por medio de una grúa o un carro de transporte de ollas para llevar a cabo el tratamiento secundario a una estación de tratamiento secundario donde se llevan a cabo los diversos procesos de Refinación Secundaria para producción de acero en serie, usualmente se utilizan sistemas de generación de vacío o calentamiento con arco o ambos. También existen estaciones que emplean gas inerte e inyección de polvos. [8]





#### 1.5.4 Horno Olla

Dentro de los procesos realizados en la Refinación Secundaria se encuentra el Horno Olla (**Figura 5**). Como se observa en la **Figura 6**, el Horno Olla está equipado con 3 electrodos de grafito en la parte superior, en la parte inferior una boquilla que aloja un tapón poroso para la agitación con Argón, así como una abertura para la adición de aleantes. Los humos y partículas salen por medio del techo enfriado por agua, arrastradas por una corriente lateral de aire hasta un toldo colocado sobre el techo [7].

Sus funciones principales son:

 Recalentar el acero líquido utilizando arcos eléctricos que trabajan bajo el mismo principio que el EAF, aunque 6 veces de menor intensidad en el suministro de energía.

- Formar una capa de escoria que protege el refractario del daño del arco formado en los electrodos, concentra y transfiere calor al acero líquido, atrapa inclusiones y óxidos metálicos y provee los agentes químicos para realizar la desulfuración y desfosforación;
- Homogenizar la temperatura y composición química del acero agitando con gas inerte de acuerdo a los requerimientos de producción y al grado de acero requerido;
- Adición de ferroaleaciones para control de composición química en el baño. [9]



Figura 6. Esquema de Horno Olla (LF). Adaptado de [7]

#### 1.5.5 Operaciones en el Horno Olla

#### Agitación

El Horno Olla está equipado con un sistema de agitación, ya sea electromagnética o por medio de inyección de gas. Las operaciones de agitación por gas se realizan con Argón, el flujo de gas se lleva a cabo a través de la conexión con el sistema de suministro de gas que es automática al momento de colocar la olla en el carro de transferencia, el cual se hace pasar generalmente a través de una o varias boquillas ubicadas en el fondo, en caso de ser solo una está se puede ubicar de forma axi-simétrica al centro de la olla (**Figura 7**), aunque también se puede utilizar una lanza en la parte superior. El gas inyectado aporta una energía de agitación E y promueve una fuerza de boyante, la cual, al ser disipada en el baño, contribuye al mezclado del acero líquido. [10]



## Figura 7. Esquema del arreglo de boquilla para inyección de gas en la olla. [10]

La rapidez de agitación debe controlarse para obtener una mejor operación ya que a niveles muy bajos puede ocurrir un sobrecalentamiento de la escoria lo cual erosiona el refractario. Por el contrario, una agitación excesiva puede provocar la formación de gotas de escoria (emulsión de escoria) que pueden ser arrastradas por el metal en movimiento desde la interface hasta el baño de metal líquido, así como corto circuitos eléctricos causados por la presencia de polvo conductivo. Además, una excesiva agitación abre la escoria exponiendo el acero a la atmósfera y reoxidandolo, generando inclusiones no metálicas en vez de removerlas. Los valores típicos de flujo de gas que se manejan son menores a 5NI/ (min. t). [7]

Ventajas de la inyección de gas desde el fondo [8]:

- Agitación uniforme del baño;
- Reducción de zonas sin agitación (zonas muertas);
- Control de la intensidad de la inyección (desde burbujeo hasta inyección de alta intensidad);
- Contacto de la escoria con el metal (para promover intercambios metal-escoria como en la desulfuración);
- Menor gradiente de temperatura entre el metal y la escoria;
- Menor costo comparado con la agitación electromagnética.

Desventajas de la inyección de gas desde el fondo:

- Incremento en el desgaste del recubrimiento refractario;
- Peligro de explosión.

#### Desgasificación al vacío

La desgasificación se utiliza para remover gases como O, H y N los cuales se disuelven en el acero durante el proceso de producción. También permite una descarburación profunda o desoxidación, hasta un grado requerido, por medio de procesos como la Desoxidación con Carbono al Vacío (VCD por Vacuum Carbon Deoxidation), y promueve la modificación de inclusiones no metálicas en el acero. Se puede llevar a cabo por medio de procesos de no recirculación o de recirculación del acero fundido en el vacío.



#### Figura 8. Esquema de proceso de desgasificación al vacío en olla. Adaptado de [11]

En la desgasificación, la eficiencia decrece verticalmente en el baño debido a que el fondo del baño se ve afectado en menor cantidad por el vacío debido a la presión ferrostática ejercida por la columna de acero líquido. Es por ello que la agitación en este proceso es importante, ya que la promueve la exposición total del acero fundido al vacío. Tanto en los sistemas recirculantes como no recirculantes, se utiliza Argón para agitar el baño. En sistemas recirculantes, además este Argón se utiliza como gas de arrastre para disminuir la densidad aparente del acero líquido a fin de arrastrarlo de la olla a la cámara de vacío. La agitación del baño también promueve la velocidad de la desgasificación, aunque puede provocar salpicaduras cuando la agitación es intensa, debido a esto la olla se encuentra llena únicamente al 75%. El resto se deja como espacio libre para acumular las gotas de metal. En la **Figura 8** se observa una Unidad de Desgasificación típica, en la cual la Olla se coloca dentro de una cámara de vacío. La Olla tiene una boquilla por medio de la cual se inyecta Argón durante el proceso al vacío. [11]

#### 1.5.6 Modelado Físico de Procesos Metalúrgicos

Los procesos metalúrgicos de producción de acero, por ejemplo, los de refinación secundaria, han sido objeto de estudio durante muchos años a fin de comprender los distintos fenómenos que ocurren dentro de la Olla, por ejemplo, los de hidrodinámica que incluyen el flujo de fluidos, el mezclado y la transferencia de masa entre fases. Sin embargo, la observación del sistema y control de condiciones experimentales en una Olla de escala industrial resulta tener complicaciones prácticas debido a factores como son las altas temperaturas de operación, la opacidad del fundido y el tamaño mismo de la olla que impide realizar observaciones de todo el sistema. Debido a lo anterior, desde la segunda mitad del siglo pasado, se ha establecido el uso de métodos de modelado físico así como de modelado matemático, los cuales han tenido un avance en los años recientes debido al desarrollo de algoritmos y mejora de equipos de cómputo para el estudio de procesos de producción de acero de forma complementaria a la mediciones y observaciones realizadas a nivel industrial. [14]

En el caso del estudio del mezclado en una Olla de refinación secundaria, los modelos físicos se han convertido en una herramienta importante para estudiar la dinámica de la inyección de gas, así como el efecto de la variación de diversas condiciones de operación en el tiempo de mezclado, como son:

Flujo de gas;

Relación de aspecto geométrico de la Olla;

Configuración de la posición de la inyección;

Criterio de mezclado;

Medios de inyección (tobera, tapón poroso, etc.)

Los modelos físicos están fabricados de un material traslúcido que permite la observación del interior mediante diversas técnicas que se discutirán en las secciones siguientes. Por lo general, para modelar procesos siderúrgicos se utiliza agua para representar el acero líquido a 1600°C debido a la equivalencia en propiedades físicas, específicamente la viscosidad cinemática que son iguales entre el agua a temperatura ambiente y el acero a 1600 °C. Para

poder relacionar un modelo físico con un sistema real, un reactor de escala completa o un prototipo, es importante guardar ciertas similitudes por medio de un escalamiento adecuado, de forma que los resultados obtenidos en el primero sean válidos en el segundo.

#### 1.5.7 Escalamiento de modelos físicos

En modelado físico, tanto el modelo del reactor (prototipo) como las condiciones experimentales están diseñadas con base en el criterio de similitud entre el prototipo y el modelo. Ambos deben ser similares geométrica, mecánica, térmica y químicamente. [15]

La similitud geométrica entre dos sistemas se obtiene cuando existe un punto en el modelo que corresponde a cada punto del prototipo. Esto se puede lograr al mantener una relación constante entre las dimensiones lineales de los sistemas, lo cual se conoce como factor de escalación  $\lambda$  (Ec. 3):

$$\lambda = \frac{Dm}{Dp}$$
(Ec. 3)

Dónde:

D<sub>m</sub> = Diámetro del modelo

D<sub>p</sub> = Diámetro del prototipo

La similitud mecánica se subdivide en similitud estática, dinámica y cinemática. En el primer caso se involucran constantes de carga; en el segundo caso, la dinámica hace referencia a las fuerzas dominantes dependiendo de la posición, las cuales deben ser de la misma proporción; en el tercer caso, la similitud se guarda cuando las partículas en ambos casos siguen trayectorias similares en intervalos de tiempo equivalentes.

La similitud térmica se guarda cuando los gradientes térmicos son similares.

La similitud química se guarda cuando los gradientes de concentración se mantienen iguales en ambos casos. Existen criterios de similitud adimensionales que relacionan las variables del sistema para caracterizarlo. El número de Froude modificado  $Fr_m$  (Ec. 4) determina la importancia de las fuerzas inerciales y la fuerza gravitacional cuando un flujo de gas se inyecta al baño, lo cual implica una similitud dinámica entre el sistema real y el modelo físico si se conserva esta relación de fuerzas. [16]

$$Fr_m = \frac{\rho_g}{\rho_l} \frac{{U_0}^2}{gd_0}$$
(Ec. 4)

Dónde:

ρ<sub>g=</sub> Densidad del gas ρ<sub>I=</sub> Densidad del liquido U₀= Velocidad terminal del gas d₀= Diámetro de la boquilla de inyección

En cuanto a la similitud cinemática, la densidad y la viscosidad de los fluidos son las propiedades que gobiernan el comportamiento del flujo. La relación entre ambas propiedades está dada por la viscosidad cinemática v Ec. 5:

$$v = \frac{\mu}{\rho}$$
 (Ec. 5)

Dónde:

µ: viscosidad

La viscosidad cinemática, la cual representa la difusión de flujo de momentum en el líquido y gobierna el comportamiento del flujo de fluidos. Aun cuando existe una diferencia entre los valores de ambas propiedades para el metal fundido y para el fluido del modelo, la similitud cinemática de ambos fluidos permite asumir una similitud en el comportamiento del flujo de fluidos. En el caso del fluido dentro del modelo, el agua se ha utilizado de manera extensa para estudiar el comportamiento del acero fundido debido a su valor de viscosidad cinemática (10<sup>-6</sup> m<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>) la cual es muy parecida a la del acero líquido a 1600°C (.915x10<sup>-6</sup> m<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>).

#### 1.5.8 Tiempo de Mezclado

El tiempo de mezclado (T<sub>mix</sub>) se define como el tiempo de agitación requerido para homogenizar el baño de acuerdo a un cierto criterio (típicamente 95%). También se puede definir como el intervalo entre el tiempo al cual ese inyecta un trazador en el baño y el tiempo al cual la concentración de dicho trazador en puntos específicos del baño cumple con un criterio de uniformidad (típicamente 95%) [12]. El tiempo de mezclado es uno de los factores más importantes para determinar la efectividad de la inyección de gas ya que representa la intensidad del mezclado.

Patil y colaboradores [13] reportan de estudios previos que la relación de tiempo de mezclado con flujo de gas está dada por la siguiente ecuación (**Ec. 1**):

$$au_{mix} \propto Q^{-0.33}$$
 (Ec. 1)

Mientras que la relación entre el ojo de escoria con el flujo de gas está dada por (Ec. 2):

$$A_{eye} \propto Q^{0.88}$$
 (Ec. 2)

Donde:

T<sub>mix</sub>= Tiempo de mezclado Q= Flujo de gas A<sub>eye</sub>= Área de ojo de la escoria

De estas relaciones concluyeron que utilizar un flujo de gas mayor al requerido, ya sea para incrementar la eficiencia de los procesos o para reducir el tiempo de mezclado, puede resultar en un efecto negativo, pues como indica la segunda ecuación, el ojo de la escoria tendría un mayor tamaño y, por ende, una zona mayor en el baño quedaría expuesta a la reoxidación, afectando la calidad del producto como se mencionó anteriormente. También se incrementa el riesgo de desgaste del refractario, arrastre de escoria, etc. Debido a esto, es necesario optimizar el flujo de gas, de forma que se obtengan mayores beneficios sin afectar la calidad del producto.

#### 1.5.9 Medición del Tiempo de mezclado

El estudio de la homogenización de un baño agitado por inyección de gas [17], [18], [19] se ha llevado a cabo a través de técnicas de medición del tiempo requerido para reducir hasta el mínimo la diferencia en concentración entre dos puntos añadida repentinamente. Para ello se han estudiado diversas técnicas de medición que monitorean el mezclado en uno o más puntos dentro del baño para obtener una medición que considere tanto el aporte convectivo como el difusivo de transporte de masa de soluto. Sin embargo, la medición de tiempo de mezclado presenta una dificultad debido a que la homogenización se presenta de manera asintótica hasta llegar a un punto donde la variación es mínima, sin llegar a completarse (100%) dentro de un tiempo viable de medición. Para ello, existen varios criterios para determinar el T<sub>mix</sub>, los cuales lo definen dentro de un rango de % del cambio total final; comúnmente se utiliza el de 95%, 90% o 99%. En la **Figura 9** se observa un gráfico de concentración (adimensional) del trazador contra tiempo transcurrido. En el caso de considerar un criterio de 95% por ejemplo, el tiempo de mezclado se define como aquél en el cual el valor de concentración adimensional entra en el rango de 1.0  $\pm$  0.05 sin salir de este intervalo.



Figura 9. Gráfico de tiempo contra variación de concentración adimensional. Adaptado de [20]

Desde un punto de vista macroscópico, el tiempo de mezclado global es el tiempo de agitación requerido en fluido principal o seno del fluido (bulk mixing time) para distribuir uniformemente el soluto en todos los puntos del modelo, mientras que el tiempo de mezclado local es la medición de la rapidez de distribución de un soluto en una región específica del modelo (medición puntual). Las mediciones locales dependen del espacio y del tiempo mientras que las mediciones globales están basadas únicamente en el tiempo. Actualmente existen diversos métodos para el estudio de tiempo de mezclado y visualización de patrones de flujos de mezclado los cuales han sido revisados por distintos autores [21], [22], los cuales en conjunto permiten una mayor comprensión de los fenómenos que ocurren durante el mezclado en todo el fluido.

Las técnicas experimentales para medición del tiempo de mezclado pueden dividirse en dos tipos según se clasifiquen por su efecto en el flujo o por el tipo de información que se obtiene de ellas (**Tabla 1**):

# Tabla 1.- Clasificación de técnicas de medición de tiempo de mezclado. Adaptada de[21]

Alteración del flujo:					
No intrusiva		Intrusiva			
Colorimetría		<ul> <li>conductimetría y pH-metría (sensores)</li> </ul>			
Tomografía de resistencia eléctrica					
Tomografía de emisión de positrones					
Fluorescencia planar inducida por láser					
Termografía					
Información que se obtiene:					
Medición directa	Medición		indirecta		
	Euleriana		Lagrangiana		
Colorimetría	Termografía		Tomografía de resistencia		
Fluorescencia planar			eléctrica		
inducida por láser			Tomografía de emisión de		
Conductimetría y pH-			positrones		
metría (sensores)					

Las técnicas basadas en visualización de flujo son útiles para medir tiempos de mezclado y obtener patrones de flujo en modelos de materiales transparentes, pero requieren de una calibración y un procesamiento de la información obtenida por medio de un software especializado. Por otra parte, las técnicas tradicionales pueden proveer de información sobre la hidrodinámica de la inyección en fluidos opacos en un solo punto del sistema, además de ser más accesibles y de fácil implementación. Sin embargo, debido a que las mediciones realizadas son locales, puede ser difícil obtener información del campo de flujo completo y por ende un mayor entendimiento del sistema, además de que, al requerir de un sensor para hacer las mediciones, provocan una modificación en el patrón de flujo, alterando los resultados.

En cuanto al tiempo de respuesta, es decir, el tiempo transcurrido desde la inyección hasta la obtención de una lectura de variación en el fluido, debe ser tomado en consideración en los resultados obtenidos por medio de las técnicas con sensores, mientras que en las técnicas de medición planar esto puede ser desestimado.

#### Consideraciones para medición del tiempo de mezclado

Diversos autores han estudiado distintas configuraciones para optimizar las mediciones de tiempo de mezclado. Chau-Jeng Su [23] reportó que en experimentos con modelos acuosos llevados a cabo por autores previos, se encontró que cuando el soplado se realiza a través de una tobera al fondo en el centro del modelo, el campo de flujo tiene forma simétrica y el mezclado no es óptimo; por otra parte, cuando la tobera se coloca alejada del centro, se obtiene un mejor mezclado debido a que el flujo es asimétrico y esto disminuye las zonas muertas dentro del sistema. En la **Figura 10** se muestran los patrones de flujo para diversas posiciones de inyección de gas.

En relación con experimentos de conductimetría Chau-Jeng Su [23] reporta que la posición en la cual se agrega el trazador también afecta la medición del tiempo de mezclado. El mezclado es mejor cuando éste se agrega en el centro de la inyección de gas.

Ajmani [23] estudió diversas posiciones de soplado y diversos flujos de gas, números de toberas y configuración de las toberas para medir el tiempo de mezclado en un modelo físico de una olla. En conclusión, el tiempo de mezclado decrece cuando el soplado se realiza por la parte superior y con un mayor flujo en inyección en el fondo. En cuanto al número de toberas, se encontró que el mezclado era mejor con 3 en vez de 4.

Zhongqiu [16] reportó que los tiempos de mezclado más grandes se encuentran en la vecindad del fondo del modelo debido a la presencia de zonas muertas, la presencia de este tipo de regiones dependiendo de la posición de la inyección se pueden observar en la **Figura 10**.



Figura 10. Líneas de corriente formadas en distintas localizaciones de la inyección de gas. A) Centro; B) 1 R; C) R/2. [14]

1.5.10 Técnicas de Medición del Tiempo de mezclado

# i. Fluorescencia Planar Inducida por Láser (PLIF)

Es una técnica de medición óptica no intrusiva utilizada para medir de forma instantánea mapas de campos de concentración completos o temperatura de flujos líquidos o gaseosos. [24]

Ventajas:

- No intrusiva debido a las concentraciones de trazador requeridas;
- Mediciones cuantitativas y precisas de concentración o campos de temperatura;
- En combinación con mediciones de velocidad, permite determinar propiedades de transporte experimentalmente (Flujo Reynolds, coeficientes de difusión turbulenta etc.) tanto locales como globales.

Esta técnica permite obtener la siguiente información:

- Campos de concentración instantáneos;
- Velocidad de flujo;
- Campos de temperatura y presión promedio en función del tiempo.

La relación entre la fluorescencia local F y la intensidad de excitación local I con la concentración local C de soluto está dada por **(Ec. 6)** [25]:

$$F \propto \frac{I}{I+I/I_{SAT}}C$$
 Ec. 6

Dónde: F= fluorescencia local

l= intensidad de excitación local I<sub>SAT</sub>= Intensidad de saturación del trazador

La saturación ocurre al excederse la tasa de desactivación del fluoróforo, lo que lleva a una relación no lineal entre F e I. Sin embargo, si I es mucho menor a ISAT, la excitación se considera débil y la relación se vuelve lineal **(Ec. 7)** [25]:

$$F \propto IC$$
 Ec. 7

Por medio de la **Ec. 7** se puede determinar la concentración local al medir F, sin embargo, I es desconocida y puede variar espacial y temporalmente según las concentraciones instantáneas en la trayectoria del rayo.



#### Figura 11. Arreglo de un sistema PLIF para experimentación. Adaptado de [26]

En la **Figura 11** se muestra un arreglo típico experimental de PLIF, así como el principio de funcionamiento. Un sistema PLIF requiere de una combinación adecuada de un trazador (o tinte) el cual se agrega al fluido, y de una fuente de iluminación (luz láser), cuya frecuencia sea cercana a la frecuencia de excitación del trazador.

Durante la experimentación, el láser utiliza una lente cilíndrica que ilumina un plano delgado en el fluido. El trazador, que se encuentra en concentraciones muy bajas (del orden de 1x10<sup>-12</sup>) absorbe cierta cantidad de luz a una longitud de onda corta, lo que provoca que se excite a un estado de energía electrónico mayor y al regresar al estado de energía menor, una parte del exceso de energía se libera en forma de luz a longitudes de onda mayores, lo que se conoce como *fluorescencia*. El proceso es inmediato (nanosegundos). Para detectar la fluorescencia inducida por el láser se implementa una cámara CCD (charged-coupled device camara) con un filtro de banda estrecha (550 nm), de manera que únicamente se registre la fluorescencia emitida por el trazador utilizado. El nivel de fluorescencia varía con la concentración, temperatura, etc. lo que se traduce en una variación en la intensidad de la luz en las imágenes obtenidas.

Para la determinación de un trazador adecuado, se considera importante que la separación entre su espectro de absorción y emisión sea grande y que la eficiencia cuántica sea elevada. También se considera el grado de sensibilidad de la fluorescencia a factores como pH y temperatura, susceptibilidad al fenómeno conocido como "Photobleaching" causado por la fuente de excitación y la linealidad de la fluorescencia con la concentración.

Para experimentos en medios acuosos, los trazadores deben ser ligeramente solubles en agua. Los más utilizados comúnmente son:

- Rodamina 6G (para mediciones de concentración)
- Rodamina B (mediciones de temperatura)
- Acetona (mediciones en flujos fase gaseosa)

La Rodamina 6G (C<sub>28</sub>H<sub>31</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) es un derivado del Xanteno en forma de cristales de color rojo, que pueden encontrarse en forma sólida o pulverizada, con las siguientes propiedades:

- Peso molecular: 479.01 g/mol
- Solubilidad en agua: 20,000 mg/l (H<sub>2</sub>O)
- Densidad: 1,26 g/cm<sup>3</sup>
- Λ Absorción máx.: 525 nm (H<sub>2</sub>O) [27]
- Λ Emisión máx.: 555 nm (H<sub>2</sub>O) [27]
- Rendimiento cuántico: 0.95 [28]

Además, se considera altamente resistente al fenómeno de Photobleaching (pérdida irreversible de la fluorescencia de un trazador debido a una modificación estructural causada por la exposición a una fuente de iluminación de alta intensidad [29]) además de tener poca afectación por variaciones de pH y temperatura a diferencia de otros trazadores como la Rhodamina B, por lo que no es la opción utilizada en estudios de variación de temperatura. [25]

En la **Figura 11** se observa que el sistema PLIF requiere un láser, con el cual debe tener una longitud de onda dentro de la banda de absorción del trazador. Se utilizan láseres de onda continua (CW Continuos Wave) de ion-argón de 488 y/o 514.5 nm como fuente de excitación para experimentos de PLIF reportados en mecánica de fluidos. También se utilizan láseres del tipo Nd:YAG con longitudes de onda de operación de 532 nm. Este tipo de láser tiene una calidad inferior de haz, y la potencia y distribución de éste puede variar de pulso en pulso. Como principal ventaja, los laser Nd:YAG tienen una potencia de salida, del orden de 10<sup>7</sup>W por pulso.
Sin embargo, esta alta potencia puede resultar conflictiva, ya que, si la intensidad de excitación del láser no es pequeña en relación con la intensidad de saturación del trazador, puede resultar en una relación no lineal entre la fluorescencia del trazador y la intensidad de excitación local, lo que puede tener un efecto significativo en láser pulsados ya que los tiempos de pulsos cortos pueden llevar a intensidades muy altas. Sin embargo, es posible realizar mediciones con PLIF a intensidades de excitación por encima del límite de excitación débil siempre y cuando el sistema sea ópticamente delgado, ya que en este caso la absorción del trazador no produce variaciones en la intensidad local de excitación y por ende la relación no lineal entre con la fluorescencia es discutible.

Por otra parte, se ha demostrado que la relación entre fluorescencia y concentración persiste a intensidades altas, por encima de la intensidad de saturación para varios tipos de trazador, lo cual facilita la calibración. [30]

Para el caso de la unidad de captura de datos, la cámara, en los inicios de la técnica se utilizaron cámaras tradicionales que permitían realizar un análisis cualitativo y cuantitativo (en forma digital. Desde hace 3 décadas, el uso de cámaras CCD (Charge Coupled Device o, en español, Dispositivo de Carga Acoplada) para adquisición de información de PLIF se ha establecido como norma, favoreciendo a las cámaras en la escala de grises debido a que la fluorescencia ocurre en una banda de longitud de onda estrecha.

Los aspectos más importantes a considerar son los siguientes [25]:

- Pixeles. El número de pixeles afecta la resolución espacial, puede variar desde 256x256 hasta 1,376x1,024.
- Profundidad de bits. Determina la intensidad de la resolución. La mayoría de las cámaras de PLIF son de 8 bits, pero se han utilizado hasta 10 bits para captar un rango más dinámico de concentraciones en el sistema.
- Frecuencia de captura. Determina la rapidez máxima de adquisición de imágenes (puede estar limitado a la capacidad de almacenamiento o memoria de la cámara). Para PLIF se utilizan valores de hasta 955 capturas por segundo.
- Sensibilidad del espectro de la cámara. La sensibilidad del chip de la CCD en la longitud de onda de la fluorescencia influencia el tiempo de exposición requerido para una cierta imagen.

La sensibilidad del detector CCD depende de la *eficiencia cuántica* del chip, la cantidad de fotones que deben incidir sobre cada detector para producir una corriente eléctrica. El número de electrones producido es proporcional a la cantidad de luz recibida (a diferencia de la fotografía convencional sobre negativo fotoquímico). Al final de la exposición los electrones producidos son transferidos de cada detector individual (*fotosite*) por una variación cíclica de un potencial eléctrico aplicada sobre bandas de semiconductores horizontales y aislados entre sí por una capa de SiO<sub>2</sub>. De este modo, el CCD se lee línea a línea, aunque existen numerosos diseños diferentes de detectores.

Generalmente se utiliza un filtro óptico de banda estrecha en el lente para captar únicamente las longitudes de onda de la fluorescencia del trazador.

Para la obtención de datos por medio de PLIF es necesario procesar las imágenes para corregir interferencias ópticas y para obtener una calibración que permita determinar tiempos de mezclado con base en concentraciones y tiempos conocidos. El proceso de calibración consiste en determinar una constante de calibración por cada pixel de la cámara. Utilizando esta relación, las imágenes de fluorescencia obtenidas por la cámara pueden ser convertidas a mapas de concentración o temperatura.

La calibración se realiza llevando a cabo la captura de imágenes de una concentración conocida de trazador la cual tendrá una intensidad de fluorescencia asignada, a la cual se le asigna un valor en la escala de grises para obtener una gráfica de valor en escala de grises contra concentración en el baño.

Durante la experimentación puede haber factores de diversa naturaleza que deben ser controlados para evitar que provoquen desviaciones en los resultados como se mencionó anteriormente. En la **Tabla 2** se muestra un resumen de las fuentes más comunes de desviación.

Categoría	Fuente
	Fluorescencia causada por el fondo
	Sensibilidad de fluorescencia a pH y
Trazador	temperatura
	Saturación de fluorescencia (excitación
	fuerte)
	Photobleaching
	Variación espacial del plano de luz
Excitación	Atenuación del láser por el fondo
	Atenuación del láser por trazador
	instantáneo
	Variación de potencia del láser entre
	disparos
Óptica	Refracción en las paredes o interfaces
Comoro	Compensaciones pixel a pixel
Camara	Variaciones pixel a pixel

Tabla 2. Causas comunes de desviación en los datos obtenidos. Adaptado de [25]

Algunas medidas que se utilizan para evitar la presencia de las desviaciones antes mencionadas son: el uso de cubiertas opacas alrededor del recipiente donde se lleva a cabo la experimentación, el control de luz exterior; utilización de un medio con pH y temperatura constantes; utilización del láser a una potencia constante menor a la de saturación; exposición limitada del fluido al haz de luz del láser; procesamiento de imágenes (enmascarado) para eliminación de reflejos, entre otras.

#### ii. Conductimetría

Esta técnica está basada en las mediciones físicas de conductividad eléctrica a través del tiempo con un electrodo de 2 o 4 celdas colocado en un punto de un contenedor agitado que contiene una solución de una sal conductora (KCl o NaCl) [21]



Figura 12. Esquema de arreglo para experimentos de conductimetría. Adaptado de [21]

Un electrodo está compuesto por un ánodo y un cátodo de un metal inerte. El electrodo se coloca en la solución a una temperatura constante y se activa con el voltaje, entonces los iones negativos se mueven hacia el ánodo mientras que los iones positivos se mueven hacia el cátodo. En la **Figura 12** se observa un arreglo típico para conductimetría. En el modelo físico se coloca el sensor o electrodo de medición y se inyecta el trazador el cual debe viajar desde este punto hasta el electrodo para que se registre un cambio en el adquisidor de datos, el cual estará asociado a un tiempo. Al procesar los datos adquiridos, se obtiene una curva como la mostrada en la **Figura 13**. Al convertir los valores de conductividad a valores adimensionales, y graficarlos contra el tiempo es posible determinar el tiempo de mezclado por este método gráfico, dependiendo del criterio de homogeneidad que se utilice, que por lo general es del 95%.



Figura 13. Curva de respuesta para estimación de Tiempo de mezclado. [16]

Algunas de las ventajas de esta técnica son la facilidad para efectuarla y la posibilidad de realizar varias pruebas en el mismo volumen de agua inicial hasta el punto en el que las mediciones sufren desviaciones por el incremento de concentración de electrolitos y al cambio significativo de densidad del líquido.

Krishnapisharody [31] analizó diversos estudios reportados por otros autores del tiempo de mezclado en modelos de ollas agitadas. En su análisis concluyeron que algunas de las observaciones reportadas no eran representativas del fenómeno de mezclado debido a ciertos errores en las mediciones. En su estudio establecen que cuando un trazador es inyectado cerca de un electrodo de medición, habrá un incremento en la conductividad en la vecindad del electrodo, lo que gráficamente se observa como valles y crestas antes de que la concentración en la zona llegue al equilibrio. También reporta que otra causa de variación en las mediciones puede deberse al diseño del electrodo y a la frecuencia de medición, a frecuencias de operación menores a 1kHz, los electrodos pueden sufrir efecto de polarización y por ende las mediciones de tiempo de mezclado pueden ser erróneas.

#### iii. pH-metría

El procedimiento para esta técnica es similar al de conductimetría. En este caso se registra el cambio de pH en el agua del modelo físico por la presencia de un trazador con pH ácido o básico. El trazador utilizado puede ser ya sea un ácido (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1M) o una base (NaOH 1M), el cual se inyecta en el baño agitado.

Para medir, se utiliza un pH-metro conectado a un adquisidor de datos, con el cual se calibra utilizado soluciones buffer (pH= 4, 10). Los experimentos se realizan en un arreglo como el mostrado en la **Figura 14**.



#### Figura 14. Esquema de arreglo para experimentos de pH-metría Adaptado de [21]

Después de un tiempo en el que el lector indica que se ha alcanzado una lectura estable con pocas variaciones, se neutraliza el agua con una solución ya sea ácida o básica y se realiza un nuevo experimento. El agua puede ser utilizada nuevamente, aunque en cierto punto la concentración de sales neutras será mayor lo que podría desvirtuar las mediciones e impedir tomar una lectura fiable debido a que la alta concentración de sales neutras altera las propiedades del fluido (densidad y viscosidad) de las cuales depende la fluidodinámica.

#### 1.5.11 Estado del Arte

Debido a la importancia del acero, la cual se discutió en secciones anteriores, desde hace varias décadas, investigadores han concentrado esfuerzo en el estudio de los fenómenos que involucran los procesos de fabricación de acero para optimizarlos y mejorar la relación entre el costo, el tiempo y la calidad de este material. Estos esfuerzos han incluido a la refinación secundaria y los procesos que conlleva los cuales han permitido mejorar la calidad del acero, y evitar otros procesos que incrementarían los otros dos factores: costo y tiempo. El Horno Olla, descrito anteriormente, es un reactor batch en el cual se lleva a cabo gran número de las operaciones consideradas dentro de la metalurgia secundaria y por ende ha sido objeto de estudio de diversos autores que han realizado experimentos para entender la dinámica de fluidos, los fenómenos de mezclado y los mecanismos de transporte que se llevan a cabo, entre otros temas. Sin embargo, este horno opera a elevadas temperaturas, y tanto el acero líquido como la capa de escoria formada durante los procesos de refinación son opacos lo cual limita la observación y el entendimiento de los fenómenos ocurridos dentro de éste. Debido a lo anterior, los investigadores han tenido que recurrir a modelos físicos, matemáticos y modelos combinados, los cuales se han convertido en una herramienta importante para estudiar los fenómenos físicos y químicos que se llevan a cabo en las distintas fases e interfases dentro de la olla.

Mazumdar y Guthrie [32] realizaron una primera revisión bibliográfica de los modelos físicos, matemáticos y combinados desarrollados (1975-1995) para sistemas agitados por medio de gas, debido a la gran diversidad de aplicaciones de la agitación en los procesos metalúrgicos, lo que hasta entonces, dio como resultado un gran número de información obtenida por investigadores que estudiaron los fenómenos ocurridos durante la agitación con diferentes enfoques. Posteriormente, Mazumdar y Evans realizaron una segunda revisión [31] de modelos macroscópicos de procesos agitados por gas enfocado en diversos temas relacionados con ollas agitadas. El enfoque principal de los estudios presentados en cuanto al mezclado es el desarrollo de correlaciones empíricas de tiempos de mezclado en términos de variables de operación clave como flujo de gas Q, radio del contenedor R y profundidad del líquido en la olla H, la mayoría llevados a cabo en configuraciones de inyección de gas axi-simétricas o centrales.

La revisión de la literatura que se presenta a continuación está basada en gran medida en las revisiones previamente mencionadas, por lo que se hará referencia a ellas en varios de los párrafos descritos a continuación, centrándose principalmente en los estudios relacionados a mediciones del tiempo de mezclado.

La invección de gas (Ar o  $N_2$ ) por medio de una boquilla en el baño de acero líquido induce un flujo recirculatorio turbulento del fluido por medio de la boyancia, lo cual tiene un efecto conocido en la rapidez de las reacciones químicas y la homogenización dentro del baño. Los procesos que se llevan a cabo en el baño son numerosos y complejos debido a su naturaleza multi dimensional (2-3 dimensiones) y multifásica (gas-metal-escoria). Para estudiar esto se han realizado experimentos en modelos físicos, enfocados principalmente en los siguientes aspectos de la inyección: dinámica de fluidos, mezclado y transporte de masa. En cuanto al tiempo de mezclado, Mazumdar y Guthrie [32] recogen diversas correlaciones publicadas por varios autores en trabajos experimentales anteriores de tiempos de mezclado en función de parámetros geométricos, propiedades físicas de los fluidos, y de las principales variables de operación, las cuales se muestran en la Tabla 3. La experimentación sobre los fenómenos de mezclado se ha realizado con diferentes condiciones para las variables de operación como flujo de gas, geometría del contenedor y configuraciones de boquilla y la medición de tiempos de mezclado se ha llevado a cabo con diversas técnicas. La diferencia entre las correlaciones presentadas en la Tabla 3 puede deberse a distintas causas como la razón de aspecto de forma, así como los flujos de gas aplicados, los cuales difieren de aquellos utilizados en las operaciones de refinación en ollas. En algunos análisis se ha incluido la energía de agitación inducida por el gas inyectado en las expresiones propuestas mientras que otros ignoran estas contribuciones. La energía cinética del gas se considera insignificante (-5%) para los flujos de gas y dimensiones de boquilla utilizados en la práctica, por lo que se considera que la energía potencial de las burbujas ascendentes es la dominante y la que gobierna la agitación. Por otra parte, se han propuestos diversas expresiones de estimados de aporte de energía potencial E las cuales consideran el trabajo realizado por la boyancia, y se ignoran las contribuciones del trabajo expansivo debido a la presión y los efectos de la temperatura, así como la transferencia de energía cinética del gas al líquido cerca de la inyección. Muchas de estas expresiones consideran la tasa de entrada de energía de agitación  $\mathcal{E}_m$ , y se formularon considerando la boyancia e ignorando contribuciones del trabajo expansivo debido a la presión y temperatura

cerca de la boquilla, así como la transferencia de energía cinética del gas al líquido cerca de la boquilla.

Investigadores	Técnica Exp.	Criterio Mezc.	Dimensiones y Masa flujo	Q (m3/min/T)	Correlación Tmix		
Nakanishi et al.	рН	Sin	L= 0.465m	0.015-0.06			
1995		Definir	D= 0.42m		Tmix=8008m <sup>-0.4</sup>		
			m= 64kg				
Asai et al. 1995	Conducti- metría	Conducti- metría	Conducti- metría	99%	D=0.405, 0.2 & 0.10 L/D= 0.5 a 1	0.019-0.90	Tmix=274 & 5 m <sup>-0.33</sup> L <sup>-1</sup> R <sup>1.36</sup>
			m= 52 kg (máx.) & 0.4 kg (min)				
Sinha &	pH-metría	97.70%	L= 0.48m	0.02-0.4			
McNallan 1995			D= 0.45m		Tmix=692 Em <sup>-0.89</sup>		
1000			m= 76kg				
Themelis &	Fotocelda	95%	L= 0.67m-1m	0.13-0.96			
Stapurewicz			D= 0.66m		Tmix=1648m -0.39L0.39		
1995			m= 310kg				
Mietz & Oeters 1995	Conducti- metría &	95%	L= 1.0m	0.038-0.29	Tmix=C <sub>1</sub> Q <sub>g-n</sub>		
		ia & rime- ía	D= 0.63m		C1, <i>n</i> función de punto de adición del trazador y localización del sensor		
	tría		m= 311kg				
Mazumdar &	Conducti- metría	nducti- 95% netría Bulk	L=0.5-1.1m	0.012-0.06	Tmix=378m- <sup>0.33</sup> L <sup>-1.0</sup> R <sup>1.66</sup>		
Guthrie			D= 1.12m				
1990			m=1000kg				
Krishnamurthy	Conducti- metría	99.90%	L= 1.0m-0.45m	0.11-2.67	Tmix=C <sub>1</sub> Q <sub>g</sub> -n		
et al.			D= 0.48m		C1, n en función de punto de		
1990			m= 81kg		adición del trazador y localización del sensor		
Sano y Mori 2004		Ecuaciór	n derivada teóricament	e	Tmix=174Q <sup>-0.33</sup> R <sup>1.33</sup> L <sup>-0.67</sup>		
Asai et al. 2004	99.90%		L= 0.2m		Tmix=187(p∟Q) <sup>-0.33</sup> R <sup>2.0</sup> L <sup>-1.0</sup>		
			D= 0.4m				
Neifer & Rodi 2004		95.00%	L= 0.64m		Tmix=1613(ρ <sub>g,n</sub> (ρ <sub>g,b</sub> ) <sup>-1</sup> Q) <sup>-</sup> 0.33 <b>p</b> 2.0μ -0.64		
			D= 0.64m				
Mazumdar &		95%	L= 0.93m				
Guthrie 2004		Bulk	D= 1.12m		'[mix=25.4Q <sup>-0.33</sup> R <sup>2.33</sup> L <sup>-1.0</sup>		

# Tabla 3. Condiciones experimentales y correlaciones de $\tau_{mix}$ reportadas por diversos investigadores.

Amaro et al. 2013	pH-metría 95%	a 95%	L= 0.37m	7-37 NI/min	$\begin{array}{l} Tmix=\!9.83N^{0.1025}\!\epsilon_{m}^{-0.364}(r(R^{-1}))^{-0.0051}(h_{s}(H)^{-1})^{0.004} \end{array}$
			D= 0.32m		
Mazumdar & Dhandapani	Conducti- metría	95%	L1= .70m; L2= .36m	1.3334×10 – 4	Tmix=112Q <sup>-0.33</sup> L <sup>-1.0</sup> R <sup>2.0</sup> (ΔL) <sup>0.3</sup> v <sub>s</sub> <sup>0.033</sup> (Δρ(ρl)) <sup>-0.044</sup>
2016			D1= .60m; L2=.30m	to 3.6667×10 - 4m3/s	
Patil et al. 2010	Conducti- metría	95%	L1= 0.21-0.30; L2= 0.48-0.60	0.166-0.83×10 - 4m3/s	Tmix=90Q <sup>-0.33</sup> L <sup>-1.0</sup> R <sup>2.0</sup> (ΔL) <sup>0.3</sup> v <sub>s</sub> <sup>0.033</sup> (Δρ(ρl)) <sup>-0.044</sup>
			D1=.30m; D2=0.60m	0.048-0.06 m3/s	

Donde:

- L<sub>m</sub>= Longitud del modelo
- D<sub>m</sub>= Diámetro del modelo
- m= masa de fluido
- Tmix= Tiempo de Mezclado
- Em= Energía de agitación específica
- R<sub>m</sub>= Radio del modelo
- Q= Flujo de gas
- C1, n= Constantes empíricas del sistema
- ρ<sub>L</sub>= Densidad del líquido
- $\rho_g$ = Densidad del gas
- N= Número de boquillas de inyección de gas en el modelo
- r(R-1) = Posición radial de boquillas en el modelo
- h<sub>s</sub>= Grosor de la capa de escoria
- H= Altura del baño líquido
- vs= Viscosidad cinemática de la capa de escoria

#### $\Delta L$ = Grosor de la capa de escoria

#### Δρ= Diferencia de densidad metal-escoria

Nakanishi [32] comparó tiempos de mezclado contra tasas de disipación de energía y propuso una correlación la cual indica que la forma y tamaño del modelo, así como el modo de introducción de energía no tienen influencia considerable en los fenómenos de mezclado. Esto fue refutado en años posteriores y actualmente se acepta que la geometría, el modo de entrada de energía, etc. si tienen influencia en los fenómenos de mezclado. Krishnamurthy [32] estudió el fenómeno del cambio en la relación funcional entre  $\mathcal{E}$  y T<sub>mix</sub> el cual atribuyó al movimiento provocado por las corrientes Eddy en la pluma en flujos grandes de gas (aportación grande de energía). Por el contrario, Asai sugirió que el cambio en esta relación funcional es el resultado de una transición de flujo laminar a totalmente turbulento. Ambos estudios indican que diferentes fenómenos hidrodinámicos se llevan a cabo en diferentes regímenes de operación. Varios investigadores [32] han reportado que el estado del mezclado en baños agitados por gas a ciertas condiciones de operación es una función de la adición de trazador y la localización de puntos de monitoreo. Esto se observó en flujos bajos de gas, independientemente del criterio para determinar el grado de mezclado.

En su mayoría, las correlaciones sugieren que el tiempo de mezclado decrece en una proporción del flujo de gas a la potencia 1/3. Por otra parte, existen variaciones en los exponentes de profundidad del líquido H y radio del contenedor R, así como grandes diferencias en las constantes debido a los criterios o definición de mezclado, estado estándar para los flujos de gas, localización de la inyección del trazador y el sensor de medición, etc. que varían entre cada estudio.

Sano y Mori [31] derivaron una expresión para el tiempo de circulación a través de un balance de energía, considerando que los tiempos de mezclado perfectos son 3 veces el tiempo de circulación. El modelo fue validado a través de datos experimentales a nivel industrial. Por otra parte, las correlaciones reportadas por otros investigadores son principalmente empíricas, derivadas de información experimental de tiempos de mezclado en diversas condiciones de operación. A través de experimentación se confirmó la relación entre el tiempo de mezclado y la potencia del flujo de gas, de igual forma la dependencia entre el tiempo de mezclado y la

profundidad del líquido. Mazumdar y Guthrie [31] examinaron la exactitud de varias correlaciones desde el punto de vista de homogeneidad dimensional y sugirieron una nueva correlación de tiempos de mezclado y variables operativas basados en el teorema  $\pi$ .

Las correlaciones anteriores son válidas para inyección de gas axi-simétrica y no considera una fase superior, aunque se sabe que la presencia de una capa de escoria superior incrementa el tiempo de mezclado. A su vez, se sabe que el número y posición de tapones afecta el mezclado. Las correlaciones anteriores no describen los fenómenos de mezclado en sistemas agitados a altas temperaturas.



## Figura 15. Relaciones funcionales reportadas para T<sub>mix</sub> según la posición del sensor en el modelo. [32]

En la **Figura 15** se observan las diferentes relaciones funcionales de acuerdo al fenómeno de mezclado gobernante en diferentes puntos de localización del modelo. Se observa que, en combinación, la localización del sensor y el punto de adición del trazador tienen una influencia significativa en la medición de tiempos de mezclado. Por el contrario, Krishnamurthy [32] sugirió que hay un solo tiempo de mezclado característico para todo el sistema para una serie de condiciones de operación dadas siempre y cuando se aplique un criterio de 99.5% de homogeneidad para el tiempo de mezclado. Sin embargo, la agitación empleada para los experimentos fue mucho más intensa que la utilizada en la experimentación de otros autores

como Mietz y Oters o Mazumdar y Guthrie [32] por lo que se considera que, a grandes flujos en un modelo pequeño, el mezclado es uniforme en todas las zonas. Sin embargo, a flujos menores y en modelos más grandes, particularmente cuando el sensor está cerca de la base (posiblemente en una zona muerta), el tiempo de mezclado será diferente al variar la posición de medición.

Se han realizado experimentos [32] para caracterizar los fenómenos de mezclado en términos de convección o de difusión por corrientes Eddy. Nakanishi [32] sugirió que el mezclado en reactores metalúrgicos se lleva a cabo por difusión de corrientes Eddy más que por circulación del seno del fluido. Mazumdar y Guthrie [32] demostraron que el mezclado es resultado de una acción combinada entre la recirculación del seno del fluido y fenómenos de difusión Eddy en igual proporción.

Sano y Mori, Asai y Mazumdar y Guthrie [32] encontraron distintas relaciones para describir los fenómenos de mezclado en función de las variables de operación las cuales establecen que los tiempos de mezclado son inversamente proporcionales a la altura del líquido en el contenedor, que se incrementa con el radio del contenedor y que decrece en una tercera parte del aporte de energía.

Stapurewicz y Themelis [32] estudiaron el efecto en el mezclado de distintos dispositivos de inyección de gas (toberas y tapón poroso) y confirmaron que no tienen efecto sobre el mezclado.

Haida [32] investigó los efectos de una capa superior de escoria en el mezclado del seno del fluido y encontró que los tiempos de mezclado medidos con una escoria simulada son diferentes a aquellos medidos sin escoria. Lo anterior se debe a que la capa superior de escoria disipa una parte de la energía de agitación aportada, por lo que los tiempos de mezclado son mayores a aquellos sin escoria.

En cuanto al escalamiento, varios autores [32] han demostrado que los tiempos de mezclado pueden expresarse en función de  $\mathcal{E}_m$  y un factor de escalación ( $M_1/\rho_1$ )<sup>-0.66</sup> (donde M1= peso del líquido;  $\rho_1$ = Densidad del líquido). Asai [32] sugirió que los experimentos deben llevarse a cabo en modelos de geometría similar para establecer una relación funcional entre  $\mathcal{E}_m$ , profundidad del líquido y tiempos de mezclado. Neifer [31] propuso una correlación para

tiempos de mezclado en relación con la proporción de densidad del gas que puede ser aplicada a estimados de tiempos de mezclado en modelos y en sistemas a escala completa.

Recientemente Amaro [33] estudió los efectos de las propiedades físicas de la escoria en términos de los tiempos de mezclado, área de superficie expuesta y rapidez de disipación de energía por medio de un modelo físico con diferente número de boquillas y diferente arreglo. Los tiempos de mezclado se midieron con la técnica de pH-metría y se concluyó que los fenómenos de mezclado son directamente proporcionales al grosor de la capa de escoria superior y al número de boquillas e inversamente proporcional al flujo de gas. La ecuación de Amaro indica que el tiempo de mezclado disminuye al disminuir el número de boquillas de inyección, así como la capa de escoria, y al aumentar la tasa de entrada de energía específica (o flujo de gas). También disminuye el tiempo de mezclado al colocar las boquillas en una posición radial de r/R=0.5.

Patil y Satish [13] estudiaron los fenómenos de mezclado en modelos con escoria. Se utilizaron dos modelos de diferente diámetro agitados por aire introducido por dos boquillas al fondo colocadas de forma diametralmente opuesta en una posición R/2. El tiempo de mezclado fue medido mediante la técnica de conductimetría utilizando un trazador (NaCl, KCl o H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) con un criterio del 95%. Las variables estudiadas fueron flujo de gas, profundidad del líquido, grosor de capa de escoria y propiedades físicas de la capa superior (escoria). Se encontró que las propiedades físicas de la capa de escoria como son densidad y viscosidad, tienen poca influencia en el tiempo del mezclado del seno del fluido, siendo el grosor de dicha capa la que tiene mayor afectación en este tiempo. Además, se concluye que es posible correlacionar modelos de ollas agitadas por medio de gas con y sin capa de escoria y que el escalamiento de un modelo sin capa de escoria es aplicable a un modelo con una capa definida. Finalmente se puede mencionar el trabajo de Mazumdar y Dhandapani [34], los cuales midieron el tiempo de mezclado y el ojo de escoria en dos modelos de gas con invección por boquilla en el fondo en posición R/2 con capa de escoria para deducir el régimen de inyección de argón óptima para agitación con gas en ollas. Se encontró que el tiempo de mezclado disminuía con respecto de la geometría y el flujo, y a su vez que éste se incrementa al incrementar el grosor de la capa de escoria.

42

## 2.1 Metodología

El objetivo de los experimentos realizados fue la determinación del tiempo de mezclado utilizando 2 técnicas tradicionales, conductimetría y pH-metría, así como la técnica de PLIF en un modelo físico de una olla de refinación secundaria. Además, se realizaron experimentos con la técnica de PIV para determinar patrones de flujo para conocer la trayectoria del flujo dentro del modelo, así como las disrupciones causadas por la presencia de los sensores de pH metría y conductimetría. El flujo de gas (Q), la posición de la inyección de gas, así como la posición de inyección del trazador se mantuvieron constantes. Se estudió la técnica de medición del tiempo de mezclado y la presencia o ausencia del sensor en el patrón de flujo del modelo físico.

Previo a realizar los experimentos para medir tiempo de mezclado con PLIF y los patrones de flujo con PIV, se alineó el sistema con el plano de medición objetivo utilizando el láser con un 26% del total de la potencia del mismo, lo anterior es necesario para poder establecer un plano de medición constante con base en el modelo físico.

En la **Figura 16** se muestran un esquema del arreglo experimental utilizado en la realización de las mediciones.





### 2.1.1 Elementos del arreglo experimental

A continuación, se describen los elementos que componen el arreglo experimental utilizado (**Figura 16**).

## i. Tanque (modelo físico) con instrumentación complementaria

Para la experimentación se utilizó un modelo físico fabricado con polimetilmetacrilato, el cual tiene forma cilíndrica con una chaqueta de acrílico exterior, para corregir la distorsión óptica creada por el cambio de propiedades entre el aire y el agua, diseñado a partir de un prototipo

de 200 toneladas utilizado en la industria con un factor de escalación de 1/6, el cual fue utilizado a temperatura y presión ambientales. En el caso de las mediciones realizadas con PLIF y los experimentos con PIV, se utilizaron fondos negros para mejorar el contraste en las imágenes, evitar reflejos que interfieran en las mediciones y facilitar la visualización con el láser.

En la Tabla 4 se muestran las dimensiones tanto del prototipo como del modelo físico utilizado.

Tabla 4. Dimensiones del prototipo y del modelo físico experimental (cm).

	Altura Total	Altura del Baño	Diámetro (D)
	(H)	(H)	
Prototipo (olla	373.6	246	322.6
200 ton)			
Modelo	60.3	47.8	52.8

El volumen de agua calculado para el baño fue de 102 litros.

Para calcular el factor de escalamiento geométrica  $\lambda$  se utiliza la siguiente expresión (**Ec. 3** previamente descrita):

$$\lambda = (\frac{Dm}{Dp})$$
 Ec. 3

Donde:

D<sub>m</sub>= Diámetro del modelo físico

D<sub>p</sub>= Diámetro de la olla industrial sobre la cual se escala (olla 200 ton)

De acuerdo a las dimensiones mostradas en la Tabla 4:

$$\boldsymbol{\lambda} = \left(\frac{Dm}{Dp}\right) = \frac{52.8 \ cm}{322.6 \ cm} = .1615$$

Para comprobar la similitud cinemática se consideran las propiedades físicas entre el acero líquido a 1600 °C y el agua a 20 °C (ver **Tabla 5**) para calcular la viscosidad cinemática *v* de acuerdo a la siguiente expresión (**Ec. 5**, previamente descrita):

$$\nu = \frac{\mu}{\rho}$$
 Ec. 5

Donde:

µ= Viscosidad

ρ= Densidad

Tabla 5. Propiedades físicas del acero líquido (1600 °C) y del agua (20°C).

	Densidad ρ (kgm <sup>-3</sup> )	Viscosidad µ (kgms <sup>-1</sup> )	v (m²s)
Acero líquido	7.1x10 <sup>3</sup>	6.5x10 <sup>-3</sup>	0.915x10 <sup>-6</sup>
Agua	1x10 <sup>3</sup>	1x10 <sup>-3</sup>	1x10 <sup>-6</sup>

De acuerdo a la Tabla 5:

 $\nu_{acero\ líquido} = \frac{\mu}{\rho} \left(\frac{m^2}{s}\right) = \frac{6.5 \times 10^{-3}}{7.1 \times 10^3} = 0.915 \times 10^{-6} \text{ (m}^2\text{s)}$  $\nu_{agua} = \frac{\mu}{\rho} \left(\frac{m^2}{s}\right) = \frac{1 \times 10^{-3}}{1 \times 10^3} = 1 \times 10^{-6} \text{ (m}^2\text{s)}$ 

Para el escalamiento del flujo de gas a utilizar en el modelo físico a fin de cumplimentar la similitud dinámica, se utilizó la siguiente expresión basada en el número de Froude modificado:

$$Q_{m} = \lambda^{2.5} Q_{p} \qquad \qquad Ec. 8$$

Donde:

Q<sub>m</sub>= Magnitud de flujo de gas en el modelo físico;

 $\lambda$ = Factor de escalación geométrico;

Q<sub>p</sub>= Magnitud de flujo de gas en el prototipo (olla).

Considerando un flujo para operación a nivel industrial de 1959.44 lpm, utilizando la **Ec. 8** se tiene lo siguiente:

 $Q_m = (.1615)^{2.5}(1959.44) = 20.54 \text{ lpm}$ 

A partir de la **Ec. 8** se obtuvo una magnitud de flujo de 20.54 lpm de gas, lo cual se tradujo en una lectura de 77 mm en la escala del flujómetro para realizar las mediciones y mantener el flujo constante.

La instrumentación del tanque consistió en los siguientes elementos:

- Compresor de aire con regulador Powermate;
- Flujómetro Cole-Parmer;
- Manguera de conexión;
- Boquilla con punta de 0.7 cm

Para los experimentos de conductimetría y pH-metría se añadieron los siguientes elementos:

Sensor (dependiendo de la medición);
Adquisidor (microprocesador) de datos.

En la **Figura 17** se muestran las posiciones de inyección de trazador (**P1**), la posición del sensor de medición para técnicas tradicionales y PIV (**P2**) y la posición de inyección de aire (**I**). La inyección de flujo de aire Q se realizó por medio de una boquilla colocada en la parte inferior en el eje axial de simetría del modelo a fin de formar una pluma en el centro con expansión radial; esta posición (**I**) se mantuvo constante. La posición de la inyección de trazadores (dependiendo de la técnica utilizada), se mantuvo constante al centro R sobre el vórtice de la pluma para estudiar el movimiento del trazador en una zona de turbulencia. La posición de los sensores se mantuvo en R/2 en la vecindad de la pluma formada por la inyección de gas para conocer el efecto de la intrusión del mismo en el flujo.



Figura 17. Esquema posiciones de inyección de gas (I), de trazador (P1) y posición del sensor (P2) en el modelo.

Las mediciones de PLIF y los experimentos de PIV se tomaron en diferentes planos de medición respecto de la posición del láser y la cámara. En la **Figura 18** se muestra un esquema de cada uno de ellos.



A B C Figura 18. Planos de medición para Experimentos de PLIF y PIV A) Plano 1 – Centro B) Plano 2 en 1 R y C) Plano 3 en R/2.

## ii. Láser

Como fuente de iluminación, se utilizó un láser pulsado Nd:YAG de la marca Dantec Dynamics (**Figura 19**) el cual genera un haz de luz de 532 nm y con una potencia de salida de 150 W con el que se genera un plano de luz con un espesor de 3 mm. El láser se colocó en una posición perpendicular al eje se simetría del modelo físico como se observa en el arreglo experimental (**Figura 16**).



Figura 19. Fuente de iluminación (láser) utilizada en la experimentación. [35]

### iii. Cámara

### • Cámara para conductimetría, pH-metría y PLIF.

Para los experimentos realizados con las técnicas antes mencionadas, se utilizó una cámara CMOS Canon modelo REBEL EOS T5 para tomar los videos de PLIF. En la **Tabla 6** se muestran las especificaciones generales de esta cámara. [36]

Velocidad (FPS)	Resolución (MP)	Tamaño de archivo	Tamaño pixel (µm²)	Memoria (GB)
1,380	18	Hasta 5184x3456	4.3	8

Sensor de Imagen	CMOS* de 18 megapíxeles
Procesador de	DIGIC 4 para videos de Alta Definición
Imagen	
FPS continuos	Hasta 3

\*CMOS (Complementary metal oxide semiconductor) = Circuitos utilizados como alternativa digital a los CCD, y utilizados en cámaras digitales.

En la Figura 20 se muestra una imagen ilustrativa de la cámara:



Figura 20. Cámara Canon REBEL EOS T5

## Cámara PIV

Para la captura de imágenes en las técnicas de PIV y LIF se requiere una cámara cuya resolución sea la máxima posible a una alta frecuencia debido a la alta velocidad a la que ocurren los fenómenos, y a la corta duración de las pruebas. Para la adquisición de videos de los experimentos con la técnica PIV se utilizó una cámara de alta velocidad SpeedSense producida por Dantec Dynamics la cual se sincronizó con el pulso del láser a una frecuencia de 1000 Hz y un obturador mecánico, así como con el software de análisis de imágenes DynamicStudio. La cámara SpeedSense perteneciente a la serie 320 cuenta con las especificaciones técnicas resumidas en la **Tabla 7** [37].

Velocidad	Resolución	Resolución	Tamaño	Profundidad	Memoria
(FPS)	(MP)	sensor	pixel	pixel	(GB)
		(Pixel x	(µm)	(bit)	
		pixel)			
1,380	2	1,920x1,200	1,400	10	2

## Tabla 7. Especificaciones de la cámara SpeedSense serie 320.

Como se observa en la **Tabla 7**, la cámara SpeedSense de alta velocidad únicamente cuenta con una capacidad de almacenamiento de 2GB, lo cual restringe su uso para aplicaciones en las cuales se requiera una gran cantidad de memoria, como lo fue el caso de PLIF, en el cual se requería grabar un mínimo de 60 segundos de video, lo cual excedía la capacidad de almacenamiento de la memoria de dicha cámara (18s). Por esta razón se utilizó la alternativa digital de la cámara Canon Rebel modelo EOS T5 con un almacenamiento de 8 GB (**Tabla 6**).

En la **Figura 21** se muestra una imagen ilustrativa de las cámaras SpeedSense serie M de Dantec Dynamics:



Figura 21. Cámara SpeedSense serie M [37]

Para ambas cámaras se utilizó un filtro óptico de 570 nm con la finalidad de bloquear la luz con longitudes de onda inferiores a aquella de la fluorescencia del trazador y disminuir la captación del brillo de las partículas para evitar desviaciones en las mediciones por estas causas.

Ambas cámaras se colocaron de forma perpendicular al modelo físico como se observa en la **Figura 16**. En el caso de los experimentos de PLIF y PIV la cámara se posicionó de forma que la pluma quedara en el centro de la imagen. En el caso de los experimentos con técnicas tradicionales, la cámara se posicionó de forma que el adquisidor de datos quedara centrado en la imagen.

## iv. Computadora con software y sincronizador

Para la sincronización de la cámara con el láser, así como para la calibración, adquisición y procesamiento de imágenes de PIV, se utilizó el software DynamicStudio, que es el software principal para adquisición de imágenes y análisis con las herramientas necesarias para procesamiento de la información adquirida durante el experimento. Este software es distribuido por Dantec Dynamics.

Para el procesamiento de datos adquiridos de conductimetría y pH-metría se utilizaron los siguientes programas:

- Software para conversión Free Video to JPG Converter para obtención de imágenes para análisis;
- Microsoft Excel
- Matlab®

Para la calibración, adquisición y procesamiento de imágenes de PLIF se utilizaron los siguientes programas:

- Software para conversión Free Video to JPG Converter para obtención de imágenes para análisis;
- Software XNConverter para edición de imágenes;
- Matlab®

## 2.1.2 Experimentos para medición de Tiempos de Mezclado.

Los tiempos de mezclado se midieron con 3 técnicas, el procedimiento se explica a continuación.

## a. Técnicas Tradicionales: pH-metría y Conductimetría.

La experimentación se realizó utilizando un microprocesador de la marca Hanna Instruments modelo **H1 2550**.

En la Tabla 8 se muestran las características para cada técnica.

Técnica	Modelo Sensor	Precisión (según manual de uso)
рН	HI 1131B con cuerpo de vidrio y cable de 1m	±0.01 pH ± 0.002 pH
Conductimetría	HI 76310	$\pm$ 1% de lectura ( $\pm$ 0.05 $\mu$ S/cm o 1 dígito, lo que sea mayor)

## Tabla 8. Especificaciones de sensores de medición para cada técnica.

### pH-metría

Para llevar a cabo los experimentos de pH-metría se utilizó el arreglo experimental mostrado en la **Figura 16** con el sensor de medición descrito en la **Tabla 8** para pH y el microprocesador modelo **H1 2550**.

Para preparar el modelo físico, se agregaron 102 lt de agua destilada y se colocó el sensor en la "posición del sensor" según se muestra en la **Figura 17**, a una profundidad aproximada de 5 cm en R/2. Diversos autores han mencionado que, por convención, el sensor de medición se coloca en una zona donde el movimiento del fluido es mínimo de acuerdo a las trayectorias esperadas del flujo (**Figura 10**) para disminuir la perturbación del flujo, sin embargo, en el presente trabajo, el sensor se coloca en una zona de mayor flujo para determinar la afectación en la fluidodinámica del mismo. Posteriormente se inició la inyección de gas manteniendo el flujo en 20.54 lpm en la escala del flujómetro por un tiempo aproximado de 1 minuto y bajo estas condiciones se realizó la calibración del sensor de acuerdo a las instrucciones del proveedor, así como los experimentos siguientes. En la **Figura 22** se muestra la comparación entre la zona de colocación del sensor utilizada convencionalmente, y la zona donde se colocó el sensor en los experimentos del presente trabajo.



## Figura 22. Posición del sensor de medición en el modelo físico; 1) Posición utilizada en el presente trabajo; 2) Posición utilizada convencionalmente.

La lectura inicial para cada experimento fue de pH=6.73 en promedio con una incertidumbre de +/- 0.3, y partiendo de esta medición, se agregó como trazador un volumen de 10 ml de una solución NaOH 1M en el centro de la pluma o "posición de adición de trazador" como se indica en la **Figura 17** de forma instantánea. El burbujeo de aire se mantuvo un tiempo aproximado de dos minutos hasta considerar que el equilibrio se alcanzó dentro del sistema por no haber cambios representativos en la lectura del microprocesador. Para la obtención de datos, se colocó una cámara Canon Rebel EOS T5 sin filtro frente al modelo físico y al microprocesador para obtener en video las lecturas de pH.

Al término del experimento se realizó una neutralización utilizando una solución de HCI 1M hasta alcanzar nuevamente una lectura de pH cercana al 6. Se realizaron 4 repeticiones únicamente, ya que después de este número, las probabilidades de obtener desviaciones en la medición se incrementaban por la presencia de sales neutras dentro del sistema, formadas a partir de las soluciones de NaOH y HCI y que modifican las propiedades físicas del agua, especialmente la densidad. Las réplicas se realizaron para asegurar la reproducibilidad de los resultados bajo las mismas condiciones.

#### Conductimetría

Para los experimentos de Conductimetría se utilizó el arreglo experimental mostrado en la **Figura 17** con el sensor de medición descrito en la **Tabla 8** para Conductimetría y el microprocesador modelo **H1 2550**.

Para preparar el modelo físico, se agregaron 102 lt de agua destilada y nuevamente se colocó en sensor en la "posición del sensor" mostrada en la **Figura 17**, a una profundidad aproximada de 5 cm en R/2 (**Figura 22**).

La lectura inicial de conductividad fue de 7.6  $\mu$ S, y partiendo de esta medición, se agregó como trazador un volumen de 10 ml de una solución trazadora de NaCl 1M en el centro de la pluma o "posición de adición de trazador" como se indica en la **Figura 17** de forma instantánea. El burbujeo de aire se mantuvo un tiempo aproximado de 2 minutos hasta considerar que el equilibrio se alcanzó dentro del sistema por no haber cambios representativos en la lectura del microprocesador. Se realizaron 4 repeticiones únicamente, ya que después de este número, las probabilidades de obtener desviaciones en la medición se incrementaban por la acumulación de sales dentro del sistema, a pesar de que la conductividad presenta un comportamiento prácticamente lineal con el incremento en la concentración. La lectura inicial incrementó tras cada repetición, pero el  $\Delta$  de conductividad se mantuvo en un promedio de 37.9  $\mu$ S con una desviación de +/- 0.5.

Para la obtención de datos de ambas técnicas se colocó una cámara Canon Rebel EOS T5 sin filtro frente al modelo físico y al microprocesador para obtener en video la lectura en la pantalla del adquisidor, las cuales aumentaban a partir de la inyección.

#### Procesamiento de resultados para las técnicas tradicionales

Para el análisis de datos de los 4 experimentos de ambas técnicas se realizó el siguiente procedimiento:

Por medio del software de conversión de videos Free Video to JPG Converter se obtuvieron imágenes a partir de los videos capturados con la cámara, utilizando la opción de extracción de imágenes, considerando 1 imagen por cada 0.1 segundos de video. Una vez extraídas las imágenes, se registraron las lecturas del adquisidor de datos (y) por cada tiempo (x) en un libro de Excel. A continuación, los datos de se convirtieron a concentración utilizando las siguientes ecuaciones.

Para pH (Ec. 9):

Para conductimetría se utilizó la siguiente regresión (**Ec. 10** obtenida a partir de los datos de conductividad a diferentes concentraciones para NaCl):

$$y = 2x10^{-10}x^2 + 5x10^{-5}x + 0.0253$$
 Ec. 10  
(R<sup>2</sup> = 0.9997)

Los valores obtenidos por el sensor se procesan y convierten en información de concentración versus tiempo. Para este caso, se mide la concentración inicial y final y se utiliza la siguiente **Ec. 11** [38]:

$$Ci = \frac{C(t) - C0}{C - C0}$$
 Ec. 11

Dónde

C<sub>0</sub>= Concentración inicial del trazador

C= Concentración final

C (t)= Concentración del trazador a un tiempo t

El tiempo de mezclado se determina cuando las fluctuaciones de concentración son menores a 5% lo que se conoce como criterio del mezclado al 95% (Ci=0.95) con lo cual se obtiene un gráfico de concentración adimensional contra tiempo (**Figura 9**).

A partir de los datos computados se obtuvieron gráficos de concentración adimensional versus tiempo. Para el cálculo de los tiempos de mezclado se utilizó el software Matlab®. Para pH se utilizó el código desarrollado en el grupo de trabajo denominado "pHTmixCalc" (**Anexo A**); para los datos de conductimetría se utilizó el código "CondTmixCalc" (**Anexo B**). De esta forma se obtuvieron tiempos de mezclado para los experimentos realizados.

#### b. PLIF

Para los experimentos de PLIF se utilizó el arreglo experimental mostrado en la **Figura 16** con los elementos de fuente de iluminación y cámara CMOS descritos en este mismo capítulo. Previo a la realización de los experimentos se confirmó que el sistema se encontrara alineado. Todas las mediciones se realizaron en el plano de medición 3 (**Figura 18C**).

Antes de realizar los experimentos, la técnica PLIF requiere que se realice una calibración, ya que la intensidad de la fluorescencia es proporcional a la concentración del trazador, para establecer una relación lineal entre ambas. En el caso del presente trabajo se realizó una calibración con agua destilada (AD), así como una calibración con agua sin destilar o de la llave (AL) para verificar la viabilidad de esta última como alternativa barata del agua destilada en futuros experimentos. Para comenzar, se llenó el modelo con agua hasta una altura de 47.8 cm y se conectó la manguera de aire con la boquilla por la parte inferior del tanque. Se inició la agitación manteniendo el flujo de gas en 20.54 lpm, lo cual fue constante durante toda la experimentación y se mantuvo por espacio de 2 minutos. Primero se tomó un video de 3 segundos sin Rodamina 6G para tener la concentración 0 o blanco. Después se inyectó una solución de Rodamina 6G con una concentración de 1 µg/L por medio de una jeringa en el centro de la pluma, o posición de invección P1 (Figura 17) en forma instantánea, o en pulso, al baño sin agitar. Se retomó la agitación durante un tiempo de 2 min para homogenizar el trazador en todo el baño. Transcurrido este tiempo y ya sin agitación, utilizando la cámara CMOS se tomó video del modelo durante 3 segundos con la potencia del láser al 50%. En la Tabla 9 se muestra el total de puntos realizados por cada calibración para ambos fluidos (AD y AL).

Calibración	Total Rodamina 6G(ml)
Agua Destilada	40
(AD)	
Agua Corriente	60
(AL)	

#### Tabla 9. Cantidad total de ml de Rodamina agregados por cada calibración.

## Calibración PLIF

Para obtener los datos se realizó el procedimiento descrito en la Figura 23.



## Figura 23. Procedimiento de obtención y análisis da datos para Calibración de PLIF.

Por medio del software de conversión de videos Free Video to JPG Converter se obtuvieron imágenes a partir de los videos capturados con la cámara, utilizando la opción de extracción de imágenes, considerando 1 imagen por cada 0.1 segundo de video. Posteriormente, con el software de edición de imágenes XNConverter se realizaron los siguientes ajustes a la imagen:

- Redimensionamiento de imágenes.
- Enmascarado de imágenes para eliminar ruido y delimitar zonas de interés.
- Asignación de valores en la escala de gris por cada pixel en la imagen.

Lo anterior se realizó para todas las imágenes obtenidas de cada punto de ambas calibraciones.

Para obtener una gráfica, se realizó un mallado de 100x100 en cada imagen para asignar valores en la escala de grises (0-255) a cada cuadrante de la imagen y se utilizó el código de Matlab® "Calib.PLIF" (**Anexo 1C**) para obtener un gráfico de calibración *in situ* de intensidad de señal (intensidad de iluminación) en escala de grises para cada cuadrante de la imagen para obtener una superficie de calibración. Lo anterior se realizó debido a las desviaciones encontradas en la gráfica de calibración lineal, sobre lo cual se profundizará en el siguiente capítulo.

Para la realización de los experimentos PLIF, nuevamente se comprobó la alineación del sistema, se llenó el modelo físico con agua destilada, y se mantuvo la agitación a un flujo de 20.54 LPM con el flujómetro por 1 minuto previo a la inyección. Transcurrido este tiempo se inyectaron 10 ml de solución de Rodamina 6G con una concentración de 1 µg/L por medio de una jeringa en el centro de la pluma, o posición de inyección P1 (**Figura 17**) en forma instantánea, o en pulso, al baño con agitación y se proyectó un haz de luz por medio del láser descrito anteriormente con una potencia de 75%. Utilizando la cámara EOS se tomó video del sistema agitado por espacio de 2 minutos. Posteriormente, utilizando la concentración ya existente de Rodamina 6G (10 ml) como concentración inicial, se inyectaron 10 ml más siguiendo el mismo procedimiento descrito para la primera inyección. El experimento de realizó por triplicado para comprobar la repetibilidad de los resultados. En la **Tabla 10** se muestra el resumen de los experimentos realizados:

No.	Nombre	Rodamina (ml)	Volumen de trazador inicial	Volumen de trazador final
			(ml)	(ml)
1	11	10	0	10
2	12	10	10	20
3	21	10	0	10
4	22	10	10	20
5	31	10	0	10
6	32	10	10	20

Tabla 10. Matriz de experimentos realizados con PLIF.

## Procesamiento de datos obtenidos por medio de PLIF

Para el análisis de los datos, se repitió el procedimiento de extracción de imágenes utilizado en la calibración, el cual se muestra en la **Figura 24**.



### Figura 24. Procedimiento de obtención y análisis de datos para experimentos de PLIF.

Por medio del software de conversión de videos Free Video to JPG Converter se obtuvieron imágenes a partir de los videos capturados con la cámara, utilizando la opción de extracción de imágenes, considerando 1 imagen por cada 0.1 segundo de video. Posteriormente, con el software de edición de imágenes XNConverter se realizaron los siguientes ajustes a la imagen:

- Redimensionamiento de imágenes.
- Enmascarado de imágenes para eliminar ruido y obtener zonas de interés.
- Asignación de valores en la escala de gris.

Utilizando un código de Matlab® "AnálisisPLIF" (**Anexo D**) se obtuvieron valores numéricos de concentración por medio de la calibración realizada anteriormente, tanto de agua destilada como de agua de la llave. En la **Tabla 11** se muestran las comparaciones realizadas.

Tabla 11 Datos experimentales procesado con calibraciones realizadas con dos
tipos de agua

Nombre	Experimento	Curva de Calibración
ADAD	Agua destilada	Agua destilada
ALAL	Agua de la Ilave	Agua de la llave
ALAD	Agua de la Ilave	Agua destilada

Por medio de Excel se realizaron las curvas de Concentración vs. tiempo y el Tmix se calculó por medio de Matlab® tomando un criterio de homogeneidad del 95%

## c. PIV

Dentro de los métodos desarrollados en los últimos años para la medición de campos de velocidad en un fluido por medio del procesamiento de imágenes digital se encuentra la técnica de Velocimetría por Imágenes de Partículas PIV (Particle Image Velocimetry) que es una técnica óptica laser de medición no intrusiva utilizada como herramienta para el estudio de flujo, turbulencia, micro fluidos, atomización en spray y procesos de combustión la cual provee mediciones de vectores de velocidad instantáneos en una sección trasversal de flujo que resulta en un mapa de velocidad en tiempo real. [39]

La técnica PIV presenta las siguientes ventajas:

- No intrusiva;
- Mide dos o tres componentes de velocidad simultáneamente;

- Permite obtener información estadística y correlaciones espaciales;
- Rango de velocidad de 0 a supersónica;
- Las áreas de medición pueden variar desde <1mm<sup>2</sup> hasta >1m<sup>2</sup>;
- Mapas de vectores de velocidad instantáneos en una sección del flujo;
- Resultados similares a dinámica de fluidos computacional (simulación de corrientes de Eddy).

Elementos de un arreglo PIV para experimentación.



Figura 25. Arreglo de un sistema PIV para experimentación. Adaptado de [39]

Como se observa en la **Figura 25**, un sistema PIV requiere de varios elementos. Como **a**) fuente de iluminación, para lo cual generalmente se utiliza un láser con una lente cilíndrica, puesto que permite formar un abanico de luz. Para la adquisición de imágenes con una separación de tiempo del orden de microsegundos se utiliza una **b**) cámara CCD en la cual la imagen expuesta por el primer pulso del láser se transfiere rápidamente al chip de la cámara donde cada pixel tiene su propio sitio de almacenamiento en el área sensible a la luz del chip

de la cámara. Cuando se lleva a cabo la segunda exposición, ambas imágenes se transfieren a la computadora. Para sembrar el flujo se utilizan partículas de poliestireno o poliamida en el rango de 5 µm a 100 µm.

Posteriormente los datos obtenidos son analizados con **c)** software especializado por medio de una PC sincronizada con el láser y la cámara.

La medición de patrones de flujo mediante PIV se rige bajo el siguiente principio: un plano de luz láser ilumina un flujo cargado de partículas trazadoras (poliamida 5-100 µm) (**Figura 26**) con un abanico de luz, lo cual promueve el reflejo luminoso de las partículas en el plano de imagen de una lente. El lente de una cámara CCD captura las imágenes del área de estudio y las envía al conjunto de sensores de una cámara digital, la cual es capaz de capturar cada pulso de luz en marcos de imagen separados. El disparo de la cámara se encuentra sincronizada con el pulso del láser por medio de una unidad de adquisición y control.



Figura 26. Imagen de un flujo cargado de partículas iluminado por medio de luz láser. Adaptado de [40] El principio del PIV está basado en la siguiente Ec. 12 [41]:

$$\overline{V} = rac{\overline{\Delta x}}{\Delta t}$$
 Ec. 12

La secuencia de dos pulsos de luz se registra con un tiempo conocido ∆t por lo que se puede identificar, "correlacionar", la posición de cada partícula en ambos tiempos (t1 y t2). Con un mallado, se divide cada una de las imágenes en sub secciones pequeñas llamadas "áreas de interrogación (IA)". La localización de una señal pico de la correlación del plano corresponde a la dislocación más probable de la partícula en la IA. El número de partículas en el flujo tiene relevancia en la obtención de una buena señal pico. Por regla general, se deben ver de 10 a 25 imágenes de partículas en cada área de interrogación. La velocidad del sub pixel de dislocación se obtiene usando una función gaussiana al pico de la correlación y encontrando la localización máxima exacta.

Las áreas de interrogación de cada cuadro de imagen presentan una correlación cruzada entre ellas y al realizar la misma correlación en todas las IA, se genera un campo de vectores del promedio de los desplazamientos de las partículas. Por medio de esta técnica estadística, se busca encontrar las partículas de la primera imagen "F1" en "F2" y producir un vector de desplazamiento  $\Delta X$ . El desplazamiento con mayor probabilidad de ocurrencia se identifica mediante un valor pico en la correlación cruzada. Lo anterior se repite para todas las áreas de interrogación. Al dividir los valores de desplazamiento entre el  $\Delta t$  conocido, se obtiene un campo de vectores de vectores de velocidad [41], [38].

En la Ec. 13 se presenta la fórmula para correlación cruzada normalizada [42]:

$$r_{(F1,F2)} = \frac{1}{Np-1} \sum_{[} \frac{(F1(x,y) - \overline{F1})(F2(x,y) - \overline{F2})}{\sigma_{F1}\sigma_{F2}} ]$$
 Ec. 13

Donde:

F1 () y F2(): áreas de interrogación

 $\overline{F1}$  y  $\overline{F2}$ : valor promedio del área de interrogación

σ<sub>F1</sub> y σ<sub>F2</sub>: desviación estándar del área de interrogación

Np: Número de pixeles
Para realizar la experimentación de PIV se utilizó el arreglo experimental mostrado en la **Figura 16** con los elementos de fuente de iluminación y cámara CCD SpeedSense 320 descritos en este mismo capítulo. Previo a la realización de los experimentos se confirmó que el sistema se encontrara alineado, y se agregaron 102 litros de agua destilada al modelo, así como una cantidad suficiente de partículas trazadoras de poliamida. Las mediciones se realizaron en distintos planos de medición (**Figura 18 A- C**) con los sensores utilizados en las técnicas tradicionales en la posición del sensor P2 (**Figura 17**) para evaluar su efecto en el fluido por medio de los resultados obtenidos mediante esta técnica. En la **Tabla 12** se muestra la matriz experimental.

Experimento	Plano	Sensor
1	1 o 2	NA
2	3	NA
3	1	pH-metría
4	2	pH-metría
5	3	pH-metría
6	1	Conductimetría
7	2	Conductimetría
8	3	Conductimetría

Tabla 12. Matriz experimental de PIV

Una vez que el modelo se encontró listo, se inició la agitación y a continuación se disparó el haz del láser (potencia 75%) sobre el plano designado de acuerdo a la **Tabla 12**. En el caso de los primeros 2 experimentos, no se agregaron partículas trazadoras. El láser se sincronizó con el software de adquisición de imágenes en el cual se definió una frecuencia de 1000 Hz durante 2 segundos.

Posterior a la adquisición se utilizó la herramienta de Análisis del Software. El Sistema de Adquisición de Imágenes de DynamicStudio se configura con los parámetros deseados y permite adquirir, previsualizar y guardar la información mediante el módulo 80S58 2D PIV el cual puede realizar los siguientes análisis:

- Correlaciones cruzadas
- Correlaciones promedio
- Rutas de validación de PIV
- Visualización de vectores y estadísticas
- Sustracción de vectores

El hardware adquisidor que controla la cámara y el sistema de iluminación (láser) se instaló en el mismo equipo de cómputo en el que se instaló el Software de procesamiento de datos, así como el software de sincronización, de manera que se encuentran sincronizados para adquirir la información por medio de una unidad que genera un disparador para la cámara, fuente de luz y shutter.

El software DynamicStudio puede utilizarse en 2 modos distintos: modo normal para análisis de información y Modo de Adquisición. En la interfaz de modo Adquisidor se pueden especificar diversos parámetros como velocidad de captura y número de imágenes a capturar, lo cual es importante para el procesamiento posterior. [42]

## **Calibración PIV**

Para el correcto procesamiento de datos se realizó una calibración del software para lo cual se tomó una imagen con una distancia conocida en centímetros y se definió para referencia del resto de las imágenes (ΔX).

### Procesamiento de datos obtenidos por medio de PIV

El software DynamicStudio tiene un módulo para procesamiento de imágenes PIV el cual cuenta con las siguientes características.

- Un enfoque Lagrangiano para cálculo de velocidad
- Cálculo de vectores
- Provee historial Lagrangiano de movimiento de partículas

Para el análisis de las imágenes obtenidas se utilizaron las siguientes herramientas:

- Correlación Cruzada

Como se indicó en la sección de procesamiento de imagen, la correlación cruzada permitió analizar IA (Áreas de Interrogación en las imágenes) y formar campos de vectores.

## - Enmascarar imagen

Se removieron regiones de no interés para definir una máscara aplicable al resto de las imágenes.

- Validación Máxima

Se establecieron valores mínimos y máximos para identificar vectores inválidos. Esta validación compara vectores individuales con vectores locales en la vecindad de un área definida de vectores. Cuando se detecta un vector falso, este es removido y reemplazado por un vector calculado por la interpolación local de los vectores presentes en el área.

- Filtro promedio

Se utilizó para filtrar mapas de vectores por medio de un promedio aritmético de los vectores vecinos.

- Estadística de vectores

Se utilizó para obtener estadísticas a partir de múltiples mapas de velocidad de vector. Los resultados se muestran gráficamente como un mapa de vectores de velocidades de vector promedio en el tiempo.

Como resultado se obtuvieron:

- Mapas de vectores de velocidad instantáneos (patrones de flujo);
- Contornos de velocidad;
- Contornos de energía cinética turbulenta;
- Líneas de corriente.
- Valores promedio de velocidad y de energía cinética turbulenta, además de la desviación estándar de los mismos.

Todo lo anterior complementa los resultados obtenidos con PLIF para el entendimiento de la fluidodinámica en el modelo físico estudiado.

## CAPITULO 3 | Resultados y Análisis

## 3.1 Corrección de Imágenes adquiridas

La calibración y experimentos de PLIF se realizaron de acuerdo a las condiciones descritas en el capítulo anterior. A partir de las grabaciones obtenidas mediante la cámara fotográfica, se realizó la segmentación del video cada 0.1 segundos por medio del software Free video to jpg Converter. Como resultado se obtuvieron imágenes como la que se muestra en la **Figura 27A**.



Figura 27. Imagen obtenida a partir de las grabaciones de experimentos PLIF; A) Imagen sin tratamiento; B) Imagen de zona de interés.

Como se observa, en la imagen hay elementos que pueden causar errores en la medición de la intensidad de fluorescencia y provocar desviaciones en el comportamiento lineal con la concentración. Como se indica en la **Tabla 1**, una de estas causas es de origen óptico, por lo cual es necesario dar un tratamiento a la imagen, y definir la zona de interés para realizar el análisis. Lo anterior se realizó por medio del software XNConverter, mediante el cual las imágenes se editaron, en primera instancia se realizó una reducción de tamaño para para eliminar el área circundante al modelo así como la parte superior sobre la superficie del baño; posteriormente, las imágenes se enmascararon a fin de desestimar elementos de ruido en la fluorescencia, por ejemplo, la presencia de reflejos del láser en la interfase de la superficie libre,

lo cual no es despreciable y puede llevar a una estimación errónea de la intensidad de fluorescencia, y por ende a un error en la estimación de la concentración; otro elemento de ruido podría ser la sombra provocada por la presencia de rayas o basura en las paredes del modelo. Sin embargo, la fuente de ruido en la medición más grande en el sistema se debe a la inyección de gas, ya que las burbujas de aire, al pasar por el plano iluminado, provocan una reflexión (luces y sombras) en el plano observado, que puede causar zonas de menor intensidad de fluorescencia. A fin de evitar este efecto, se realizaron las mediciones de PLIF en el Plano 3 (ver **Figura 18**), el cual es normal a la posición de inyección sobre el eje z y por lo tanto no considera errores por esta causa.

Posterior a este tratamiento, se obtuvieron imágenes como la que se muestra en la **Figura 27 B**, la cual se encuentra delimitada a la zona del baño en el modelo, plano de iluminación del láser, en la cual aún se aprecia la totalidad de la pluma hasta su encuentro con la superficie libre. Estas imágenes ya editadas se convirtieron a escala de grises para obtener un valor relacionado con la intensidad de fluorescencia que es proporcional a la concentración del trazador y por ende a la concentración local.

#### 3.2 Calibración PLIF

Para el análisis de resultados se realizó previamente una serie de experimentos de calibración tanto con agua destilada como con agua corriente obtenida directo de una toma de agua del laboratorio para establecer una relación lineal entre el valor de la escala de grises de cada imagen con la concentración del trazador. Además, la calibración permitió compensar otros factores de desviación como el ruido causado por el sobrecalentamiento del procesador de la cámara, así como el mismo reflejo del láser en el fondo del modelo, o imagen de fondo.

En la **Figura 28** se observa la curva obtenida para la calibración con agua destilada de acuerdo a la intensidad de fluorescencia en el plano según la concentración de trazador añadida. El comportamiento lineal es el esperado bajo las condiciones experimentales, sin embargo, se aprecia que la dispersión de cada punto incrementa considerablemente desde el segundo punto en la gráfica a pesar de tener la tendencia esperada, lo cual puede resultar en un traslape en la determinación de un valor de concentración determinado, lo cual puede causar

una desviación considerable en los datos analizados y por ende un error en la determinación del tiempo de mezclado.



Figura 28. Curva de calibración para PLIF con agua destilada (AD).

La dispersión elevada de la curva de calibración en la **Figura 28** se debe a un error propio de la iluminación con el láser, ya que es una curva global (plano completo), en la cual se considera toda una imagen como un solo punto en la gráfica, es decir, un solo valor de concentración, sin embargo, como se puede apreciar en la **Figura 27 B**, en un mismo plano se pueden definir diferentes zonas con distintas tonalidades o intensidades de luz dentro de la misma, lo cual provoca esta desviación. Lo anterior sucede debido a que la distribución de intensidad de iluminación del láser, o haz del láser tiene una distribución de sección cruzada, en un perfil perpendicular al eje del haz cuando se forma el plano de luz lo que provoca que se concentre en el área del centro del plano. [12]

Debido a esta no uniformidad de iluminación y a la consecuente heterogeneidad en una misma imagen, se decidió realizar un mallado del plano de medición de 100x100 para realizar la calibración de cuadrantes de un área mucho menor e independientes uno de otro en todo el plano mediante el software MatLab®.



Figura 29. Superficie de calibración PLIF con agua destilada (AD)

Así, a cada cuadrante se le asignó un valor de 0-255 de acuerdo a la escala de grises y se graficó con respecto a la su posición en el eje X y en Y para obtener un gráfico de superficie de color como el que se muestra en la **Figura 29**.



Figura 30. Curva de calibración in situ para agua destilada (AD).

A partir de la **Figura 29** fue posible obtener gráficas de calibración para cada cuadrante para los experimentos con agua destilada como la que se muestra en la **Figura 30**, la cual corresponde a una posición (0.5, 0.5) de la **Figura 29**. Se observa una disminución considerable en la dispersión de cada punto, lo cual disminuye la probabilidad de un traslape en la obtención de datos de concentración, y por lo tanto una precisión mucho mayor en la determinación de la concentración que corresponde a cada imagen de los experimentos realizados

A su vez, se realizó una calibración con agua de la llave para estudiar el comportamiento de la curva y su factibilidad como fluido de estudio en subsecuentes experimentos. El procedimiento de calibración y análisis fue el mismo que para el agua destilada, de lo cual se obtuvo la curva que se muestra en la **Figura 31**.



Figura 31. Curva de calibración para PLIF con agua de la llave (AL).

Se observa que, al inicio, la curva tiene un comportamiento similar al de la **Figura 28**, sin embargo, al llegar a un punto de mayor concentración, esta tendencia se pierde y se vuelve impredecible, e inclusive se observa un punto en el cual la intensidad de fluorescencia es casi igual a aquella al inicio de los experimentos, a pesar de tener una concentración tres veces mayor de Rodamina 6G. Asimismo, la desviación entre los puntos de calibración es

considerable, por lo cual se realizó el mismo procedimiento para obtener una superficie de calibración (Figura 32) y posteriormente una curva de calibración para cada cuadrante (Figura 33).



Figura 32. Superficie de calibración para PLIF con agua de la llave (AL).



Figura 33. Curva de calibración in situ para agua de la llave (AL)

En la **Figura 33** se observa una disminución de la dispersión, sin embargo, aún se observa un traslape entre los puntos de calibración, es decir, una calibración no exitosa.

En la curva de calibración global, superficie de calibración y curva de calibración por cuadrante utilizando agua de la llave se observa que no existe una tendencia lineal en la relación de concentración e intensidad de la fluorescencia aún a pesar de la corrección con el mallado de la imagen, lo anterior se piensa que sucede debido a que, como pudo observarse durante la fase experimental, existen elementos en el agua de la llave en una proporción mayor a aquella del agua destilada, que reaccionan con la Rhodamina 6G, que es un compuesto orgánico, formando complejos que presumiblemente no presentan la misma fluorescencia que el trazador o directamente no poseen esa propiedad, y por ende no emiten la misma luminosidad al interactuar con la luz del láser, lo cual provoca una desviación en la medición. En la **Figura 34** se muestra una imagen obtenida al momento de la aparición de estos complejos, la cual ha sido editada para aumentar el contraste y poder hacer visible el compuesto mencionado.



Figura 34. Imagen de los complejos formados en el baño líquido durante la calibración con agua de la llave.

La existencia de elementos metálicos en concentración elevada en el agua de la llave se comprobó realizando análisis químicos por medio de espectroscopia de emisión por plasma de acoplamiento inductivo en el laboratorio de análisis químico vía húmeda de la Facultad de Química (Edificio D). También se analizó una muestra de agua destilada como comparativo. En la **Tabla 13-14** se muestran los resultados obtenidos para ambas muestras:

Agua Destilada (AD)				
Analito	Concentración (mg/l)	Desv. Est.		
Са	-0.018	±0.0013		
Mg	-0.013	±0.0004		
Sr	-0.002	±0.0000		
Na	-0.073	±0.0042		
K	-0.012	±0.0006		
Si	10.61	±0.198		

Tabla 13. Resultados del análisis por Plasma ICP para Agua Destilada (AD).

Los resultados de concentración (mg/l) están basados en una comparación realizada entre la concentración de la muestra y una calibración del equipo de medición por lo cual se puede decir que los resultados en negativo son prácticamente una concentración 0.

Agua Llave (AL)				
Analito	Desv. Est.			
Ca	8.954	±0.1916		
Mg	10.58	±0.1200		
Sr	0.172	±0.0035		
Na	13.04	±0.3560		
K	3.101	±0.0484		
Si	11.3	±0.4550		

Tabla 14. Resultados del análisis por Plasma ICP para Agua Llave (Al).

Comparando las Tablas anteriores, se observa que para el Agua Destilada **(Tabla 13)** la concentración de elementos analizados es muy baja tal y como se espera para este tipo de agua (a excepción del Si cuya medición fue de 10.61mg/L). Por otro lado, para el agua de llave

(Tabla 14) se observa una alta concentración de los elementos analizados, principalmente Na, Mg y Ca que son elementos conocidos por estar presentes en el agua dura. De acuerdo a estudios realizados con soluciones de Rodamina 6G en presencia de distintos cationes, se encontró que su fluorescencia puede ser afectada al oxidarse en presencia de compuestos como sales de Potasio (KIO<sub>4</sub>) debido a la destrucción de su estructura molecular lo que provoca una desaparición de la fluorescencia, la reacción es por lo general muy lenta, pero puede acelerarse en la presencia de iones como Mn<sup>2+</sup> el cual cataliza la reacción. Asimismo, se ha encontrado que la presencia de iones de Sodio puede provocar una disminución en la fluorescencia, aunque en menor proporción. [43] [44]

#### 3.3 Resultados PLIF

Una vez realizada la calibración se procedió a realizar la experimentación con la técnica PLIF según el procedimiento descrito en el Capítulo 2 del presente trabajo.

Como se mencionó al principio de este capítulo, se obtuvieron grabaciones de video de las cuales se extrajeron imágenes en un determinado ∆t en el video para observar el progreso del trazador dentro del fluido. En la **Figura 35a** se muestra una de las imágenes obtenidas del plano de medición en la cual se puede ver claramente la segregación del trazador en el baño con diferente intensidad de fluorescencia, lo que se traduce en variación de tonalidades en la imagen. Por medio de los valores de concentración obtenidos a partir de las curvas de calibración en cada cuadrante (ejemplo en **Figura 30**) se construyeron mapas de concentración instantáneos basados en estos resultados, utilizando un código (**Anexo D**) escrito con el software Matlab® cuya función fue asociar los valores leídos en la luminosidad en cada posición dentro de la imagen con valores de concentración a través de las curvas de calibración obtenidas para cada cuadrante. Como resultado se obtuvieron mapas de concentración instantáneos asociados a cada una de las imágenes obtenidas de la experimentación, en la **Figura 35b** se muestra el mapa de concentración en partes por trillón asociado a la imagen extraída del video sin procesar.





Lo anterior se realizó para cada uno de los experimentos descritos en la matriz experimental de PLIF (Tabla 10), en la cual se observa que en cada repetición se realizó una segunda adición de trazador, lo anterior para tener información sobre el efecto de iniciar una medición con una concentración de Rodamina 6G diferente a 0. En la Figura 36 se observan las imágenes obtenidas del plano de medición, Figuras 36 A-C para una primera adición (concentración inicial de trazador de 0ppt) en t=0s, 7.6s y 121 s; y para Figuras 36 D-F para una segunda adición (concentración inicial de trazador de 0.1ppt).



## Figura 36. Imágenes instantáneas obtenidas por medio de PLIF a distintos tiempos para diferente concentración inicial de Rodamina 6G.

La serie muestra imágenes en ambas condiciones de concentración inicial a distintos tiempos. La primera columna muestra las imágenes correspondientes al inicio del experimento (inyección del trazador), la segunda columna corresponde a imágenes al término de la primera recirculación cuando existe una segregación del trazador en todo el baño y la tercera columna muestra la última imagen obtenida antes del fin del tiempo de grabación del experimento, es decir cuando ya se considera que el mezclado está completo.

Como se puede observar, existe una diferencia en la intensidad de fluorescencia entre ambas adiciones, principalmente en el inicio y durante la distribución del trazador, lo cual es un comportamiento esperado y que permite diferenciar que la concentración varía en función de la cantidad de trazador presente, por lo que podrían obtenerse resultados adecuados, siempre y cuando se considere que, debido a la concentración elevada de trazador, la misma luminosidad del fluido podrá provocar desviaciones ópticas al reflejar luz e inducir ruido como burbujas provenientes de la pluma o sombras debido a detalles en la pared del modelo, lo cual debe tomarse en cuenta. En la última imagen es posible apreciar una diferencia, sin embargo, no es tan evidente aun cuando se sabe que la concentración de equilibrio es distinta para ambas. En la **Figura 37** se muestran los mapas de concentración final para cada adición.



# Figura 37. Mapas de concentración final para diferente concentración de equilibrio. A) concentración inicial de trazador de 0.1ppt; B) concentración inicial de trazador de 0.2ppt.

En los mapas de concentración presentados, es posible observar con mayor facilidad que la concentración final es distinta, lo anterior gracias a que la curva de calibración puede detectar estas diferencias aun cuando visualmente no sea tan evidente. Por lo anterior se puede decir que es posible realizar una adición secundaria siempre y cuando la concentración de equilibrio no exceda aquella para la cual se ha calibrado. En el caso del presente trabajo, la concentración máxima en la calibración fue de 0.4 ppt (Figura 30) por lo que una segunda adición pudo medirse sin problema, no así una tercera, la cual habría excedido este punto límite de concentración usado en la calibración, a partir del cual ya no habría sido posible obtener concentraciones.

#### **3.4** Cálculo tiempo de mezclado

#### Gráfico de Concentración vs. Tiempo

Los tiempos de mezclado se obtuvieron a partir de las mediciones realizadas con las técnicas de pH-metría, conductimetría y PLIF de acuerdo a las condiciones descritas en el capítulo anterior.

Para las técnicas tradicionales, se realizaron experimentos utilizando condiciones constantes de flujo y temperatura. En ambos casos, las mediciones obtenidas por medio del adquisidor de datos se convirtieron a concentración según el procedimiento descrito anteriormente, y a su vez, la concentración se convirtió a un valor adimensional para tener un mismo orden de magnitud en todos los resultados obtenidos y de esta forma poder obtener una gráfica en función del tiempo con propósitos de comparación. En la **Figura 38** se observa el gráfico resultante a partir de los datos de pH y conductividad, así como los datos de PLIF obtenidos de acuerdo al procedimiento descrito en la **Figura 24**. En esta figura se pueden observar las curvas para cada una de las técnicas realizadas, así como el T<sub>mix</sub> indicado de acuerdo al criterio de homogeneidad seleccionado para este trabajo (95%). Para calcularlo se considera que el T<sub>mix</sub> es el primer valor de X (tiempo) correspondiente a un valor de 0.95 < Y (concentración adimensional) < 1.05, es decir, el punto en el que la concentración entra dentro del criterio establecido y no sale del mismo.



81

Figura 38. Gráfica de Concentración (adimensional) vs. Tiempo (s)

En la figura anterior (**Figura 38**), para la curva de pH, se puede observar que el pH se mantiene en un valor inicial, a partir del cual aumenta, disminuye nuevamente y vuelve a aumentar hasta alcanzar un valor constante. El primer valor en X correspondiente al primer valor en Y que cumple con el criterio establecido es muy pequeño, lo que indica que el T<sub>mix</sub> es de aproximadamente 4.9 segundos, que es considerablemente corto considerando el flujo de agitación (20.54 lpm de aire) que es un flujo mediano según los parámetros de operación normales, y considerando el tamaño del modelo. Este tiempo corto de mezclado obtenido, denota que la posición del sensor P2 es muy cercana a la posición de inyección P1 y que la agitación mueve el trazador rápidamente de forma radial fuera de la zona de la pluma, y debido a que la pH-metría es un método de medición local no óptico, no es posible comprobar que en realidad el trazador se ha dispersado en todo el modelo de forma global, es decir, que en toda la olla se cumpla el criterio de mezclado químico.

A partir de la curva de conductimetría se puede estimar un Tmix de 82s. Contrario a lo obtenido por la técnica de pH-metría, este tiempo de mezclado se considera demasiado largo, además de que gráficamente no es posible distinguir el momento de la inyección que, como se observa en las otras curvas, se representa como un pico en un tiempo corto. Dado que los experimentos de conductimetría se realizaron bajo las mismas condiciones que la pH-metría (mismo flujo, misma posición de inyección de aire, misma posición de inyección trazador, misma posición del sensor; P,T cte.) este retraso en la detección del trazador no se debe a las condiciones de operación sino a la forma del sensor, ya que este , a pesar de tener el mismo tamaño del sensor de pH-metría, tiene un principio de funcionamiento distinto, por lo que el sensor de conductimetría tiene una punta de medición diferente, la cual se muestra en la **Figura 39**.



#### Figura 39. Sensor de conductimetría utilizado en la experimentación.

Un conductímetro mide la conductividad eléctrica de los iones en una disolución que se encuentra entre dos electrodos. A diferencia de un pH-metro no se trata de una medición de contacto en la superficie de la punta del sensor, sino que es necesario que la disolución se introduzca por los orificios que se observan en el punto A y fluya hasta el punto B (distancia aproximada de 5 cm) para poder obtener una lectura. Como se observa en la **Figura 39**, el área de entrada para el fluido en el punto A es muy reducida, por lo que la detección del trazador en el baño no es inmediata, además de que, al encontrarse cerca de la superficie, hay una menor cantidad de fluido en esta interfase, lo que disminuye la posibilidad de medición. Comparando con el sensor de pH, el cual tiene una membrana en la punta que realiza la medición al contacto, esta técnica dio resultados del tiempo de mezclado mucho mayores en todas las repeticiones realizadas.

La curva resultante de los experimentos de PLIF con agua destilada muestra un comportamiento similar a la correspondiente a los datos de pH. Se observa un incremento inicial súbito de concentración, lo cual se infiere que corresponde a la inyección de trazador, en este caso Rodamina 6G, seguido de una disminución de la concentración lo cual es una posible primera recirculación. El segundo pico de concentración observado a los 11 segundos, puede suponer una segunda recirculación en la cual el trazador se mueve aun como un paquete de alta concentración. A partir de este segundo vórtice, se aprecia una disminución en la concentración, por lo cual se infiere que a este tiempo (11 segundos) el trazador se encuentra segregado en el fluido a cierta distancia del punto de

inyección. El tiempo de mezclado es de aproximadamente de 23 segundos (considerando un criterio del 95% de homogeneidad) a partir del cual, la curva (concentración) desciende hasta mostrar un comportamiento constante (equilibrio), en este punto la curva de PLIF concuerda con la curva de pH metría, sin embargo, se aprecia una cantidad de ruido mucho mayor en la primera, lo anterior debido a que, al ser una técnica óptica, PLIF es afectado por factores de ruido que se han descrito al inicio de este capítulo, por ejemplo la presencia de la pluma en las imágenes aun cuando las mediciones se realizaron en un plano diferente a la inyección de gas. Estos factores afectan la determinación de los valores de concentración en cada punto y pueden ser los causantes de este comportamiento variante.

Como se mencionó anteriormente en la **Tabla 11**, además de realizar experimentos PLIF con agua destilada, también se realizaron con agua de la llave a fin de poder verificar la posibilidad de obtener datos de concentración contra tiempo para construir gráficos como el de la **Figura 38** y a su vez obtener tiempos de mezclado coherentes. Sin embargo, como se explicó anteriormente en este capítulo, la calibración realizada para los experimentos con agua de la llave no presentó el comportamiento esperado y requerido para poder obtener datos que pudieran utilizarse para los fines deseados. Debido a que la curva de calibración de agua de la llave **(Figura 33)** no mostró un comportamiento lineal, al momento de analizar las imágenes obtenidas, no se obtuvieron resultados coherentes, y la gráfica de la evolución de soluto en el tiempo mostró una línea constante debido a la forma de la curva de calibración, lo cual no describe correctamente la dispersión de soluto convectiva y turbulenta en el baño. Debido a lo anterior, es posible descartar la factibilidad de presentar datos de estos experimentos para determinar el tiempo de mezclado, pues no representan el comportamiento esperado en un modelo físico.

Al observar la situación anterior, se decidió probar una segunda opción, la cual consistió en analizar los datos obtenidos con experimentos que emplearon agua de la llave como fluido en el modelo, contra la curva de calibración obtenida para agua destilada (Figura 30) a fin de comprobar si mediante esta acción era posible mitigar el error asociado a la lectura de los puntos de la curva de calibración y su desviación (en adelante experimentos ALAD). Realizando este procedimiento fue posible obtener resultados, con lo cual se construyeron curvas de concentración en función del tiempo, las cuales se muestran en la Figura 40.



Figura 40. Gráfico de concentración vs. tiempo para experimentos PLIF.

Al igual que los experimentos con agua destilada, se realizaron 3 series con una primera y segunda adición. En la figura anterior (**Figura 40**) se presentan los resultados para la primera adición. Se observa que en todos los casos hay un incremento súbito de concentración correspondiente al momento de la inyección de trazador, con un descenso subsecuente y un nuevo incremento representado por un pico en la curva, esta tendencia es representativa de una recirculación. Se aprecia que posterior a este comportamiento la concentración tiende al equilibrio, sin embargo, a partir de un cierto tiempo, igual para todos los casos, la curva comienza a descender suavemente hasta llegar a formar una pendiente negativa, lo cual indica un decremento en la concentración. Con el conocimiento previo sobre el comportamiento del trazador en agua de la llave se puede intuir que este punto representa el comienzo de la formación de los compuestos mencionados anteriormente debido a las especies presentes en este fluido cuya intensidad de fluorescencia es diferente a la de la Rhodamina 6G sin reaccionar, y en esta figura se puede ver la afectación que tiene en cuanto a los resultados que se pueden obtener a partir de experimentos realizados con agua de la llave, es decir, no representan fielmente el comportamiento esperado en el modelo físico y por lo tanto, no tienen una

aplicación experimental, al menos dentro de los límites de concentración de trazador utilizados en el presente trabajo. Se observó el mismo comportamiento para la segunda adición en cada experimento.

## Tiempos de mezclado calculados.

Con los gráficos construidos a partir de los datos obtenidos de la experimentación realizada, se calcularon tiempos de mezclado promedio utilizando el código "cálculo de Tmix" (**Anexo A-B-D**) en Matlab®, Los resultados se muestran en la **Tabla 15.** 

Técnica	T <sub>mix</sub> prom. (s)	Desv. Std.	Desv. Std. (%)
Conductimetría	100.14	± 51.33	51.25
pH-metría	4.44	± 1.07	24.09
PLIF Agua Destilada	22.41	± 1.43	6.38

Tabla 15. Tiempos de mezclado promedio para cada técnica.

Los resultados mostrados en la Tabla anterior (Tabla 15) comprueban las observaciones de tiempo de mezclado observadas en la Figura 34. El tiempo obtenido a partir de los datos de conductimetría es muy elevado y con una desviación muy alta, por lo cual puede desestimarse como el tiempo de mezclado correcto para este modelo, mientras que el tiempo de mezclado para resultados de pH nuevamente es muy corto y puede no representar el comportamiento de mezclado global en el modelo. sino únicamente el del punto local de la posición del sensor, principalmente considerando que en el modelo existen zonas de mezclado lento (zonas muertas). Finalmente, el tiempo de mezclado obtenido a partir de PLIF presenta una similitud con los tiempos esperados para un modelo con las dimensiones, geometría y condiciones de operación del modelo utilizado, lo cual se comprobando calculando los tiempo de mezclado utilizando las correlaciones mostradas en la Tabla 3, seleccionando las reportadas por Asai (1995), Themelis (1995) y Asai (2004), por tener condiciones de operación similares, mediante las cuales se obtuvieron tiempos de mezclado de 29.65s, 31.56s y 38.84s respectivamente, resultados más cercanos al obtenido mediante la técnica PLIF. Además como una ventaja de esta técnica, mediante los mapas de concentración obtenidos a partir de las imágenes del experimento es posible confirmar el resultado de manera visual, lo cual se discutirá más adelante, mientras que en pH no se tiene esta posibilidad. Comparando la técnica de PLIF con pH se puede apreciar que existe una gran variación entre lo obtenido en una técnica local y una técnica global de medición del sistema, en donde se deben tomar en cuenta los fenómenos hidrodinámicos que suceden alrededor de la localización del sensor, mientras que en la técnica no intrusiva se considera un plano entero de medición sin modificar los patrones de flujo en el modelo. En el caso de los experimentos de PLIF en los que se realizó una segunda adición, los resultados obtenidos de Tmix fueron muy similares, sobre todo considerando la desviación, lo que permitió considerarlos para obtener el Tmix promedio presentado.

## 3.5 Resultados PIV

De acuerdo a la literatura, la técnica de pH y conductimetría presentan la desventaja de ser técnicas intrusivas que afectan el flujo en el modelo y con ello el tiempo de mezclado. Esta afectación se estudió en el presente trabajo utilizando la técnica de PIV, a fin de obtener una mejor visión del efecto de la presencia del sensor en el fluido mediante las variaciones en los siguientes parámetros:

- Patrones de flujo del modelo;
- Magnitud de la velocidad del flujo en el modelo;
- Energía cinética turbulenta (k).

Como se mencionó en el capítulo anterior, los experimentos de PIV se realizaron en 3 planos (Figura 18) de medición con los 2 sensores utilizados para las técnicas tradicionales, un pHmetro y un conductímetro a fin de documentar el efecto de la presencia de estos en:

1) El plano central que considera el punto de inyección de aire (I), la posición de inyección del trazador (P1) y la posición del sensor (P2);

 2) El plano en R que considera el punto de inyección de aire (I) y la posición de inyección del trazador (P1); y

3) El plano en R/2 que considera la posición del sensor (P2), en el cual se realizaron los experimentos de PLIF a fin de tener un punto de comparación con los resultados obtenidos mediante esta técnica.

Los experimentos de PIV se realizaron de acuerdo a las condiciones descritas en el capítulo anterior. Por medio del procesamiento de las imágenes obtenidas del flujo sembrado con partículas, se obtuvieron resultados numéricos y gráficos en todos los planos de medición para cada sensor de la dinámica de mezclado en el modelo físico utilizado. También se realizaron experimentos sin sensor parta tener un blanco de comparación. Los resultados obtenidos se muestran en las Figuras **41-43** (A-I).





Figura 42. Contornos de magnitud de velocidad (ms<sup>-1</sup>). A),D),G) Plano 1; B), E), H Plano 2; C), F), I) Plano 3 de medición.



#### Vectores de velocidad promedio/ patrones de flujo

En la **Figura 41** se observan los patrones de flujo o vectores de velocidad promedio, que representan la velocidad y dirección del fluido, obtenidos a partir de PIV, para identificar la estructura del movimiento del fluido dentro del sistema provocado por la inyección de aire, y las perturbaciones causadas por la presencia de los sensores. En la **Figura 41** inciso **A-C** se observan los patrones de flujo sin sensor, inciso **D-F** se observan los patrones de flujo de los experimentos con pHmetro y en el inciso **G-I**, los experimentos con conductímetro. La primera fila corresponde a las mediciones en el Plano 1, la segunda a las mediciones en el Plano 2 y la última fila, a las mediciones en el Plano 3.

En el plano vertical que cruza sobre el punto de invección de gas de la Figura 41 A (Plano 1, sin sensor), se observa que esta inyección promueve un incremento de la velocidad con dirección ascendente sobre el eje axi-simétrico debido al arrastre de fluido causado por el ascenso de las burbujas por la fuerza boyante y que forman una pluma a partir del punto de inyección de aire. Esta boyancia transfiere momento al resto del fluido y provoca la deformación de esta superficie libre por la salida y ruptura de las burbujas en la interfase. Se observan dos recirculaciones toroidales simétricas en ambos lados de la invección, presentes en la mitad superior del plano de medición y con una notable disminución de la velocidad en los extremos inferiores del modelo. La Figura 41 B, (Plano 2, sin sensor) es idéntica a la Figura 41 A, (Plano 1, sin sensor), ya que sin la presencia del sensor es imposible determinar diferencias entre estos dos planos. Por otra parte, en la Figura 41 C (Plano 3, sin sensor), se observa el movimiento moderado causado por la pluma adyacente a este plano con una dirección ascendente; también se aprecia la formación de dos recirculaciones laterales, además de zonas de baja velocidad en los extremos inferiores debido a que no hay efecto de la invección de aire, en sistemas axi-simétricos generalmente no se miden planos ajenos al de simetría (**Plano 3**), sin embargo, en este caso se realizó la medición con el fin de evaluar el efecto del sensor en las inmediaciones de su posición.

Figura 41 D, (Plano 1, sensor pH). Se observa el ascenso de líquido en la pluma con una velocidad alta, al igual que en la Figura 41 A, (Plano 1, sin sensor) sin embargo, la pluma muestra una desviación hacia el lado izquierdo con respecto a su posición original axi-simétrica. El lado derecho de la pluma, donde se encuentra el sensor, muestra una disminución de

velocidad en la vecindad del mismo modificando la recirculación tanto en magnitud como en forma, y a su vez favorece la recirculación del lado contrario la cual tiene un incremento en su magnitud.

Figura 41 E, (Plano 2, sensor pH). Se puede apreciar que la simetría se mantiene a pesar de la presencia del sensor de pH debido a que el sensor se encuentra posicionado en el eje de simetría en este plano de medición, sin embargo, se observa que tanto la magnitud y distribución de las recirculaciones se ven afectadas, pero en mucho menor medida que en el Plano 1, esto se debe a que el sensor tiene un tamaño relativo al modelo muy pequeño, por lo que su efecto lejos de su ubicación espacial es menor.

Figura 41 F, (Plano 3, sensor pH). En el plano 3 se encuentra ubicado el sensor, por lo que se espera que el efecto del mismo sobre el patrón de flujo sea más intenso, lo cual es corroborado con las mediciones de PIV. En esta figura se observa que las recirculaciones originales (Figura 41 C), las cuales eran originalmente proyecciones del sistema axi-simétrico, se distorsionan formando dos recirculaciones que llegan hasta la parte inferior del modelo eliminando las zonas muertas que se presentan en el sistema original, modificándose además la magnitud de los vectores.

Si comparamos el efecto del sensor de pH sobre los patrones de flujo (Figura 41 D, E y F) contra el sensor de conductimetría (Figura 41 G, H e I), se puede observar que en términos generales un sensor inmerso modifica el patrón de flujo de manera similar independientemente del tipo de sensor (en este caso ambos sensores son parecidos en diámetro y profundidad de inmersión), las diferencias entre los patrones de flujo obtenidos para cada uno se pueden explicar considerando que la presencia del sensor hace que la pluma dentro del modelo se desestabilice, acercándose o alejándose del sensor alternadamente, de ahí que en el Plano 1 se vea una inclinación de la misma, en el Plano 2 un incremento o decremento de las zonas muertas y en el Plano 3 un incremento o decremento de la magnitud de la velocidad.

#### Contornos de velocidad

En la **Figura 42** se observan los resultados de magnitud de velocidad que permiten identificar las zonas de baja velocidad en el modelo y confirmar las observaciones realizadas a partir de los patrones de flujo.

En la Figura 42 A, B (Plano 1,2 sin sensor) la mayor velocidad se observa en el centro del modelo, donde se encuentra ubicada la pluma, cuya velocidad desde el punto de inyección de gas va incrementándose con relación a la altura del modelo debido al arrastre de líquido por las burbujas ascendentes por la fuerza boyante hasta alcanzar un valor máximo de velocidad antes de llegar a la máxima altura del líquido, donde decrece debido al choque de la burbuja con la superficie. Existe un ángulo de apertura de la pluma debido a la interacción turbulenta de la burbuja con el líquido, la cual se ve reflejada en la magnitud de la velocidad. En las recirculaciones se observa una velocidad menor con respecto a la pluma, con un valor mínimo en el centro del toroide. En la zona inferior del modelo, a los lados de la pluma, se observan zonas de velocidad mínima donde el mezclado es poco eficiente.

En el Plano 3 (Figura 42 C Plano 3, sin sensor), se observa de manera marginal el efecto de la inyección de gas sobre el fluido solo hasta la superficie libre. Se observan 2 recirculaciones laterales de igual magnitud y que las zonas de menor velocidad se encuentran en la parte inferior donde el efecto de la agitación es mínimo.

En la **Figura 42 D (Plano 1 sensor pH)** se observa que el valor de velocidad disminuye en todo el sistema respecto al caso sin sensor en ese plano, tanto en la pluma como en el seno del fluido. La velocidad de la pluma ha disminuido, aunque conserva su estructura. La pluma muestra un desplazamiento hacia el lado opuesto al sensor, incrementando la velocidad de la recirculación en este lado. Por el contrario, el fluido en la vecindad del sensor disminuye su velocidad debido a la interrupción en el flujo por la presencia de éste, lo que provoca un desplazamiento de fluido con mayor velocidad hacia la parte inferior donde la velocidad originalmente era menor, por el contrario, en el lado opuesto donde ahora la recirculación tiene mayor velocidad, se incrementaron las zonas muertas, afectando la simetría de las recirculaciones en el sistema. En la **Figura 42 G (Plano 1 sensor conductimetría)**, también se observa una disminución en la velocidad del sistema debido a la presencia del sensor.

En este caso la pluma se encuentra desplazada hacia el lado del sensor donde se observa un decremento de velocidad, mientras que en el lado opuesto se observa un incremento en la magnitud de la misma al igual que en el caso del sensor de pH (Figura 42 D). En la Figura 42 E (Plano 2 sensor pH) y en la Figura 42 H (Plano 2 sensor conductimetría) se observa una disminución de la velocidad en la pluma, pero en menor medida que la observada en el Plano 1. En el caso del sensor de pH se observa un incremento en las zonas laterales del modelo, mientras que en el caso del sensor de conductimetría disminuye la magnitud de la velocidad. Este comportamiento se puede explicar considerando la inestabilidad de la pluma debido a la presencia del sensor, lo que provoca que ésta se acerque o se aleje de la posición donde se encuentra inmerso el sensor.

En la Figura 42 F (Plano 3 sensor pH) se observa un incremento en la velocidad del fluido en el centro lo que indica que está siendo afectado por la pluma, que se desplaza hacia este plano debido a la presencia del sensor. Por otra parte, en la Figura 42 I (Plano 3 sensor conductimetría) la magnitud de la velocidad disminuye debido a que la pluma se aleja del plano, lo que confirma que, al introducir el sensor en el modelo, el sistema pierde la simetría lo que causa que la posición de la pluma no se mantenga estable (se acerca o se aleja del sensor).

#### Energía cinética turbulenta

En la **Figura 43** se muestran los contornos de energía cinética turbulenta (*k*) obtenidos, la cual está relacionada con la eficiencia del mezclado en el sistema, permitiendo definir los mecanismos que controlan el mezclado en las diferentes zonas del modelo.

En la **Figura 43 A, B (Plano 1,2 sin sensor)** se observa que la mayor energía cinética turbulenta se encuentra asociada a la región de la pluma incrementándose a medida que las burbujas ascienden hasta llegar a la superficie libre, esto se debe a la interacción entre las burbujas y la fase líquida continua. En las zonas de la recirculación existe una cierta cantidad de turbulencia, lo cual indica que el mezclado en éstas será eficiente. Asimismo, en la zona inferior del modelo (zonas muertas) la turbulencia es muy baja, lo cual no favorece el mezclado.

En la **Figura 43 C (Plano 3, sin sensor)** se observa que la zona de mayor *k* corresponde a la zona de las recirculaciones, en la mitad superior del baño. La zona de menor valor *k* en todo el plano se encuentra en los extremos inferiores, lo cual corresponde a las observaciones realizadas en las figuras anteriores **(41-42)**.

En la Figura 43 D (Plano 1 sensor pH) se observa una disminución general en el valor de k comparado con el caso sin sensor (Figura 43 A). El desplazamiento de la pluma promueve

un incremento de k en el lado izquierdo en la zona superior cercana a la recirculación, y aumentando k hacia las zonas inferiores. En el lado donde se encuentra el sensor la magnitud de k disminuye hasta un llegar a ser prácticamente cero. En la **Figura 43 G (Plano 1 sensor conductimetría)** también existe una disminución en la magnitud de k con una distribución de acuerdo a los patrones de flujo observados para este mismo plano y sensor.

En Figura 43 E (Plano 2 sensor pH) y en la Figura 43 H (Plano 2 sensor conductimetría) se observa un decremento general en la magnitud de k, cuya distribución es concordante con los observado en los contornos de velocidad (Figura 42 E y H), lo cual indica que el valor de turbulencia está asociado al valor de velocidad, el cual a su vez está asociado a la posición de la pluma que se ve afectada por la presencia del sensor.

En la Figura 43 F (Plano 3 sensor pH) y 43 l (Plano 3 sensor conductimetría) se observa nuevamente que la turbulencia está asociada a la velocidad en el sistema. En este plano se observa que la distribución de la energía ha cambiado completamente ante la presencia del sensor, ya que a diferencia de la Figura 43 C sin sensor, la turbulencia se encuentra distribuida en todo el sistema, inclusive en las zonas inferiores donde antes su valor era cercano a cero.

#### **Resultados numéricos PIV**

Por medio de los experimentos de PIV se obtuvieron, además de las imágenes presentadas en las figuras anteriores, resultados numéricos de velocidad y energía cinética turbulenta promedio para cada experimento, los cuales se muestran en la **Tabla 16** a fin de analizar cuantitativamente el efecto intrusivo del sensor en el baño.

Exp.	Plano	Sensor	v promedio [m s-1]	Desv. est. v [m s-1]	% Desv
1	1 o 2	NA	0.101	0.050	49.85%
2	3	NA	0.056	0.032	57.52%
3	1	pH-metría	0.091	0.044	47.82%
4	2	pH-metría	0.097	0.050	51.47%
5	3	pH-metría	0.055	0.033	60.43%
6	1	Conductimetría	0.091	0.039	43.16%
7	2	Conductimetría	0.096	0.040	41.97%
8	3	Conductimetría	0.056	0.029	52.15%

Tabla 16. Valores de velocidad promedio obtenidos por medio de PIV para losexperimentos realizados en diversos planos de medición con y sin sensor.

Los valores de la **Tabla 16** muestran que la magnitud de la velocidad promedio disminuye en la presencia del sensor, con una similar disminución tanto para pH como para conductimetría. En el plano donde la disminución es mayor es el plano central (Plano 1) donde se encuentran tanto la pluma como el sensor, donde se obtuvo una diferencia de hasta 10% en la magnitud de la velocidad respecto al caso sin sensor, mientras que la menor afectación se obtuvo en el Plano 3, donde no hay pluma. En la **Tabla 17** se muestra la disminución de la velocidad promedio como resultado de la presencia del sensor en este Plano (donde se realizaron las mediciones de PLIF), en la cual se observa que la diferencia fue de hasta 3%. En general, la tendencia en todos los planos fue la disminución de la velocidad ante la presencia del sensor.

La desviación estándar de los datos es, en la mayoría de los casos, superior al 50% lo anterior debido a que el sistema no es homogéneo pues existen altos gradientes de velocidad como se observa en las estructuras de los campos vectoriales de velocidad presentados en las **Figura 42 A-I**.

Exp.	Plano	Sensor	$\Delta$ velocidad [m s-1]	%Diferencia
2	3		0	0
5 vs. 2	3	pH-metría	0.0016	2.97%
8 vs. 2	3	conductimetría	0.0005	0.97%

Tabla 17. Diferencia de velocidad por efecto de la presencia del sensor.

Exp.	Plano	Sensor	k promedio [m2 s-2]	Desv. est. k [m2 s-2]	% Desv
1	1 o 2	NA	0.00025	0.00025	102.42%
2	3	NA	0.00008	0.00011	126.51%
3	1	pH-metría	0.00021	0.00019	90.91%
4	2	pH-metría	0.00025	0.00025	99.20%
5	3	pH-metría	0.00009	0.00011	125.29%
6	1	Conductimetría	0.00021	0.00016	74.16%
7	2	Conductimetría	0.00024	0.00016	66.39%
8	3	Conductimetría	0.00009	0.00009	95.51%

 Tabla 18. Valores de energía cinética turbulenta promedio obtenidos por medio de PIV

 para los experimentos realizados en diversos planos de medición con y sin sensor.

Los valores de la **Tabla 18** muestran que la energía cinética turbulenta promedio disminuye con la presencia del sensor, ya sea para pH o Conductimetría en el plano central (Plano 1) con una diferencia de 16%. Por otra parte, en el Plano 3 aumenta la energía hasta en 7%. En la **Tabla 19** se muestra el cambio en la energía cinética turbulenta promedio como resultado de la presencia del sensor en el Plano 3. Se observa una gran desviación debido a que la energía cinética turbulenta se encuentra concentrada principalmente en la pluma mientras que fuera de ella hay zonas donde los valores de k son muy bajos, por lo que no hay una homogeneidad en la estructura turbulenta de la olla.

Tabla 19. Diferencia de v	velocidad por efecto de	e la presencia del sensor.
---------------------------	-------------------------	----------------------------

Exp.	Plano	Sensor	$\Delta \mathbf{k}$ promedio [m2 s-2]	%Diferencia
2	3		0	0
5 vs. 2	3	pH-metría	0.000004	4.82%
8 vs. 2	3	Conductimetría	0.000006	7.23%

En el caso de las mediciones realizadas en el Plano 2, no se encontró una diferencia significativa entre las mediciones realizadas con y sin sensor, lo cual tiene sentido al observar la **Figura 43E**, ya que es en este plano donde se observa una menor afectación por la presencia del sensor en cuanto a la distribución y magnitud de k en el plano.

De los resultados obtenidos por medio de PIV, tanto cualitativos como cuantitativos, es posible determinar que la presencia del sensor en el modelo afecta la fluidodinámica del sistema, lo que provoca la pérdida de simetría del mismo y por lo tanto el tiempo de mezclado medido mediante las técnicas tradicionales. Lo anterior es más perceptible debido a la posición elegida (superior), y es posible que colocar el sensor en una posición inferior (zonas muertas) tenga una menor repercusión en la fluidodinámica, y por ende en el tiempo de mezclado mediante técnicas intrusivas.

#### **3.6** Análisis de Mapas de Concentración Instantáneos.

La técnica PLIF permite obtener mapas de concentración instantáneos, los cuales permitieron visualizar una secuencia de los fenómenos de transporte de masa ocurridos en el baño agitado a través del tiempo en un plano del sistema. Lo anterior permite caracterizar el movimiento del trazador y asociarlo con los resultados obtenidos de concentración adimensional en función del tiempo.

En la **Figura 44** se observa una secuencia de mapas de concentración obtenidos a partir del procesamiento de imágenes experimentales de PLIF en el plano de medición 3 (**Figura 18**). Los resultados presentados corresponden a un experimento realizado con una concentración inicial de Rodamina 6G de 0 ppt y una concentración final de 0.1 ppt en el sistema.





A continuación, se describen de forma cualitativa los fenómenos observados.

**Figura 44 A)**, **t=0s**, se observa el evento de la inyección de Rhodamina 6G (trazador) la cual se realizó en pulso sobre el vórtice de la pluma en la zona de mayor turbulencia del modelo. Se observa que, en este momento, la concentración en el seno del fluido es 0. La detección de variación de concentración en la zona de la superficie libre del baño se debe a los reflejos existentes comúnmente en esta interfase, los cuales se describieron al inicio de este capítulo.

Figura 44 B), t=0.3s, comienza el movimiento del trazador en dirección radial sobre la superficie libre, entre la posición de inyección P1 (Figura 17) y la pared del modelo. Considerando la concentración de inyección es posible ver gracias a la escala de concentración del mapa, que la totalidad del trazador se mueve en forma conjunta (como un paquete) de forma radial, pero manteniéndose principalmente en la parte superior de la olla, lo cual genera una alta concentración en esta zona.

**Figura 44 C)**, **t=2s**, aún se observa una zona de alta concentración por debajo de la interfase a un lado del punto de inyección P1. La acumulación de trazador ha comenzado a disminuir gracias al movimiento convectivo del fluido causado por el patrón de flujo en el reactor, lo que provoca que el trazador comience a moverse hacia abajo de forma vertical sobre la pared del modelo, con una concentración menor a la de la zona de inyección y la vecindad de ésta. A este tiempo se observa que aproximadamente 70% del fluido en todo ese plano no ha sido alcanzado por el trazador.

Figura 44 D), t=4s, el paquete de concentración de trazador se ha deformado por el movimiento convectivo del fluido y por la turbulencia. Se observa la distribución de soluto siguiendo las dos recirculaciones de fluido a ambos lados del punto de inyección P1 que se infieren por la presencia de soluto arrastrado hacia abajo sobre las paredes de la olla. Se observa mayor segregación de trazador en el seno del fluido, y en consecuencia una disminución del gradiente de concentración en el sistema, sin embargo, se aprecian zonas en la parte inferior donde la concentración aún es baja, lo que demuestra la existencia de zonas muertas en el modelo físico en la posición esperada según lo reportado por la bibliografía para una inyección de gas en el centro (Figura 10). Lo anterior ocasiona un incremento en el tiempo de mezclado, lo cual se ha reportado anteriormente, sin embargo,
se decidió adoptar esta posición de inyección debido a que el comportamiento del fluido en este caso ha sido ampliamente estudiado, lo cual permite identificar de mejor manera cualquier variación causada por la intrusión de un objeto en el fluido, que es el objeto del presente trabajo.

Se observa que, para una inyección de aire en el centro (posición P1), el mezclado se lleva a cabo al final en a las zonas de menor velocidad observadas en los perfiles de velocidad obtenidos por medio de la técnica PIV y que están en la parte inferior pegadas a las paredes laterales de la olla (**Figura 30**).

**Figura 44 E), t=7s,** el trazador se encuentra distribuido casi en todo el fluido al terminar la primera recirculación en la parte superior a excepción de algunas zonas en la pared del modelo y en la parte inferior, donde se espera un mezclado más lento. Existe un área de concentración alta cercana al punto de inyección de trazador donde no se ha distribuido el trazador, lo que implica la necesidad de una segunda recirculación y mayor dispersión turbulenta para alcanzar una concentración homogénea en la parte superior del sistema.

**Figura 44 F)**, **t=9s**, se observa que el trazador se ha distribuido casi por completo en el baño, a excepción de la zona inferior donde la concentración es mínima. Las altas concentraciones cercanas a la superficie corresponden a reflejos que causan ruido en la imagen.

**Figura 44 G), t=21s,** se observa una homogeneidad en el sistema a excepción de las zonas cercanas a la superficie donde se ha observado ruido. Únicamente se observa un gradiente de concentración en la zona inferior, pero se puede considerar que el 95% del sistema se encuentra homogéneo.

**Figura 44 H)**, **t=29s**, se observa una concentración homogénea en todo el sistema. La diferencia de concentración en la superficie corresponde a factores de ruido (reflejos) en esta zona. También se puede observar un reflejo de la forma de la pluma en el centro, a pesar de no ser el plano de medición central, lo que también puede causar desviaciones y que es un factor a considerar en futuras mediciones.

**Figura 44 I)**, **t=121s**, la distribución de concentración no presenta cambios con respecto a la Figura G y H, las cuales corresponden a un valor de tiempo alrededor del reportado como

tiempo de mezclado, por lo cual se puede considerar que el sistema alcanza homogeneidad desde los 29s. Si bien existen algunas zonas que aparentan no ser homogéneas, esto se puede deber a desviaciones provocadas por la inyección de gas en el sistema, ya que la presencia de las burbujas de la pluma puede causar desviaciones en las mediciones de concentración en algunos puntos del sistema, aun cuando las mediciones se realizaran en un Plano alejado de la pluma para evitar desviaciones de esta naturaleza.

La caracterización de los fenómenos de mezclado en el baño por medio de las imágenes obtenidas por la técnica de PLIF permite identificar estos en el gráfico de concentración adimensional en función del tiempo construido a partir de los datos numéricos para cada técnica. En la **Figura 45** se muestra el grafico presentando los fenómenos que ocurren en cada zona de la gráfica.



A partir de la **Figura 45** y con el apoyo de los contornos de concentración instantáneos (**Figura 44**) es posible observar la trayectoria del fluido desde el momento de la inyección del trazador hasta la homogenización en el sistema (95%), por medio de un movimiento principalmente convectivo y la dispersión de soluto lateral al movimiento del fluido causado por la difusión turbulenta.

Con esta información adicional, es posible describir el comportamiento del trazador en la pH-metría, el cual sigue el mismo patrón de flujo, a excepción de las zonas donde existe una deformación debido a la presencia del sensor (Figura 41 D-I). De acuerdo al gráfico anterior (Figura 45), apenas unos segundos después de la invección comienza un incremento en la concentración debido a que una fracción grande de trazador (un paquete de trazador) de mueve hacia la vecindad del sensor (Figura 17 P2) debido a que el fluido se mueve en esa dirección, tal como se observa e los patrones de flujo, y es detectado, lo que provoca un pico en la curva, y posteriormente sigue el movimiento de recirculación a menor velocidad lo que explica la disminución de concentración en el gráfico. Posteriormente, con la dispersión del trazador debido a la recirculación y a que es arrastrado nuevamente por el fluido circundante de la pluma, vuelve a ser detectado por el sensor, lo que provoca un aumento en la concentración. A partir de este punto, el valor de concentración ha alcanzado ya el 95% de homogeneidad según la curva de pH (Tmix=4segs), lo que indica, según la medición local, que el mezclado está completo, sin embargo, en la Figura 44D se puede observar que a este tiempo aún existen zonas sin mezclar, principalmente las zonas de mezclado lento (zonas muertas en las zonas bajas de la olla). A partir de este tiempo, la curva toma una tendencia constante, durante el cual continua la dispersión del trazador en el resto del sistema. Cabe señalar que la medición de pH implica una escala logarítmica de concentración por lo que cambios moderados en concentración en el mismo orden de magnitud no se ven reflejados en cambios de pH. Esto puede explicar el comportamiento de la medición de pH con el tiempo.

Por otra parte, en la gráfica de PLIF se observa un comportamiento inicial similar, aunque en este caso la concentración aumenta hasta llegar a un primer punto máximo de concentración adimensional en la curva, que corresponde a una primer recirculación que provoca una dispersión del trazador, el cual requiere una segunda recirculación, 2do pico en la gráfica, lo cual corresponde al tiempo necesario para la distribución del trazador, el cual se difunde desde la zona de la superficie en donde hay una alta concentración debido a la cercanía con la inyección hacia abajo. A partir de este tiempo comienza la dispersión del trazador, lo que en la curva se observa como una pendiente descendiente, desde un tiempo aproximado de 10 segundos hasta alcanzar un mezclado del 95%. La curva entra en el rango de criterio de homogeneidad (95%) antes de este tiempo, sin embargo, se considera un valor más grande debido al ruido visto en la curva, a fin mejorar la precisión en la medición, definiendo el tiempo de mezclado, Tmix= 23 segundos. Como se observa en la **Figura 44G** en un tiempo cercano al considerado como Tmix, el sistema ya presenta una alta homogeneidad. Posterior a este punto la tendencia de la curva es hacia el equilibrio, lo cual se compraba con las **Figuras 44 H, I** en las cuales se muestra que ya no existen cambios en la concentración global del sistema aun después de 100 segundos.

Con lo anterior, es posible decir que en el caso de las mediciones locales (técnicas tradicionales) hay una influencia en el patrón de flujo, así como en la magnitud de velocidad en el sistema lo cual no se puede conocer debido a las limitantes mismas de la técnica (no es una técnica visual) además de no aportar información sobre la fluidodinámica global del sistema y la interacción entra la fase segregada del trazador y el seno del fluido. Además, se tiene definitivamente una afectación al colocar el sensor cerca del punto de inyección según las dimensiones del modelo, además de tener complicaciones propias de la instrumentación de medición (como se observa en el caso de la conductimetría). Mientras tanto, la técnica PLIF se basa en la medición de todo un plano del sistema por medio de una variable que es la intensidad de fluorescencia de un trazador, que, si bien puede tener afectaciones como las que se mencionan en el capítulo anterior, son conocidas y pueden mitigarse por medio de una calibración adecuada, además de no afectar el patrón de flujo del sistema.

Sin embargo, y no obstante las ventajas ya descritas para la técnica PLIF comparada con las tradicionales, se debe mencionar que la técnica PLIF es mucho más costosa tanto en equipo e insumos, y requiere de mucho más tiempo para realizar los experimentos en comparación de técnicas como pH-metría o conductimetría, además de que el procesamiento de los resultados es mucho más complicado que el requerido para las técnicas tradicionales. Aun así, las ventajas que presenta justifican totalmente estos inconvenientes, sobre todo en estudios rigurosos del mezclado en ollas agitadas con gas.

# CAPITULO 4 | Conclusiones

Las conclusiones principales del trabajo presente son:

- Se utilizó por primera vez la técnica PLIF para medir tiempos de mezclado en un modelo físico de una olla agitada por medio de inyección de gas. Esta técnica presenta una sensibilidad considerable, ante lo cual se realizó un control de condiciones experimentales para evitar desviaciones en las mediciones.
- Se obtuvieron tiempos de mezclado para las técnicas de conductimetría (Tmix=100.14s), pH-metría (T<sub>mix</sub>= 4.44s) y PLIF (T<sub>mix</sub>=22.11s). Los altos tiempos de mezclado obtenidos por medio de la técnica de conductimetría se deben a que el sensor utilizado para dicha técnica no resulta adecuado para medir conductividad eléctrica de manera dinámica, por lo cual no se consideran válidas las mediciones de conductividad eléctrica. Con la técnica de pH-metría se obtuvieron tiempos de mezclado más cortos que los obtenidos por la técnica PLIF, debido a que el sensor de pH se ubicó cerca de la zona de invección del trazador en superficie del modelo donde hay agitación vigorosa que mezcla al soluto rápidamente, mientras que la técnica PLIF mide el tiempo de mezclado en un plano completo del modelo, lo cual explica la diferencia en los tiempos de mezclado obtenidos. Se comprobó que al introducir el sensor en el modelo para medir tiempos de mezclado mediante técnicas tradicionales el patrón de flujo se ve modificado no solo en forma sino también en magnitud de velocidad (V) en la cual se obtuvieron diferencias de hasta 10% en el Plano central (Plano 1) y de 3% en el Plano 3, comparado con los valores de velocidad sin sensor que fueron de 0.101 m/s y 0.056 m/s para cada plano respectivamente. Esto implica afectar la medición de mezclado, ya que el soluto se dispersa por el mecanismo de transporte de masa de convección.
- La energía cinética turbulenta (k) del sistema también se ve afectada por la presencia del sensor tanto en la distribución de la misma como en su magnitud. En este caso se obtuvieron diferencias de hasta 16% en el Plano 1 y de 7% en el Plano 3, comparado con los valores en ausencia del sensor que fueron de 0.00025 m²/s² para el Plano 1 y 0.00008 m²/s² para el Plano 3. Esto implica afectar la medición de mezclado, ya que el soluto se dispersa también por el mecanismo de transporte de masa de difusión turbulenta.
- Adicional a la ventaja de no ser intrusiva, la técnica PLIF permite visualizar por medio de mapas de concentración instantáneos los fenómenos que ocurren en el modelo, lo cual

permite una mayor comprensión del mezclado y obtener información adicional del sistema (observación de trayectoria del trazador, identificación de zonas de bajo mezclado, observación de recirculaciones, etc.)

Al comparar el tipo de agua utilizada para las mediciones de PLIF, se encontró que la presencia de elementos como Ca, Na y Mg en el agua corriente afectan la proporcionalidad entre la intensidad de fluorescencia y la concentración de la Rodamina 6G en el plano de medición, por lo que solo se debe usar agua destilada para medir tiempos de mezclado con PLIF y no agua de la llave.

De lo anterior, se concluye que a pesar de desventajas como el costo y la dificultad de la implementación y además del tiempo adicional que se requiere tanto en la realización de los experimentos como en el procesamiento de los resultados, la técnica PLIF presenta la ventaja de no modificar la fluidodinámica del sistema, monitorear un plano completo del sistema y obtener información adicional de los fenómenos de mezclado mediante contornos de concentración instantáneos, por lo que su uso para el estudio de mezclado en modelos físicos de ollas agitadas con gas permite realizar un análisis de proceso más riguroso y su implementación representa un avance sobre las técnicas intrusivas tradicionalmente usadas hasta ahora.

# Bibliografía

- J.-P. Birat, «Steel cleanliness and environmental metallurgy,» *Metallurgical Research & Technology*, vol. 113, n<sup>o</sup> 201, pp. 3-7, 11 Febrero 2016.
- [2] World Steel Association, «Steel Statistical Yearbook 2017,» 2018. [En línea]. Available: https://www.worldsteel.org/steel-by-topic/statistics/steel-statistical-yearbook-.html. [Último acceso: 5 mayo 2018].
- [3] CANACERO, «Industria Siderúrgica Mexicana en Cifras 2017,» [En línea]. Available: http://www.canacero.org.mx/es/assets/industria\_siderurgica\_mexicana\_en\_cifras\_2017.pdf. [Último acceso: 07 mayo 2018].
- [4] World Steel Association, «Steel Markets,» 2017. [En línea]. Available: https://www.worldsteel.org/steel-by-topic/steel-markets.html. [Último acceso: 9 mayo 2018].
- [5] Metal Industry Sector Environment Agency, «Processes Subject to Integrated Pollution Control,» 1999. [En línea]. Available: http://www.environmentdata.org/archive/ealit:1909/OBJ/20002518.pdf. [Último acceso: 11 junio 2018].
- [6] World Steel Association, «Overview of the Steel Making Process,» [En línea]. Available: https://www.worldsteel.org/en/dam/jcr:177c8e5c-e02a-4e08-9dc6cce7372b41c2/Overview+of+the+Steelmaking+Process\_poster.pdf. [Último acceso: 11 junio 2018].
- [7] S. K. Ray, «Steel Quality : Role of Secondary Refining & Continuous Casting,» 2018. [En línea]. Available: https://onlinecourses.nptel.ac.in/noc18\_mm16/preview. [Último acceso: 11 mayo 2018].
- [8] Z. Adolf, «Secondary Metallurgy (Lecture notes),» Technical University of Ostrava, Faculty of Metallurgy and Materials Engineering, Ostrava, 2016.
- [9] J. C. Simmons, «Secondary Refining,» [En línea]. Available: https://www.steel.org/~/media/Files/AISI/Making%20Steel/Article%20Files/learning\_2ndrefining.pdf.
- [10] E. Turkdogan, Fundamentals of Steelmaking, Londres: Charlesworth Group, 1996.
- [11] S. Yu, «Numerical Modeling of Dehydrogenation and Denitrogenation in Industrial Vacuum Tank Degassers,» Aalto University, Finlandia, 2014.

- [12] D. D. Nikolić y P. J. F. Giuseppe Cogoni, «Mixing Time—Experimental Determination and Applications to,» *Preprints,* pp. 3-7, 3 Noviembre 2016.
- [13] D. Satish, S. Patil, M. Peranandhanathan y D. Mazumdar, «Mixing Models for Slag Covered, Argon Stirred Ladles,» ISIJ International, vol. 50, nº 8, pp. 1119-11121, 2010.
- [14] A. Ghosh, Secondary Steelmaking, CRC Press, 2001.
- [15] J. Szekely, Fenomenos de Flujo de Fluidos en Procesamiento de Metales, Limusa, 1988.
- [16] L. Zhongqiu, L. Linmin y L. Baokuan, «Modeling of Gas-Steel-Slag Three-Phase Flow in Ladle Metallurgy: Part I. Physical Modeling,» *ISIJ International*, vol. 57, nº 11, pp. 1972-1973, 2017.
- [17] K. Michalek, K. Gryc y J. Moravka, «Physical Modelling of Bath Homogenisation in Argon Stirred Ladle,» Metalurgija, vol. 48, nº 4, pp. 215-217, 2009.
- [18] M. P. Schwarz, «Simulation of gas injection into liquid melts,» *Elsevier*, vol. 20, pp. 41-47, 16 Enero 1995.
- [19] R. Nunes, J. Pereira y A. Vilela, «Visualisations and Analysis of the Fluid Flow Structure inside an Elliptical Steelmaking Ladle through Image Processing Techniques,» *Journal of Engineering Science and Technology*, vol. 2, nº 2, pp. 141-148, 2007.
- [20] D. Verhelst, *Physical Modelling of Gas Stirred Metallurgical Reactors Containing Two Liquids*, Montreal: Department of Mining and Metallurgical Engineering, McGill University, 1991.
- [21] G. Ascanio, *Mixing time in stirred vessels: A review of experimental techniques,* México: Chinese Journal of Chemical Engineering, 2015.
- [22] P. Mavros, «Flow Visualizations in Stirred Vessels. A Review of Experimental Techniques,» vol. 79, pp. 113-127, marzo 2001.
- [23] S. Chau-Jeng , C. Jaw-Min y L. Shih-Hsien , «Effect of Gas Bottom Blowing Conditions on Fluid Flow Phenomena Effect of Gas Bottom Blowing Conditions on Fluid Flow Phenomena,» vol. 51, nº 9, pp. 1602-1608, 28 julio 2010.
- [24] «Planar Laser-Induced Fluorescence (PLIF),» [En línea]. Available: https://www.dantecdynamics.com/laserinduced-fluorescence-liquid. [Último acceso: 10 julio 2018].
- [25] J. P. Crimaldi, «Planar laser induced fluorescence in aqueous flows,» Springer-Verlag, vol. 44, nº 6, pp. 851-863, 4 abril 2008.
- [26] «Measurement Principles of Planar-LIF,» [En línea]. Available: https://www.dantecdynamics.com/measurementprinciples-of-planar-lif.

- [27] ISS Focus and Discover, «Lifetime Data of Selected Fluorophores,» 2018. [En línea]. Available: http://www.iss.com/resources/reference/data\_tables/LifetimeDataFluorophores.html. [Último acceso: 15 octubre 2018].
- [28] J. S. Lindsey, «PhotochemCAD,» 2004-2018. [En línea]. Available: http://www.photochemcad.com/compounddetail.php?name=Rhodamine%206G. [Último acceso: 13 10 2018].
- [29] ThermoFisher Scientific, «Photobleaching Principles,» [En línea]. Available: https://www.thermofisher.com/mx/es/home/life-science/cell-analysis/cell-analysis-learning-center/molecularprobes-school-of-fluorescence/fluorescence-basics/fluorescence-fundamentals/photobleaching-principles.html. [Último acceso: 11 Agosto 2018].
- [30] F. Carbajal Palacios, «Fluorescencia Inducida por Láser Aplicada en la Medición de Temperaturas en Flujos Acuosos,» FACULTAD DE INGENIERÍA, México, 2015.
- [31] D. Evans y D. Mazumdar, «Macroscopic Models for Gas Stirred Ladles,» *ISIJ International*, vol. 44, nº 3, pp. 447-461, 2003.
- [32] D. Mazumdar y R. Guthrie, «The Physical and Mathematical Modelling of Gas Stirred Ladle Systems,» *ISIJ* International, vol. 35, nº 1, pp. 1-20, 1995.
- [33] A. M. Amaro Villeda, M. A. Ramirez- Argaez y A. Conejo, «Effect of Slag Properties on Mixing Phenomena in Gasstirred Ladles by Physical Modeling,» *ISIJ International*, vol. 54, nº 1, pp. 1-8, 19 agosto 2013.
- [34] D. Mazumdar y P. Dhandapani, «Modeling and Optimisation of Gas Stirred Ladle Systems,» *ISIJ International,* vol. 57, nº 2, pp. 286-295, 2016.
- [35] Dantec Dynamics, «Flow Field Diagnostics. Particle Image Velocimetry solutions,» [En línea]. Available: https://www.dantecdynamics.com/docs/products-and-services/fluidmechanics/piv/Flow\_field\_diagnostics\_268.pdf. [Último acceso: 13 julio 2018].
- [36] «EOS Rebel T5 Especificaciones,» [En línea]. Available: http://www.cla.canon.com/cla/es/consumer/products/cameras/eos\_cameras/eos\_rebel\_t5#specificationsTab.
- [37] Dantec Dynamics, «SpeedSense cameras,» 2016. [En línea]. Available: https://www.dantecdynamics.com/docs/products-and-services/fluidmechanics/piv/0490\_v3\_DS\_SpeedSense%20cameras.pdf. [Último acceso: 17 julio 2018].
- [38] D. Mazumdar y S. Das, «A Comparative Study of Mixing Phenomena in Gas Stirred Ladle Systems,» vol. 37, nº 2, pp. 194-196, 1997.
- [39] «Particle Image Velocimetry,» SF. [En línea]. Available: https://www.dantecdynamics.com/measurementprinciples-of-piv.

- [40] «Sistema de velocimetría de partículas PIV,» SF. [En línea]. Available: http://canal.etsin.upm.es/archives/2299/sistema-de-velocimetria-de-particulas-piv-particle-image-velocimetry/.
- [41] J. Martinez Ramirez y F. González, «Velocímetro de Partículas basado en Imágenes Digitales,» Instituto de Investigación en Comunicación óptica, San Luis Potosí.
- [42] «DynamicStudio,» SF. [En línea]. Available: https://www.dantecdynamics.com/dynamicstudio.
- [43] T. Aiuchi, T. Daimatsu, K. Nakaya y Y. Nakamura, «Fluorescence changes of Rhodamine 6G associated with changes in membrane potential in synaptosomes,» *Bioehimica et Biophysica Acta*, vol. 685, pp. 289-296, 1982.
- [44] G. Zhang, D. Xi Cheng y S. Feng, «Study on catalytic fluorimetric determination of trace Manganese,» Henan Normal University, China, 1992.
- [45] H.-J. Visser, «Modelling of injection processes in ladle metallurgy,» Delft University of Technology, Paises Bajos, 2016.
- [46] J. Szekely, G. Carlsson y L. Helle, «Ladle Metallurgy,» Springer-Verlag, Nueva York, 2012.
- [47] «The Making, Shaing and Treating of Steel,» 2015. [En linea]. Available: http://apps.aist.org/steelwheel/index.html.
- [48] J. Bažan y J. Kret, «Iron and Steelmaking (Study Support),» 2015. [En línea]. Available: http://katedry.fmmi.vsb.cz/Opory\_FMMI\_ENG/AaCiIT/Iron%20and%20Steelmaking.pdf. [Último acceso: 11 junio 2018].
- [49] S. Sengupta, «Indian Sponge Iron Industry: The Global Leader,» mayo 2006. [En línea]. Available: http://www.spongeironindia.in. [Último acceso: 20 junio 2018].
- [50] Satyendra, «Ladle Metallurgy,» 17 abril 2014. [En línea]. Available: http://ispatguru.com/ladle-metallurgy/. [Último acceso: 17 abril 2018].
- [51] A. Busciglioa, F. Grisafi, F. Ippolito y F. Scargiali, «Mixing Time in Unbaffled Stirring Tanks,» September 2012. [En línea]. Available: http://mixing14.eu/p/mixing14eu\_07.pdf.
- [52] South East Asia Iron and Steel Institute, «The Making of Iron and Steel,» [En línea]. Available: http://www.seaisi.org/file/The%20Making%20of%20Iron%20&%20Steel.pdf. [Último acceso: 13 junio 2018].
- [53] H. O. Eugene Pretorius, «EAF Fundamentals,» [En línea]. Available: http://etech.lwbref.com/Downloads/Theory/Fundamentals%20of%20the%20EAF%20Process.pdf. [Último acceso: 30 junio 2018].

## Anexo 1

### A. Código en Matlab® para cálculo de Tmix a partir de datos pH – "pHTmixCalc"

```
clear all;
close all;
clc;
Dir = 'C:\Users\HP Z240 2\Desktop\numericos\*.csv';
Dat = dir(Dir);
pathName = 'C:\Users\HP Z240 2\Desktop\resultados';
if ~exist(pathName, 'dir')
       mkdir(pathName);
end
pathRead = 'C:\Users\HP Z240 2\Desktop\numericos';
criterio = 0.95;
for k=1:length(Dat)
       datos = csvread(fullfile(pathRead, Dat(k).name));
       tiempoinicial = min([1.0 datos(2,1)/2]);
       phinicial = datos(1,2);
       concinicial = 10^(-phinicial);
       tiempo(1) = 0.0;
       ph(1) = phinicial;
       conc(1) = concinicial;
       for i=2:length(datos)
               tiempo(i) = datos(i,1)-tiempoinicial;
               ph(i) = datos(i,2);
               conc(i) = 10^{(-ph(i))};
       end
       i = 1;
       while length(datos) > i
               if tiempo(i) >= 100.0
                      break;
               end
       i = i+1;
       end
       limite = i;
       i = 1;
       while length(datos) >= i
               if tiempo(i) >= tiempo(limite)
                      break;
               end
       i = i+1;
       end
       inicio = i;
       for i=inicio:limite
               auxconc(i-inicio+1) = conc(i);
```

```
end
       concfinal = (max(auxconc)+min(auxconc))/2.0;
       for i=1:limite
               concadim(i) = ((abs(conc(i)-concinicial))/(abs(concfinal-
concinicial)));
               dif(i) = abs(1.0-concadim(i));
               resultados(i,1) = tiempo(i);
               resultados(i,2) = concadim(i);
               resultados(i,3) = dif(i);
       end
       alpha = 1.0 - criterio;
       tmix = 0;
       for i=limite:-1:1
               if dif(i)>=alpha
                      if i>1
                              if dif(i-1)>=alpha
                                     if tiempo(i)>tmix;
                                             pend = (tiempo(i+1) -
tiempo(i))/(dif(i+1)-dif(i));
                                             tmix = tiempo(i)+pend*(alpha-
dif(i));
                                     end
                              end
                      else
                              if tiempo(i)>tmix;
                                     tmix = tiempo(i);
                              end
                      end
               end
       end
       tiempostot(k, 1) = 1.0-alpha;
       tiempostot(k,2) = tmix;
       dif = [];
       resultados = [];
       auxconc = [];
       numero = [];
       tiempo = [];
       conc = [];
       concadim = [];
       desv = [];
       datos = [];
       ph = [];
```

end

### B. Código en Matlab® para cálculo de Tmix a partir de datos conductimetría – "CondTmixCalc"

```
clear all;
close all;
clc;
Dir = 'C:\Users\HP Z240 2\Desktop\numericos\*.csv';
Dat = dir(Dir);
pathName = 'C:\Users\HP Z240 2\Desktop\resultados';
if ~exist(pathName, 'dir')
       mkdir(pathName);
end
pathRead = 'C:\Users\HP Z240 2\Desktop\numericos';
criterio = 0.95;
for k=1:length(Dat)
       datos = csvread(fullfile(pathRead, Dat(k).name));
       tiempoinicial = min([1.0 datos(2,1)/2]);
       condinicial = datos(1,2);
       concinicial = 0.000000002*(condinicial^2)+0.00005*(condinicial)+0.0226;
       tiempo(1) = 0.0;
       cond(1) = condinicial;
       conc(1) = concinicial;
       for i=2:length(datos)
               tiempo(i) = datos(i,1)-tiempoinicial;
              cond(i) = datos(i,2);
              conc(i) = 0.000000002*(cond(i)^2)+0.00005*(cond(i))+0.0226;
       end
       i = 1;
       while length(datos) > i
               if tiempo(i) >= 100.0
                      break;
              end
       i = i+1;
       end
       limite = i;
       i = 1;
       while length(datos) >= i
              if tiempo(i) >= tiempo(limite)
                      break;
              end
       i = i+1;
       end
       inicio = i;
       for i=inicio:limite
              auxconc(i-inicio+1) = conc(i);
       end
       concfinal = (max(auxconc)+min(auxconc))/2.0;
       for i=1:limite
               concadim(i) = ((abs(conc(i)-concinicial))/(abs(concfinal-
concinicial)));
              dif(i) = abs(1.0-concadim(i));
              resultados(i,1) = tiempo(i);
```

```
resultados(i,2) = concadim(i);
               resultados(i,3) = dif(i);
       end
       alpha = 1.0 - criterio;
       tmix = 0;
       for i=limite:-1:1
               if dif(i)>=alpha
                      if i>1
                              if dif(i-1)>=alpha
                                     if tiempo(i)>tmix;
                                             pend = (tiempo(i+1) -
tiempo(i))/(dif(i+1)-dif(i));
                                             tmix = tiempo(i)+pend*(alpha-
dif(i));
                                     end
                              end
                      else
                              if tiempo(i)>tmix;
                                     tmix = tiempo(i);
                              end
                      end
               end
       end
       tiempostot(k,1) = 1.0-alpha;
       tiempostot(k,2) = tmix;
       dif = [];
       resultados = [];
       auxconc = [];
       numero = [];
       tiempo = [];
       conc = [];
       concadim = [];
       desv = [];
       datos = [];
       cond = [];
```

```
end
```

#### C. Código en Matlab® para calibración de PLIF – "Calib.PLIF"

```
clear all;
close all;
clc;
Dir00 = 'C:\Users\HP Z240 2\Desktop\calibracion\00\*.jpg';
pathRead00 = 'C:\Users\HP Z240 2\Desktop\calibracion\00';
Imgs00 = dir(Dir00);
pathName = 'C:\Users\HP Z240 2\Desktop\calibracion';
if ~exist(pathName, 'dir')
       mkdir(pathName);
end
pathNameProm = 'C:\Users\HP Z240 2\Desktop\calibracion\prom';
if ~exist(pathNameProm, 'dir')
       mkdir(pathNameProm);
end
pathNameDesv = 'C:\Users\HP Z240 2\Desktop\calibracion\desv';
if ~exist(pathNameDesv, 'dir')
       mkdir(pathNameDesv);
end
pathNameCal = 'C:\Users\HP Z240 2\Desktop\calibracion\cal';
if ~exist(pathNameCal, 'dir')
       mkdir(pathNameCal);
end
blanco = 255;
negro = 0;
Vini = 102000.00;
Conc = 1.0;
Punto = 0;
Punto = Punto + 1;
Vagre = 0.00;
k = 1;
I = imread(fullfile(pathRead00, Imgs00(k).name));
maxx = size(I, 1);
maxy = size(I, 2);
for i=1:size(I,1)
       for j=1:size(I,2)
               Adimposx(i,j) = (i-1) / (maxx-1);
               Adimposy(i,j) = (j-1) / (maxy-1);
       end
end
for k=1:length(Imgs00)
       I = imread(fullfile(pathRead00, Imgs00(k).name));
       fila = 1;
       I2 = im2double(I);
       for i=1:size(Adimposx, 1)
               for j=1:size(Adimposy,2)
                      Auxx(fila,1) = Adimposx(i,j);
                      Auxy(fila,1) = Adimposy(i,j);
                      AuxI(fila,1) = I2(i,j);
                      fila = fila+1;
               end
```

```
end
       paso = 0.01;
       maxx = 1.0;
       minx = 0.0;
       maxy = 1.0;
       miny = 0.0;
       [yq,xq] = meshgrid(miny:paso:maxy,minx:paso:maxx);
       FI = scatteredInterpolant(Auxx,Auxy,AuxI);
       Iq = FI(xq, yq);
       for i=1:size(Iq,1)
               for j=1:size(Iq,2)
                       maux(i+(k-1)*size(Iq,1),j) = Iq(i,j);
               end
       end
       promedio(k) = mean2(Iq);
       desvest(k) = std2(Iq);
end
for i=1:size(Iq,1)
       for j=1:size(Iq, 2)
               \max(i,j) = 0;
               maux3(i,j) = 0;
       end
end
for k=1:length(Imgs00)
       for i=1:size(Iq, 1)
               for j=1:size(Iq,2)
                       \max(i,j) = \max(i,j) + \max(i+(k-1) + size(Iq,1),j);
               end
       end
end
mprom = maux2/length(Imgs00);
for k=1:length(Imgs00)
       for i=1:size(mprom, 1)
               for j=1:size(mprom, 2)
                       \max(i,j) = \max(i,j) + (\max(i+(k-1)*size(Iq,1),j) - \max(i,j))
mprom(i,j))^2.0);
               end
       end
end
maux2 = maux3/length(Imgs00);
for i=1:size(mprom, 1)
       for j=1:size(mprom, 2)
                       mdesv(i,j) = (maux2(i,j))^{0.5};
       end
end
calibracion (Punto,1) = Vagre;
calibracion (Punto,2) = (calibracion (Punto,1)*Conc/(Vagre+Vini))*1000.0;
calibracion (Punto, 3) = mean(promedio);
calibracion (Punto, 4) = mean(desvest);
```

#### D. Código en Matlab® para análisis de datos obtenidos por PLIF - "AnálisisPLIF"

```
clear all;
close all;
clc;
Dir = 'C:\Users\HP Z240 2\Desktop\Exp1\*.jpg';
Imgs = dir(Dir);
pathName = 'C:\Users\HP Z240 2\Desktop\Exp1\resultados';
if ~exist(pathName, 'dir')
       mkdir(pathName);
end
pathNameF = 'C:\Users\HP Z240 2\Desktop\Exp1\resultados\F';
if ~exist(pathNameF, 'dir')
       mkdir(pathNameF);
end
pathNameCC = 'C:\Users\HP Z240 2\Desktop\Exp1\resultados\CC';
if ~exist(pathNameCC, 'dir')
       mkdir(pathNameCC);
end
pathRead = 'C:\Users\HP Z240 2\Desktop\Exp1';
pathReadProm = 'C:\Users\HP Z240 2\Desktop\calibracion\prom';
pathReadDesv = 'C:\Users\HP Z240 2\Desktop\calibracion\desv';
pathReadCal = 'C:\Users\HP Z240 2\Desktop\calibracion';
DirProm = 'C:\Users\HP Z240 2\Desktop\calibracion\prom\*.csv';
DirDesv = 'C:\Users\HP Z240 2\Desktop\calibracion\desv\*.csv';
DatProm = dir(DirProm);
DatDesv = dir(DirDesv);
blanco = 255;
negro = 0;
factorsequridad = 0.90;
limite = blanco*factorseguridad;
delthat = 0.1;
for k=1:length(DatProm)
       promaux = csvread(fullfile(pathReadProm, DatProm(k).name));
       desvaux = csvread(fullfile(pathReadDesv,DatDesv(k).name));
       for i=1:size(promaux, 1)
               for j=1:size(promaux,2)
                      prom(i,j,k) = promaux(i,j);
                      desv(i,j,k) = desvaux(i,j);
               end
       end
       promaux = [];
       desvaux = [];
end
calibracion = csvread(fullfile(pathReadCal,'calibracion.csv'));
for i=1:length(calibracion)
       conc(i) = calibracion(i,1);
       concppt(i) = calibracion(i,2);
       color(i) = calibration(i,3);
       desv(i) = calibracion(i, 4);
end
for i=1:size(prom, 1)
```

```
for j=1:size(prom, 2)
               colormin(i,j) = prom(i,j,1);
               colormax(i,j) = prom(i,j,length(calibracion));
       end
end
k = 1;
I = imread(fullfile(pathRead, Imgs(k).name));
maxx = size(I, 1);
maxy = size(I,2);
maxx=maxx/2.0;
for i=1:size(I,1)
       for j=1:size(I,2)
               Adimposx(i,j) = (i-maxx)/maxx;
               Adimposy(i,j) = j/maxy;
       end
end
for k=1:length(Imgs)
       I = imread(fullfile(pathRead,Imgs(k).name));
       filtro = fspecial('average',[3,3]);
       Ifiltro = imfilter(I,filtro);
       for i=1:size(I,1)
               for j=1:size(I,2)
                       Ifiltro(i,1) = I(i,1);
                       Ifiltro(1,j) = I(1,j);
                       Ifiltro(i, size(I, 2)) = I(i, size(I, 2));
                       Ifiltro(size(I,1),j) = I(size(I,1),j);
               end
       end
       fila = 1;
       I2 = im2double(Ifiltro);
       for i=1:size(Adimposx, 1)
               for j=1:size(Adimposy, 2)
                       Auxx(fila, 1) = Adimposx(i, j);
                       Auxy(fila,1) = Adimposy(i,j);
                       AuxI(fila,1) = I2(i,j);
                       fila = fila+1;
               end
       end
       paso = 0.02;
       maxx = 1.0;
       minx = -1.0;
       maxy = 1.0;
       miny = 0.0;
       [yq,xq] = meshgrid(miny:paso:maxy,minx:paso:maxx);
       FI = scatteredInterpolant(Auxx,Auxy,AuxI);
       Iq = FI(xq, yq);
       for i=1:size(Iq, 1)
               for j=1:size(Iq,2)
                       if Iq(i,j) < colormin(i,j)</pre>
                              Iq(i,j) = colormin(i,j) * 1.001;
                       end
                       if Iq(i,j) > colormax(i,j)
                               Iq(i,j) = colormax(i,j) * 0.999;
                       end
```

```
for l=1:size(calibracion,1)
                              if Iq(i,j) < prom(i,j,l);</pre>
                                     pend = (prom(i,j,l)-prom(i,j,l-
1))/(calibracion(1,2)-calibracion(1-1,2));
                                     Mconc(i,j) = ((Iq(i,j)-prom(i,j,l-
1))/pend)+calibracion(1-1,2);
                                     Iq(i,j) = colormax(i,j)*1.001;
                              end
                      end
              end
       end
       promedio(k) = mean2(Mconc);
       desvest(k) = std2(Mconc);
       tiempo(k) = k*delthat;
       resultados(k, 1) = k;
       resultados(k,2) = tiempo(k);
       resultados(k,3) = promedio(k);
       resultados(k,4) = desvest(k);
end
```