



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

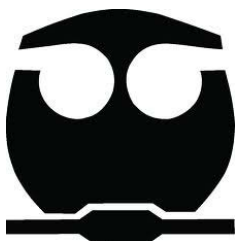
**“ANÁLISIS DEL DESEMPEÑO DE DOS ROTORES
NUEVOS PARA EL DESGASIFICADO DE
ALUMINIO A NIVEL LABORATORIO DE FUNDICIÓN”**

T E S I S

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

P R E S E N T A:

RODRIGO HERNÁNDEZ NAVARRO



CIUDAD UNIVERSITARIA, CDMX

AÑO 2017



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: Agustín Gerardo Ruiz Tamayo.

VOCAL: Profesor: Marco Aurelio Ramírez Argáez.

SECRETARIO: Profesor: Claudia Flores Vargas.

1er. SUPLENTE: Profesor: Gerardo Sanjuan Sanjuan.

2° SUPLENTE: Profesor: Diego Alberto Abreu López.

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

Laboratorio de Fundición.

Edificio D, Facultad de Química, UNAM.

ASESOR DEL TEMA:

Marco Aurelio Ramírez Argáez

SUPERVISOR TÉCNICO:

Adrián Manuel Amaro Villeda

SUSTENTANTE:

Rodrigo Hernández Navarro

Agradecimientos.

A mí amada familia. Sin duda soy afortunado por tener el amor y apoyo incondicional en todo momento, sobre todo en estos últimos años. Mi gratitud siempre será para ustedes.

Esther, mi madre, la persona que siempre estuvo a mi lado desde pequeño, la que me ayudó en todo. Simplemente no hay palabras que puedan describir el amor y esfuerzo que has hecho por cuidar a tantos hermanos. Te amamos madre.

Rodrigo, mi padre, te admiro porque tú has sido un ejemplo de fortaleza para todos nosotros, has trabajado muy duro toda la vida para tu familia, siempre tendré en cuenta todos los consejos que me has dado para ser una buena persona. Te amo padre, siempre he estado orgulloso de ti.

A Janet, Ivan, Viridiana y Alitzel, mis entrañables y adorados hermanos. Fue muy divertido crecer con ustedes, tener con quien jugar y pelear, aunque ahora lo hago con mis sobrinos. Sin duda ustedes también fueron un ejemplo para mí. Aprendí mucho de ustedes.

A Karina, la niña que conocí en la secundaria y que desde ese momento hemos sido inseparables. Nunca me imaginé la magnitud de lo que íbamos a vivir, nos esperan muchas cosas y estoy seguro de que serán buenas porque tú y yo siempre salimos adelante. Gracias amor por tantos momentos de felicidad y amor.

Estoy orgulloso de pertenecer a la Universidad Nacional Autónoma de México, mi alma mater, y ser egresado de la E. N. P. 3, Justo Sierra. Aún más orgulloso de haber concluido mi carrera en la Facultad de Química, mi paso por sus aulas y laboratorios tuvo un impacto positivo en mi vida y en mi futuro.

A todos mis amigos y la banda del cubículo, que le dieron un significado diferente a los viernes, gracias por las aventuras y momentos tan divertidos.

Al Dr. Marco Aurelio Ramírez Argáez, por ser mi asesor y brindarme esta oportunidad para desarrollar mi tema para titularme, por proporcionarme el material y equipo de trabajo, por su ayuda, correcciones y sobre todo por su paciencia, no lo defraudaré.

Al Dr. Adrián Manuel Amaro Villeda por apoyarme en los experimentos de mi tesis, por tener paciencia y brindarme su tiempo para trabajar conmigo, sin duda es una gran persona.

Al M. en I. Agustín Gerardo Ruiz Tamayo, por ser un excelente profesor y amigo, por ayudarme en mi trabajo experimental, por los consejos y preocupación que muestra por los estudiantes.

Agradezco el apoyo recibido por el proyecto PAPIIT clave IN114115, a cargo del Dr. Marco Aurelio Ramírez Argáez, el cual lleva por nombre: "Diseño de un rotor y optimización en una olla de desgasificado de aluminio mediante modelado físico y matemático".

A todos los profesores, compañeros y amigos del "D". ¡Gracias! Fue una experiencia muy importante en mi vida haber pertenecido a esta comunidad.

Índice general

Índice de Figuras.....	6
Índice de Tablas.....	8
Capítulo 1. Antecedentes.....	9
1.1 Breve Historia del aluminio.....	9
1.2 Proceso de producción del aluminio.....	10
1.2.1 Proceso Bayer (obtención de la alúmina).....	10
1.2.2 Proceso Hall-Heroult.....	12
1.3 El aluminio y sus aleaciones.....	12
1.4 Principales problemas en la fusión de aluminio.....	14
1.5 Solubilidad del hidrógeno en el aluminio.....	14
1.6 Métodos de desgasificación de aluminio.....	16
1.7 Mecanismos de transporte de masa en la eliminación del hidrógeno disuelto del aluminio líquido.....	19
1.8 Medición del contenido de hidrógeno en aluminio líquido con el equipo AISCAN™.....	20
1.9 Ley de Sievert.....	22
1.10 Hipótesis.....	24
1.11 Objetivo.....	24
Capítulo 2. Metodología de trabajo.....	25
2.1 Procedimiento experimental detallado.....	29
2.1.1 Manejo del Software del AISCAN™.....	33
Capítulo 3. Resultados y análisis de resultados.....	39
Capítulo 4. Conclusiones.....	50
Capítulo 6. Bibliografía.....	52

Índice de Figuras.

Número de figura.	Descripción de la figura.	Página.
Capítulo 1. Antecedentes.		
1	Réplica grabada y pulida de la pirámide de aluminio colado, 100 años después.	9
2	Esquema del proceso Bayer para la obtención de la alúmina.	11
3	Diagrama que representa los distintos grupos de aleaciones de aluminio así como su nomenclatura.	13
4	Solubilidad del hidrógeno en el aluminio puro en función de la temperatura, manteniendo constante la presión de hidrógeno.	15
5	Cinética de desgasificado con tres métodos de inyección de gas de purga.	19
6	Sistema completo para monitorear la concentración de hidrógeno en aluminio.	21
Capítulo 2. Metodología de trabajo.		
7	Rotores inyectoros utilizados para las pruebas de desgasificación en tres diferentes perspectivas de visualización: a) rotor de nuevo diseño, b) rotor comercial muescado y c) rotor comercial liso.	26
8	Fotografía de la planta piloto mostrando los componentes: a) computadora con software del AISCAN™, b) instrumento AISCAN™ que contiene un tanque de nitrógeno con pureza de 99.9%, c) termopar y sonda, d) rotor inyector de argón, e) horno de resistencias que contiene el crisol A20 con el aluminio líquido, f) tanque de argón, g) flujómetro, h) base para controlar la altura del horno y i) controlador de temperatura del horno.	27
9	Esquema representativo del proceso de desgasificación de aluminio.	28
10	Gasificación de aluminio con atomizador de agua.	29
11	Determinación de la concentración inicial de hidrógeno.	29
12	Esquema representativo del proceso para medir la concentración de hidrógeno con ayuda del AISCAN™. Los accesorios opcionales no se incluyeron en el experimento.	30
13	Esquema de la distribución del rotor en el aluminio líquido así como las distancias consideradas.	31
14	Desgasificación con rotor inyector de grafito, usando Ar.	32
15	Pantalla principal con la descripción de cada opción.	33

16	Diálogos de calibración.	34
17	Archivo de calibración.	35
18	Diálogos de parámetros de la unidad.	36
19	Datos y la gráfica obtenida al realizar la prueba.	37
20	Ventana en donde se encuentran las pruebas guardadas en el ordenador.	38
Capítulo 3. Resultados y análisis de resultados.		
21	Medición con el AISCAN™. Se grafica la temperatura (°C) del aluminio líquido y la concentración de hidrógeno (mL/100g) contra el tiempo que duró la prueba.	39
22	Representación del cambio de la temperatura (líneas punteadas) y concentración adimensional de hidrógeno (líneas continuas) en el aluminio líquido. En esta gráfica se muestran los resultados obtenidos del equipo AISCAN™ después de cada prueba de desgasificación usando el rotor de nuevo diseño.	41
23	Representación del cambio de la temperatura (líneas punteadas) y concentración adimensional de hidrógeno (líneas continuas) en el aluminio líquido. En esta gráfica se muestran los resultados obtenidos del equipo AISCAN™ después de cada prueba de desgasificación usando el rotor muescado.	42
24	Representación del cambio de la temperatura (líneas punteadas) y concentración adimensional de hidrógeno (líneas continuas) en el aluminio líquido. En esta gráfica se muestran los resultados obtenidos del equipo AISCAN™ después de cada prueba de desgasificación usando el rotor liso.	43
25	Representación de la cinética de deshidrogenación adimensional de los tres diseños de rotor utilizados.	44
26	Explosión emergente del aluminio causada por la combustión de H ₂ .	49

Índice de Tablas.

Número de tabla.	Descripción de la tabla.	Página.
Capítulo 1. Antecedentes.		
1	Métodos para remover impurezas del aluminio líquido.	14
Capítulo 2. Metodología.		
2	Análisis químico de la aleación utilizada.	25
3	Dimensiones del rotor y crisol representados en la Figura 13.	31
Capítulo 3. Resultados y análisis de resultados.		
4	Resultados de concentración inicial y final de hidrógeno para cada prueba de cada uno de los rotores.	43

Capítulo 1. Antecedentes.

1.1 Breve Historia del aluminio.

La existencia de aluminio (Al) fue postulada por Sir Humphrey Davy en la primera década del siglo XIX y el metal fue aislado en 1825 por Hans Christian Oersted. Este metal era considerado como semiprecioso y llegó a tener un valor similar al de la plata. Debido al valor que tenía este metal y su rareza fue utilizado en el monumento a Washington en 1884 ubicado en Washington D. C., consistía en una pirámide de 2.85kg de aluminio puro la cual se colocó en la parte superior del monumento ^[8] (ver Figura 1).



Fig. 1. Réplica grabada y pulida de la pirámide de aluminio colado, 100 años después.

Fue hasta 1886 que la extracción de aluminio de su mineral, la bauxita, mediante el proceso Bayer, se convirtió en un proceso industrial rentable. Posteriormente la alúmina resultante se procesa por el método electrolítico Hall-Hérault para obtener aluminio con un 99.9% de pureza.

Al final del siglo XX se obtuvo una gran proporción de aluminio a partir de desperdicios y desechos recuperados, el suministro de esta fuente es de casi 2 millones de toneladas de aleaciones de aluminio por año en Europa. El metal puro resultante es relativamente débil y, como tal, raramente se utiliza. Para la construcción, el aluminio puro es generalmente aleado con metales tales como cobre (Cu), manganeso (Mn), magnesio (Mg), silicio (Si) y zinc (Zn).

1.2 Proceso de producción del aluminio.

Debido a la naturaleza reactiva del aluminio no se encuentra en estado metálico, pero está presente en la corteza terrestre en forma de diferentes compuestos. El más importante es la bauxita. El proceso de extracción consiste en dos etapas separadas, siendo la primera la separación de óxido de aluminio, Al_2O_3 (alúmina), a partir del mineral y la segunda, la reducción electrolítica de la alúmina entre 950°C y 1000°C en criolita fundida (Na_3AlF_6).

1.2.1 Proceso Bayer (obtención de la alúmina).

En este proceso la bauxita se lava, se pulveriza y se disuelve con sosa cáustica (NaOH) a elevada temperatura y presión. El licor resultante contiene aluminato de sodio disuelto (NaAlO_2) y sólidos de bauxita. Estos residuos se sedimentan a lo largo del proceso en el fondo del tanque y se eliminan; el residuo se denomina “lodo rojo”.

Este proceso comprende cuatro etapas (ver Figura 2):

- Digestión:

En esta etapa se realiza la molienda de la bauxita hasta un tamaño máximo de 20mm y para aumentar la superficie de contacto, también se añade la disolución de sosa cáustica reciclada y cal para el control de fosfatos. Posteriormente se realiza la desilicación para eliminar el silicio al ser atacado químicamente por la sosa cáustica.

Por último, se realiza la digestión al mezclarse con el vapor y la disolución cáustica, la alúmina de la bauxita forma una disolución de aluminato de sodio. En cuanto a las condiciones de operación, actualmente se trabaja a temperaturas entre 200 y 240°C , con presiones cercanas a las 30atm.

- Clarificación del licor:
Después de la etapa de extracción, el licor se separa del residuo insoluble de bauxita, se purifica lo que se puede y se filtra. La mayor parte de los sólidos residuales que constituyen el lodo rojo se retiran del licor por sedimentación en grandes tanques. Al licor se le añade cal para eliminar carbonatos
- Precipitación del hidrato de alúmina:
La alúmina disuelta en el licor cáustico se recupera por precipitación cristalina. En esta etapa se añade alúmina tetrahidratada para promover la precipitación de la alúmina.
- Calcinación de la alúmina:
El lodo resultante de la precipitación se bombea a tanques de almacenamiento, filtrándose y lavándose. El producto se envía a unidades de calcinación a temperaturas superiores a 1100°C. Al final se obtienen partículas de alúmina de un tamaño aproximadamente de 45µm.

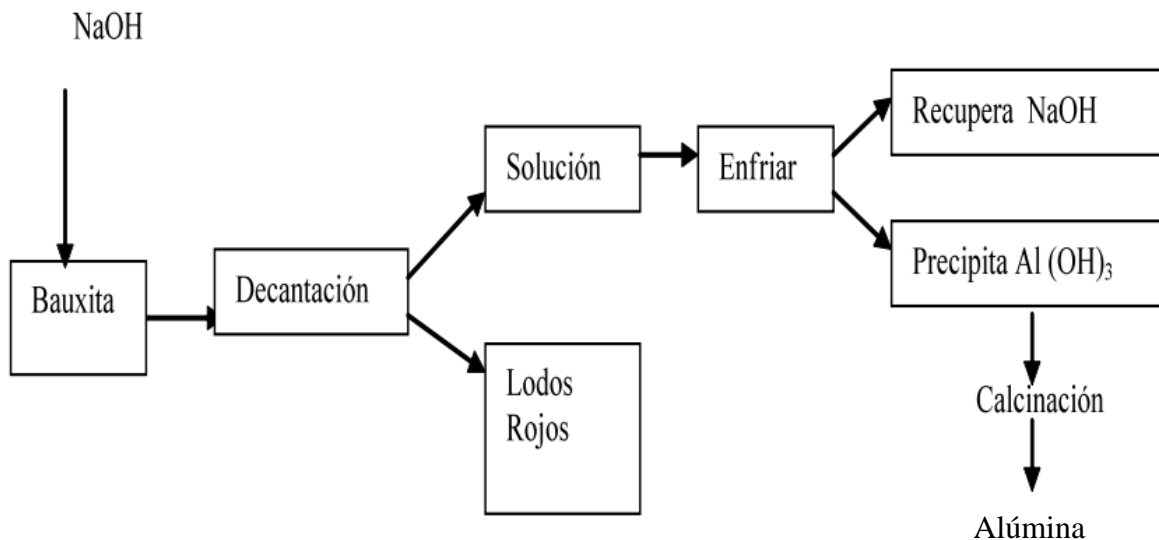
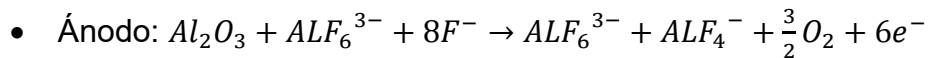


Fig. 2. Esquema del proceso Bayer para la obtención de la alúmina.

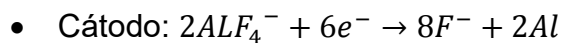
1.2.2 Proceso Hall-Heroult.

En este proceso la alúmina se disuelve en un baño electrolítico de criolita fundida en un tanque de acero forrado con carbón o grafito. Se hace pasar una corriente eléctrica a través del electrolito a bajo voltaje, pero con muy elevada intensidad de corriente, normalmente 150,000A; la corriente eléctrica fluye entre un ánodo de carbón y un cátodo de antracita. Como consecuencia del campo eléctrico y del paso de corriente, se deposita el aluminio fundido en el fondo de la cuba, canalizándose periódicamente a un horno de fusión.

Las reacciones que se producen durante la electrólisis son:



El ALF_6^{3-} aparece en los dos miembros porque se regenera.



Como promedio se requieren de 15.7kWh de electricidad para producir 1kg de aluminio. La mayoría de las fundiciones producen aluminio de 99.7% de pureza.

1.3 El aluminio y sus aleaciones.

Una de las primeras aleaciones producidas fue de aluminio-cobre en 1910, cuando se descubrió el fenómeno del endurecimiento por precipitación en esta familia de aleaciones, con lo que se encontró una utilización inmediata de este material en la industria aeronáutica.

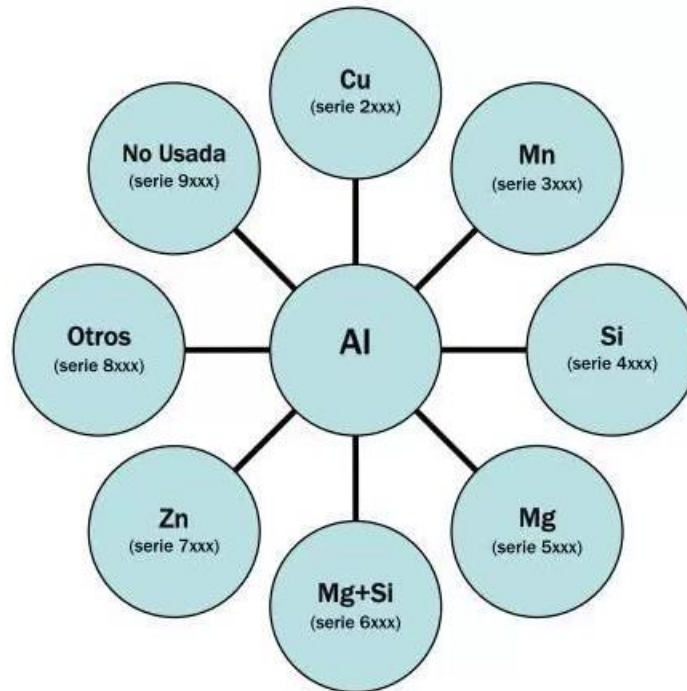


Fig. 3. Diagrama que representa los distintos grupos de aleaciones de aluminio así como su nomenclatura.

Las aleaciones de aluminio se dividen en dos categorías dependiendo de la forma en que fueron fabricadas: por medio de conformado mecánico o por fundición. Ambas categorías tienen composiciones químicas ligeramente diferentes: las aleaciones conformadas mecánicamente tienen que ser más dúctiles para su fabricación, mientras que las aleaciones de fundición tienen que tener mayor fluidez para obtener mayor colabilidad.

La designación de las aleaciones de aluminio está reglamentado en el International Accord for Aluminium Alloy Designation, administrado por la Aluminium Association y publicado por el American Standards Institute ^[5]. En la Figura 3 se presenta un diagrama con las principales aleaciones de aluminio y su nomenclatura.

1.4 Principales problemas en la fusión de aluminio.

Hoy en día uno de los objetivos básicos de la industria del aluminio es el trabajo continuo sobre cómo mejorar la calidad del metal líquido. Esto significa eliminar de forma eficaz todas las inclusiones metálicas y no metálicas perjudiciales que están presentes en el metal. Tanto el aluminio primario y secundario tienen muchas inclusiones y burbujas de gas.

Una buena calidad de las piezas producidas por fundición de aluminio, en especial las que se utiliza en la industria aeronáutica y automotriz, deben de cumplir con estrictos controles de calidad para asegurar excelentes propiedades mecánicas. Esencialmente el contenido de impurezas en el metal fundido son el hidrógeno disuelto, inclusiones no metálicas y los elementos no deseados como hierro, sodio, litio y calcio.

En la industria existen procesos para eliminar al hidrógeno disuelto y para remover las inclusiones por medio de gases reactivos y no reactivos, así como, polvos reactivos y no reactivos. Algunos gases y polvos (fundentes) usados para remover hidrógeno e inclusiones se presentan en la Tabla 1.

Tabla 1. Métodos para remover impurezas del aluminio líquido.

	Gases	Polvos	Escoria formada
No reactivo	N ₂ , Ar	KCl, MgCl ₂	NaCl, KCl, MgCl ₂
Reactivo	SF ₆ , Cl ₂	AlF ₃ , AlCl ₃	-

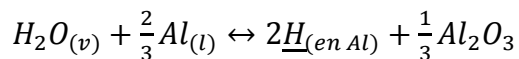
1.5 Solubilidad del hidrógeno en el aluminio.

El hidrógeno es el único gas con una solubilidad considerable en aluminio líquido y que se segrega en el líquido interdendrítico durante la solidificación de aleaciones de aluminio, provoca porosidades cuando el aluminio solidifica; en consecuencia, las propiedades mecánicas del aluminio se ven afectadas. Así, la presencia de poros por hidrógeno incrementa la velocidad de corrosión, disminuye

la conductividad térmica y la conductividad eléctrica. Las fuentes de hidrógeno disuelto en aluminio líquido son:

1. La humedad presente en el ambiente.
2. La humedad proveniente de la combustión de combustibles fósiles.
3. Hidrógeno disuelto en aleaciones de adición o fluxes.
4. Humedad presente en la chatarra, herramientas, crisoles y refractarios.

La reacción de solubilización de hidrógeno en aluminio es la siguiente:



El aluminio en estado líquido y la temperatura hacen que la solubilidad del hidrógeno sea un proceso espontáneo y difícil de evitar debido a las fuentes de hidrógeno que existen en el proceso de fundición.

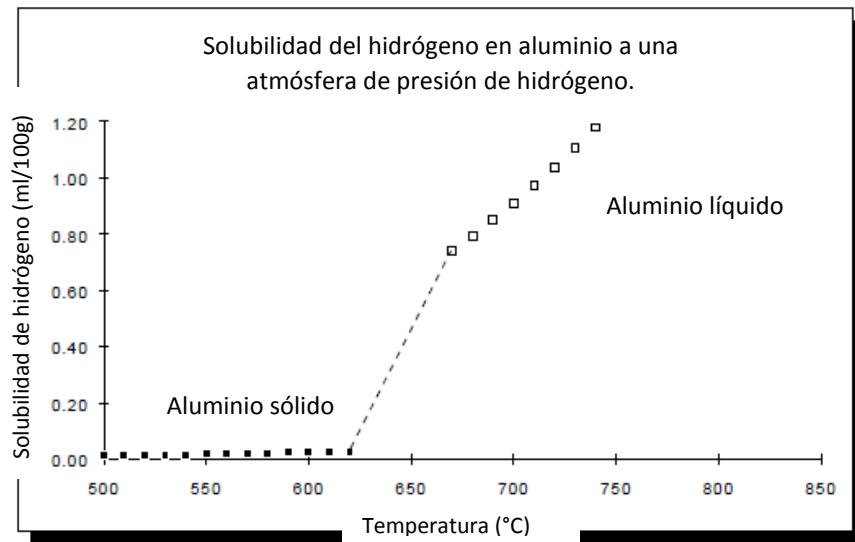


Fig. 4. Solubilidad del hidrógeno en el aluminio puro en función de la temperatura, manteniendo constante la presión de hidrógeno^[7].

El contenido de hidrógeno y la solubilidad en aluminio se expresa como mililitros de hidrógeno a 20°C de temperatura y 1atm de presión por cada 100 gramos de metal o como partes por millón (ppm). La relación es la siguiente: ppm = 0.8381 x ml/100 g o por el contrario: $ml/100g = 1.1932 * ppm \dots$ ^[7]

Aunque varias ecuaciones se han derivado de los experimentos para el cálculo de solubilidad de hidrógeno en el aluminio líquido, sólido y sus aleaciones, ninguna ha sido aceptada universalmente [1]. Sin embargo, la mayoría de los investigadores están de acuerdo en varios hechos acerca de la solubilidad de hidrógeno: la solubilidad del hidrógeno en el aluminio líquido y sólido depende de la temperatura, de la composición de la aleación y de la presión parcial de hidrógeno sobre el metal. La Figura 4 presenta la solubilidad de hidrógeno en aluminio puro en función de la temperatura.

1.6 Métodos de desgasificación de aluminio.

La porosidad por atrapamiento de hidrógeno es el defecto a eliminar por los métodos de desgasificado. Esta operación se ejecuta cuando el aluminio está en estado líquido y en la industria de la fundición este proceso se debe de hacer más eficiente para minimizar costos y tener un mayor control de calidad.

Hay varios métodos para desgasificar el aluminio, algunos son muy novedosos gracias al desarrollo de tecnología y otros son muy tradicionales. Los nuevos métodos pretenden aumentar la eficiencia del proceso. A continuación se mencionan algunos métodos de desgasificación [4]:

I. Tabletas de desgasificación:

Es una técnica que ya está en desuso debido al daño a la salud que pueden causar los gases resultantes del proceso. Se usan tabletas de hexacloroetano (C_2Cl_6), las cuales generan cloruro de aluminio en forma gaseosa que atrapa al hidrógeno y lo libera a la atmósfera. Este proceso no es tan eficiente debido a que la burbuja es muy grande y tiene una relación área/volumen muy baja.

II. Desgasificado natural:

Al observar la Figura 4 se entiende que la solubilidad del hidrógeno en el aluminio disminuye al bajar la temperatura. Este proceso no es eficiente

porque la concentración de hidrógeno tarda mucho tiempo en bajar cuando disminuye la temperatura del baño.

III. Inyección de gas de purga con lanza:

Por medio de una lanza con recubrimiento refractario se inyecta un gas de purga y se agita constantemente para distribuir el gas en el baño. Las variables a controlar en el sistema son el tiempo y el flujo de gas. Este método es ineficiente debido a que existen muchas zonas muertas en el baño de metal líquido y a que las burbujas son muy grandes creando muy poca intercara burbuja/metal.

IV. Inyección de gas de purga con tapones porosos:

Son tapones porosos de grafito y se usan para distribuir burbujas pequeñas en el metal líquido, requiere de agitación y no se puede controlar la distribución de burbujas en el baño, en consecuencia existen zonas muertas.

V. Inyección de gas de purga con rotor inyector:

De igual modo el material es de grafito y se compone de una lanza y un rotor el cual gira e inyecta el gas de purga al metal líquido. La finalidad del rotor es promover un flujo turbulento y una buena distribución de burbujas finas de purga a lo largo y ancho del volumen del sistema a manera de maximizar la eficiencia del proceso. Las variables a controlar son las revoluciones por minuto, geometría del rotor, flujo de gas y tiempo de tratamiento.

La mejor manera de eliminar el hidrógeno del aluminio líquido es introduciendo muchas burbujas pequeñas de gas. El gas de purga absorbe al hidrógeno proveniente del metal líquido y lo elimina llevándolo a la atmósfera. El uso de rotor inyector cumple con esta demanda y se han creado varios procesos industriales basados en este método de purga. Paralelamente se han hecho trabajos de investigación basados principalmente en modelado físico y matemático

para estudiar y mejorar este proceso, por ejemplo: *“Physical Modelling of an Aluminuim Degassing Operation With Rotating Impellers – A Comparative Hydrodynamic Analysis”* [2]. En la Figura 5 se muestra que con el método de desgasificado por el rotor-inyector se mejora la cinética de desgasificado, en comparación del desgasificado hecho con tapón poroso o con lanza.

En este proyecto, se va a estudiar el proceso de desgasificado como un proceso batch por medio de la técnica del rotor inyector. De las variables de proceso y diseño de esta técnica de desgasificado destacan tres: flujo de gas de purga, velocidad angular del rotor y diseño del rotor. En particular el diseño de la geometría del rotor es muy importante para proveer un grado de agitación adecuado en el líquido y acelerar los procesos de transporte de masa convectivos y de difusión turbulenta que controlan la cinética de desgasificación.

Además, el diseño del rotor juega un papel vital en la distribución y el rompimiento del flujo de gas de purga que entra a la olla y genera burbujas finas. Entonces, esta variable es la que se estudió en este proyecto, tratando de determinar el efecto del diseño de rotor en la cinética de desgasificado. Se compararon los desempeños en cuanto a la rapidez con que se elimina el hidrógeno entre dos rotores de diseño comercial y un rotor que se ha diseñado previamente en este grupo de trabajo. Para la comparación se hicieron pruebas con aluminio líquido saturadas con hidrógeno y desgasificando con los distintos rotores en pruebas con aluminio líquido, midiendo el contenido de hidrógeno con un equipo sofisticado como es el AISCAN™, cuyo funcionamiento se describe a detalle más adelante.

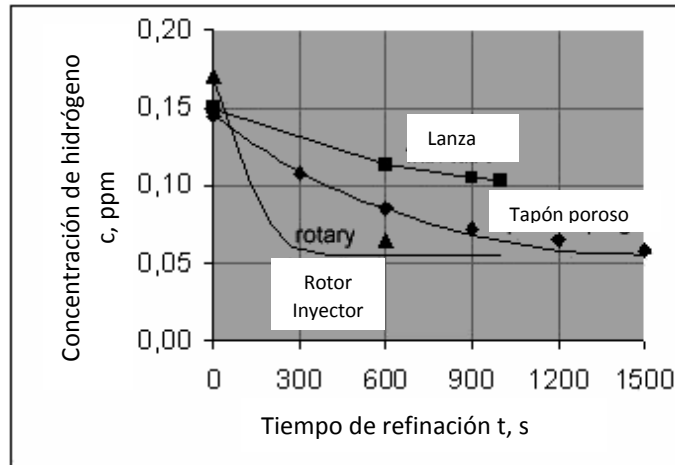


Fig. 5. Cinética de desgasificado con tres métodos de inyección de gas de purga.

1.7 Mecanismos de transporte de masa en la eliminación del hidrógeno disuelto del aluminio líquido.

Cuando se generan burbujas en el interior del metal líquido, las cuales contienen un gas de purga ocurren fenómenos de transferencia de masa para eliminar el hidrógeno disuelto, las etapas cinéticas involucradas en la desgasificación del aluminio por purga de gas no reactivo son las siguientes [3]:

- 1) Transporte de masa de hidrógeno por convección y difusión del hidrógeno, desde el seno del metal líquido hasta las inmediaciones de la burbuja de gas inerte.
- 2) Transporte de hidrógeno por difusión a través de una capa delgada de fluido estancado que rodea a la burbuja, llamada capa límite.
- 3) Adsorción química, separación de dos átomos de hidrógeno provenientes de una molécula y posterior desorción de la molécula de hidrógeno gas sobre la superficie de la burbuja.
- 4) Difusión de hidrógeno como una especie gaseosa dentro de la burbuja del gas de purga.
- 5) Remoción de hidrógeno hacia la superficie o hacia las paredes refractarias.

1.8 Medición del contenido de hidrógeno en aluminio líquido con el equipo AISCAN™.

El sistema AISCAN™ mide directamente la concentración de hidrógeno disuelto en masas de aluminio líquido. El método es muy eficaz y una determinación puede completarse en poco tiempo. El instrumento es totalmente autónomo y no se requiere el muestreo de metal fundido [8].

Este instrumento se puede usar tanto para asegurar la calidad de aleaciones de aluminio de alto desempeño como para aplicaciones automotrices o aeronáuticas. Se puede determinar directamente el nivel de gas de la masa fundida y constatar si éste se encuentra está por debajo de un cierto nivel de aceptación predeterminado. La determinación se puede hacer en el horno, antes de comenzar el vaciado, si es que los tratamientos en estado fundido se llevan a cabo en el horno.

También se puede usar caracterización del proceso para generar datos estadísticos de control de proceso, que pueden ayudar a caracterizar el rango de nivel normal de gas asociado a un proceso determinado en función de las condiciones ambientales, especialmente la humedad. Esto permite la detección y correcciones rápidas de desviaciones de las condiciones normales de producción. Así, se podrían detectar entre otros imponderables, la falla de algún equipo o errores humanos.

Otro uso que se puede dar al analizador es la optimización de procesos, el cual también es muy valioso en el suministro de datos del contenido de gas en tiempo real. Este determinador de hidrógeno es una herramienta esencial para optimizar los procesos de fusión, del tratamiento de desgasificado, o para mejorar los procedimientos de fusión, con el objetivo último de minimizar los niveles de gas con base en medir sistemáticamente el contenido de hidrógeno.

Algunas de las variables que podrían ser modificadas con base en las mediciones proporcionadas por el AISCAN™ son:

- Flujo de gas de purga en desgasificadores en línea para ajustar a los valores mínimos necesarios para alcanzar los niveles de aceptación de hidrógeno, para un determinado tipo de molde, asegurando así la desgasificación a un costo mínimo.
- La eficacia de diferentes mezclas de gases de purga en la eliminación de hidrógeno para alcanzar su eficacia y poder comparar.
- Evaluar la eficacia de los flujos de protección contra regasificado de la masa fundida después del tratamiento en el horno y poder evaluarlo directamente.

El analizador AISCAN™ es un equipo que involucra tres fases, donde los intercambios de hidrógeno ocurren entre ellas en las siguientes partes (ver Figura 6):

- La masa fundida.
- El ambiente atmosférico libre por encima de la masa fundida.
- El bucle cerrado de gas en el interior del analizador.

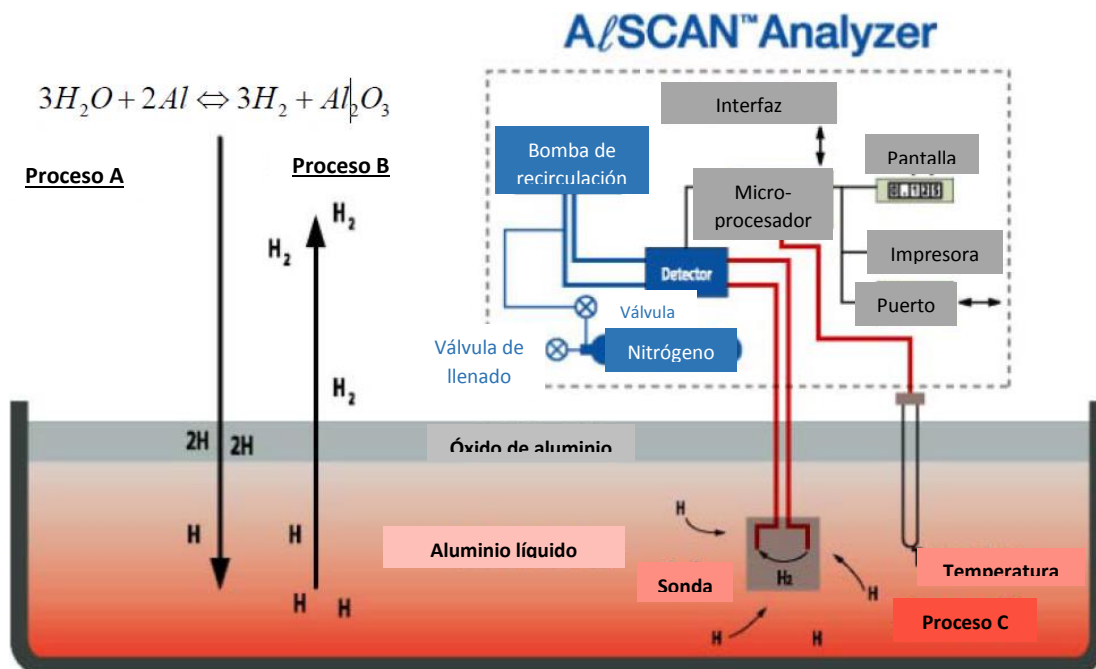


Fig. 6. Sistema completo para monitorear la concentración de hidrógeno en aluminio.

Los intercambios de hidrógeno entre el metal líquido y el medio ambiente están caracterizados por los procesos A y B:

Proceso A:

Se forma hidrógeno cuando el vapor de agua entra en contacto con el aluminio líquido; liberando así el hidrógeno que se disuelve fácilmente en el metal, la tasa de formación de hidrógeno incrementa con la temperatura del metal líquido y el nivel de la humedad en el ambiente.

Proceso B:

El hidrógeno disuelto en la masa fundida se evapora hacia el aire ambiente a una velocidad que crece con el aumento en el contenido de gas en estado fundido.

El contenido de gas de la masa fundida es estable cuando estos dos procesos están en equilibrio.

Proceso C:

El analizador AISCAN™ funciona porque permite al hidrógeno difundirse en la masa fundida en un pequeño volumen cerrado. La cantidad que se difunde se mide y se relaciona con la cantidad presente en la masa fundida.

El volumen cerrado se refiere como el "circuito cerrado de gas" del instrumento. Sólo contiene hidrógeno y algunos gases inertes insolubles (usualmente nitrógeno). El hidrógeno sale de la solución y se evapora en el circuito de gas. El proceso inverso tiene lugar también: el hidrógeno presente en el circuito de gas se disuelve en la masa fundida. El contenido de gas hidrógeno en el circuito llega a su valor de equilibrio, de manera que la rapidez de evaporación y la de disolución son de igual magnitud [8].

1.9 Ley de Sievert.

La Ley del Sievert establece que la cantidad de un gas diatómico (hidrógeno) disuelto en el metal (aluminio fundido) es proporcional a la raíz cuadrada de su presión en la fase gaseosa por encima del fundido.

$$S = k\sqrt{pH_2}$$

Donde:

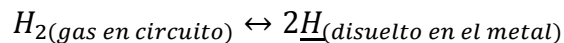
S: es la concentración de hidrógeno en aluminio líquido.

k: constante de proporcionalidad.

pH_2 : presión de hidrógeno en contacto con el metal.

El analizador AISCAN™ funciona porque permite que el hidrógeno atómico disuelto en aluminio difunda desde una masa fundida en un pequeño volumen cerrado, a través de una sonda porosa inmersa en la masa fundida. La cantidad de hidrógeno en el volumen cerrado se mide y se relaciona con la cantidad presente en la masa fundida usando la Ley de la Sievert.

Los flujos de hidrógeno de ambos lados de la intercara gas/líquido son de igual magnitud cuando el contenido de gas hidrógeno en el circuito llega a su valor de equilibrio (ver Proceso C en la Figura 6). Este proceso se puede expresar por el siguiente equilibrio:



El AISCAN™ utiliza la Ley de Sievert para el equilibrio anterior mediante la siguiente ecuación:

$$S = S_0 * \sqrt{pH_2} * CF(A) * CF(T_{baño})$$

Donde:

S: concentración de hidrógeno en el metal (mL/100g).

S_0 : solubilidad del aluminio líquido a 700°C: 0.92mL/100g.

pH_2 : presión parcial del hidrógeno en el circuito cerrado (atm).

CF(A): factor de corrección de la aleación. Este factor de corrección toma en cuenta la variación de la solubilidad debido a la composición química por la interacciones entre los distintos elementos en solución y el hidrógeno, los cuales modifican la actividad del hidrógeno y provocan desviaciones de la ley de Siervert por lo cual este factor está relacionado con el coeficiente de actividad de hidrógeno en aluminio. En aluminio puro este factor es igual a 1.

CF($T_{\text{baño}}$): factor de corrección de temperatura del baño, el cual toma en cuenta la variación de la solubilidad de hidrógeno con la temperatura en aluminio puro. Para determinar este factor el analizador usa la siguiente ecuación:

$$CF(T_{\text{baño}}) = e^{\left[6.531 \frac{(T_{\text{baño}} - 700)}{(T_{\text{baño}} - 273)}\right]}$$

1.10 Hipótesis.

El rediseño de un rotor para el desgasificado de aluminio puro mejorará la rapidez de deshidrogenación, al medir los contenidos de hidrógeno con un AISCAN™ después de una purga bajo las mismas condiciones de operación (flujo de gas, velocidad angular del rotor, temperatura, contenido inicial de hidrógeno), respecto de diseños comerciales.

1.11 Objetivo.

Comparar el desempeño mediante la cinética de deshidrogenación entre un rotor rediseñado y dos rotores de diseño original en el proceso de desgasificado a través de pruebas en aluminio líquido en laboratorio.

Capítulo 2. Metodología de trabajo.

La parte experimental se concentró en una planta piloto (ver Figura 7) a nivel laboratorio de fundición, en la que se estudió la cinética de deshidrogenación de aluminio puro comercial utilizando los tres diferentes diseños geométricos de rotores inyectores (ver Figura 8).

La composición química de la aleación de aluminio puro usada en los experimentos se obtuvo por espectroscopía de emisión por chispa en un espectrómetro *Spectro-lab* modelo M8; la composición se presenta en la Tabla 2, donde se ve que el aluminio tiene una pureza de 99.6%.

Tabla 2. Análisis químico de la aleación utilizada.

Elemento	Al	Fe	Si	Ti	Zn	Mn	Otros
% Peso	99.6	0.23	0.08	0.03	0.01	0.01	0.04

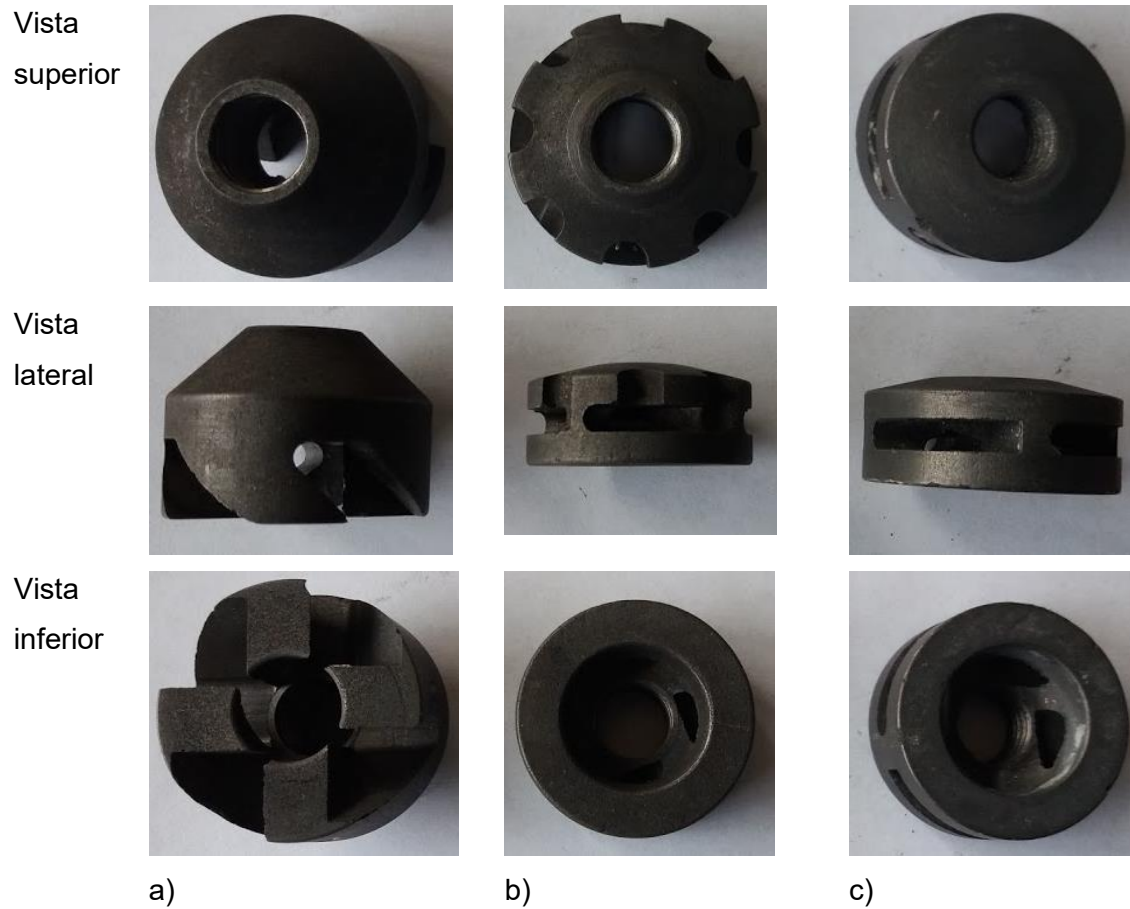


Fig. 7. Rotores inyector utilizados para las pruebas de desgasificación en tres diferentes perspectivas de visualización: a) rotor de nuevo diseño, b) rotor comercial muescado y c) rotor comercial liso.

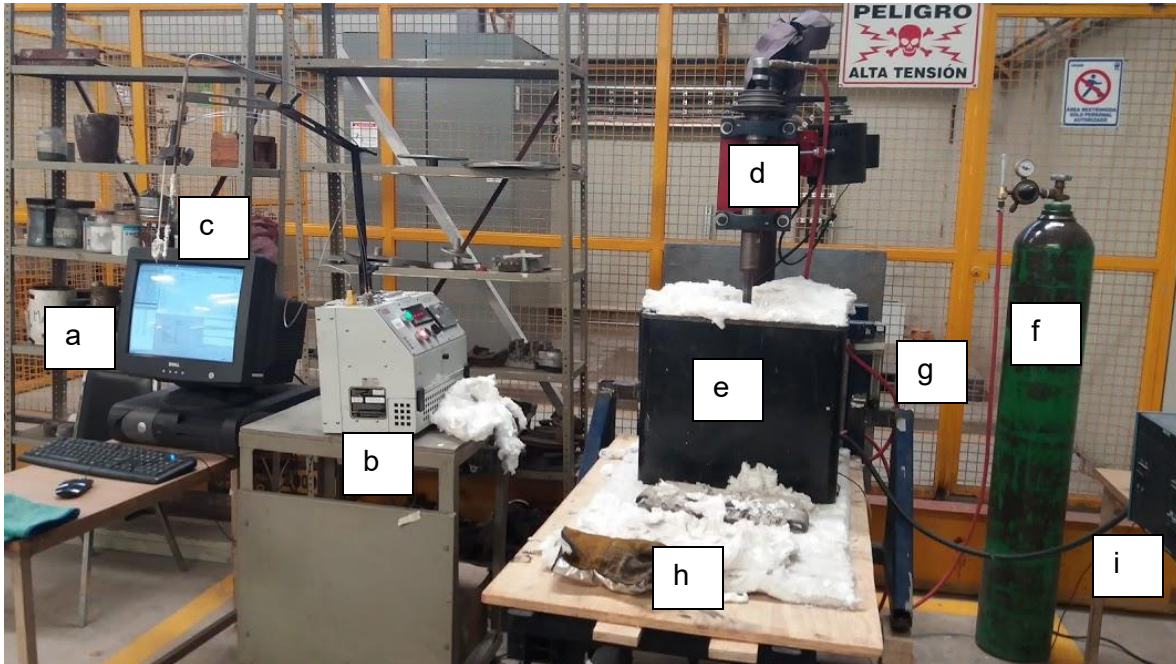


Fig. 8. Fotografía de la planta piloto mostrando los componentes: a) computadora con software del AISCAN™, b) instrumento AISCAN™ que contiene un tanque de nitrógeno con pureza de 99.9%, c) termopar y sonda, d) rotor inyector de argón, e) horno de resistencias que contiene el crisol A20 con el aluminio líquido, f) tanque de argón, g) flujómetro, h) base para controlar la altura del horno y i) controlador de temperatura del horno.

Se utilizó la técnica de rotor inyector para evaluar el desempeño de los tres rotores mediante la inyección de argón de grado industrial al 99.9% de pureza. El horno que se utilizó es de resistencias marca *Lindberg* con un termopar acoplado para controlar la temperatura del baño, que siempre permaneció constante antes de la purga en 750°C, y durante la purga bajó siempre a 720°C con unos +/- 5°C como variación experimental. En dicho horno se introdujo el crisol A20 limpio y recubierto con pintura de zirconio.

La masa de aluminio utilizada fue de 5kg y la técnica de fusión fue la siguiente:

- Se elaboraron lingotes pequeños de aluminio puro para su mejor manejo en el crisol A20.

- Toma de moneda para determinar la composición química en espectrómetro de emisión atómica (marca *Spectro-lab*, modelo M8).
- Precalentamiento de crisol y de lingotes de aluminio.
- Fusión de la masa de aluminio.
- Remoción de la escoria formada.
- Gasificación de la masa de aluminio mediante la atomización de agua directamente en la superficie del aluminio, agitando el metal líquido para asegurar el proceso.
- Medir concentración inicial de hidrógeno.
- Control de la temperatura inicial.

Se utilizó una velocidad de rotación de 250RPM y un flujo de 10L/min para los tres diferentes rotores; asimismo, la altura del fondo del crisol hasta la parte media del rotor fue de 1/3 con respecto a la altura del baño de aluminio líquido. Estas variables se fijaron para que el único efecto a evaluar sea el diseño del rotor inyector. Para determinar la concentración de hidrogeno en el baño se utilizó el instrumento AISCAN™. La Figura 9 muestra un esquema experimental.

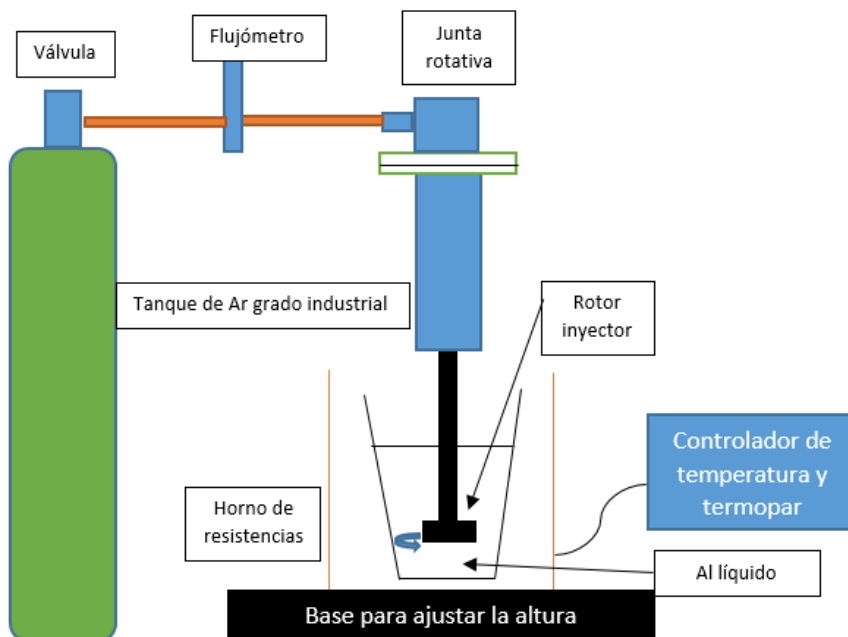


Fig. 9. Esquema representativo del proceso de desgasificación de aluminio.

2.1 Procedimiento experimental detallado.

En primera instancia se fundieron los 5kg de aluminio en un horno de quemador de gas en el crisol A20, este crisol se trasladó hacia el horno de resistencias ya precalentado y ajustando la temperatura a 750°C; para verificar la temperatura se utilizó un termopar acoplado a un multímetro. Una vez que el crisol estaba dentro del horno se aceleraba la gasificación mediante la atomización de 1L de agua sobre la superficie del baño líquido y homogenizando con una lanza (ver Figura 10). En seguida se verificaba que la temperatura era de 750°C y comenzaba la medición de la concentración inicial de hidrógeno con el AISCAN™, el cual ya tiene acoplado un termopar y la sonda HME0200D (sonda correcta para el monitoreo de aluminio puro) para obtener el valor de la composición de hidrógeno disuelto al inicio de cada experimento [H_0]. El tiempo de residencia de la sonda para determinar la concentración es de por lo menos 5 minutos, por lo que es imposible un monitoreo continuo (ver Figura 11). Un diagrama esquemático del equipo de medición Alscan se presenta en la Figura 12.



Fig. 10. Gasificación de aluminio con atomizador de agua.



Fig. 11. Determinación de la concentración inicial de hidrógeno.

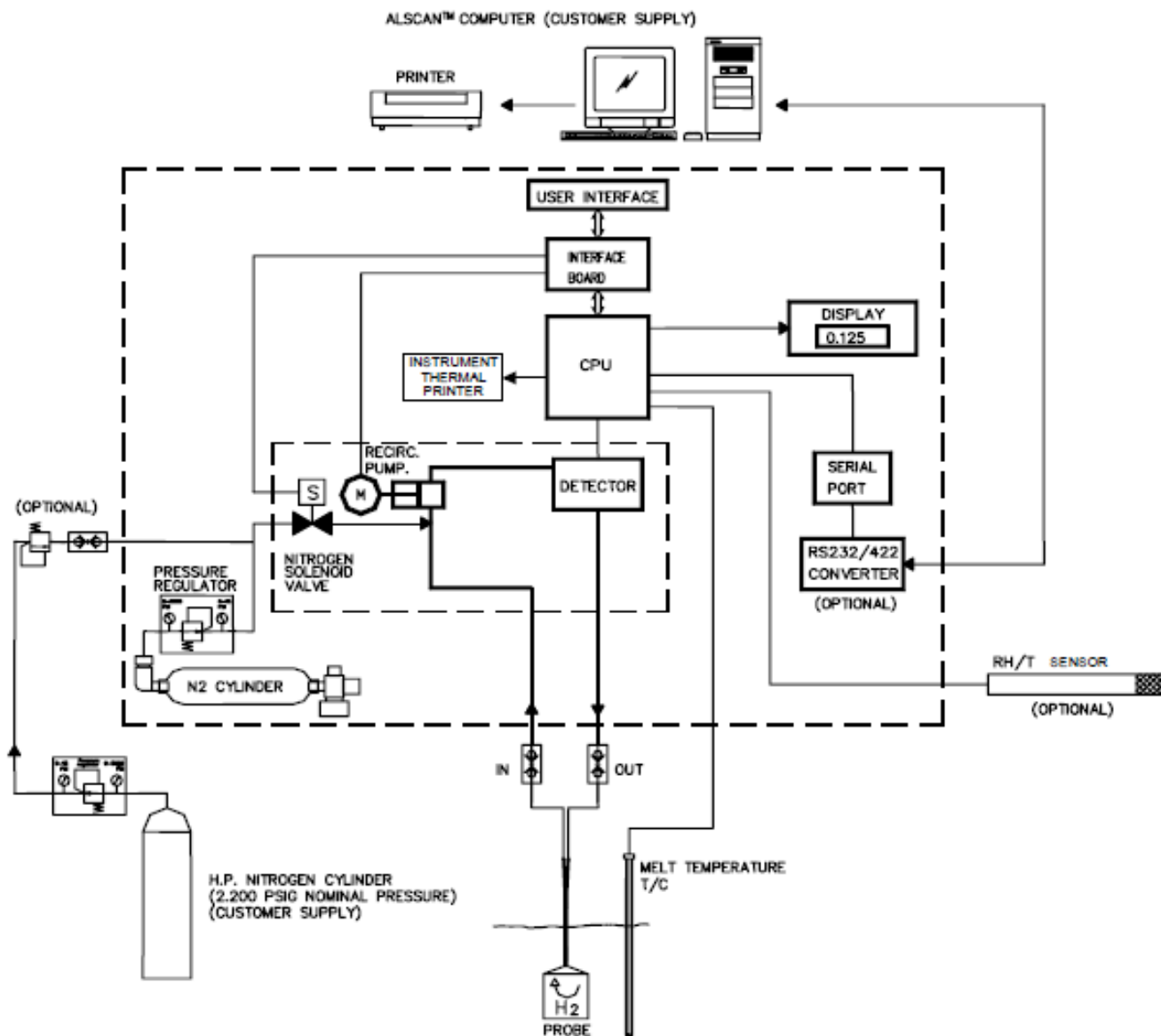


Fig. 12. Esquema representativo del proceso para medir la concentración de hidrógeno con ayuda del AISCAN™. Los accesorios opcionales no se incluyeron en el experimento.

En la Figura 13 se presenta un esquema del crisol, del rotor y de las posiciones y distancias del sistema, las cuales se detallan en la Tabla 3.

En cuanto se obtenía la concentración inicial hidrógeno, el paso siguiente era introducir el rotor con el flujo de gas correcto y, una vez que estaba a la altura indicada se iniciaba la rotación a 250RPM durante 12min (ver Figura 14), de igual manera, al paso del tiempo indicado se retiraba el rotor para determinar

nuevamente la concentración de hidrógeno y obtener el valor de $[H_{final}]$; la caída de temperatura en el proceso de desgasificación fue de aproximadamente 30°C .

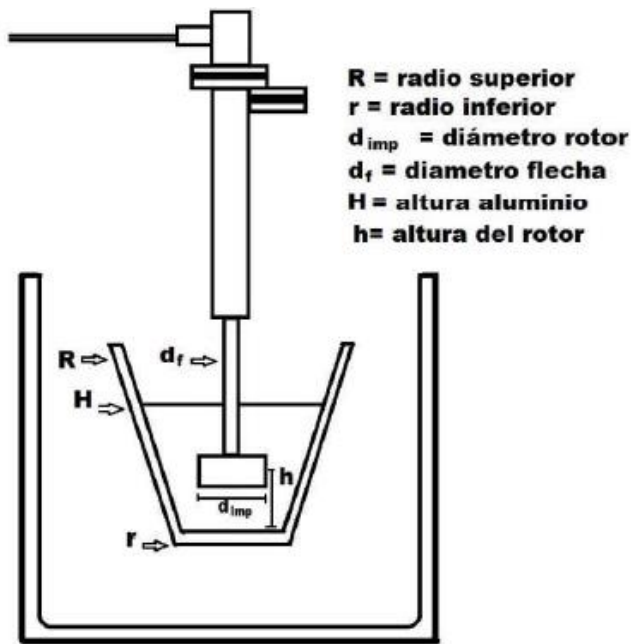


Fig. 13. Esquema de la distribución del rotor en el aluminio líquido así como las distancias consideradas. Figura tomada de la referencia [6].

Tabla 3. Dimensiones del rotor y crisol representados en la Figura13.

	Dimensión (cm)
Radio superior (R)	7.25
Radio inferior (r)	4.75
Diámetro de rotor (d_{imp})	4.5
Diámetro de la flecha (d_f)	2.05
Altura del baño de aluminio (H)	13.5
Altura del rotor (h)	4.5



Fig. 14. Desgasificación con rotor inyector de grafito, usando Ar.

Para construir la curva de cinética de desgasificación se repetía el mismo proceso, es decir, se volvía a gasificar el fundido con 1L de agua, para saturar de nuevo con hidrógeno al fundido, y luego se desgasificó por 5 y 1min. Se midió la concentración final de hidrógeno lograda con esos tiempos de desgasificado para tener valores de contenido de hidrógeno a los 0, 1, 5 y 12min.

Una vez con todos los datos de concentración de un rotor a los 0, 1, 5 y 12 minutos de purgado, se cambió el rotor de la base de la flecha para evaluar los todos los diseños estudiados y se repitió el procedimiento descrito para tener la curva cinética de desgasificado de cada diseño de rotor.

Cabe mencionar que los dos factores que no pudieron mantenerse constantes de manera exacta fueron la concentración inicial de hidrógeno y la temperatura al final del desgasificado, la cual disminuía aproximadamente 20°C; debido a esto existieron variaciones en el valor numérico de las concentraciones y un error experimental asociado a este complejo procedimiento. En el caso de las concentraciones, este problema se eliminó al usar concentraciones adimensionales, dividiendo cada concentración entre la concentración inicial, por lo que todas las pruebas partieron de un contenido de hidrógeno adimensional de uno.

2.1.1 Manejo del Software del AISCAN™.

El software Alscan™ proporciona comunicación entre los instrumentos Alscan™ y un ordenador externo. Permite configurar los instrumentos del Alscan™, la descarga de datos para la posterior revisión y análisis. Una vista del software desplegado en la pantalla del ordenador se presenta en la Figura 15.

El software es compatible con equipos que ejecutan los sistemas operativos Windows 2000, NT y 98. Un ordenador puede controlar tantos analizadores como su número de puertos serie lo permita.

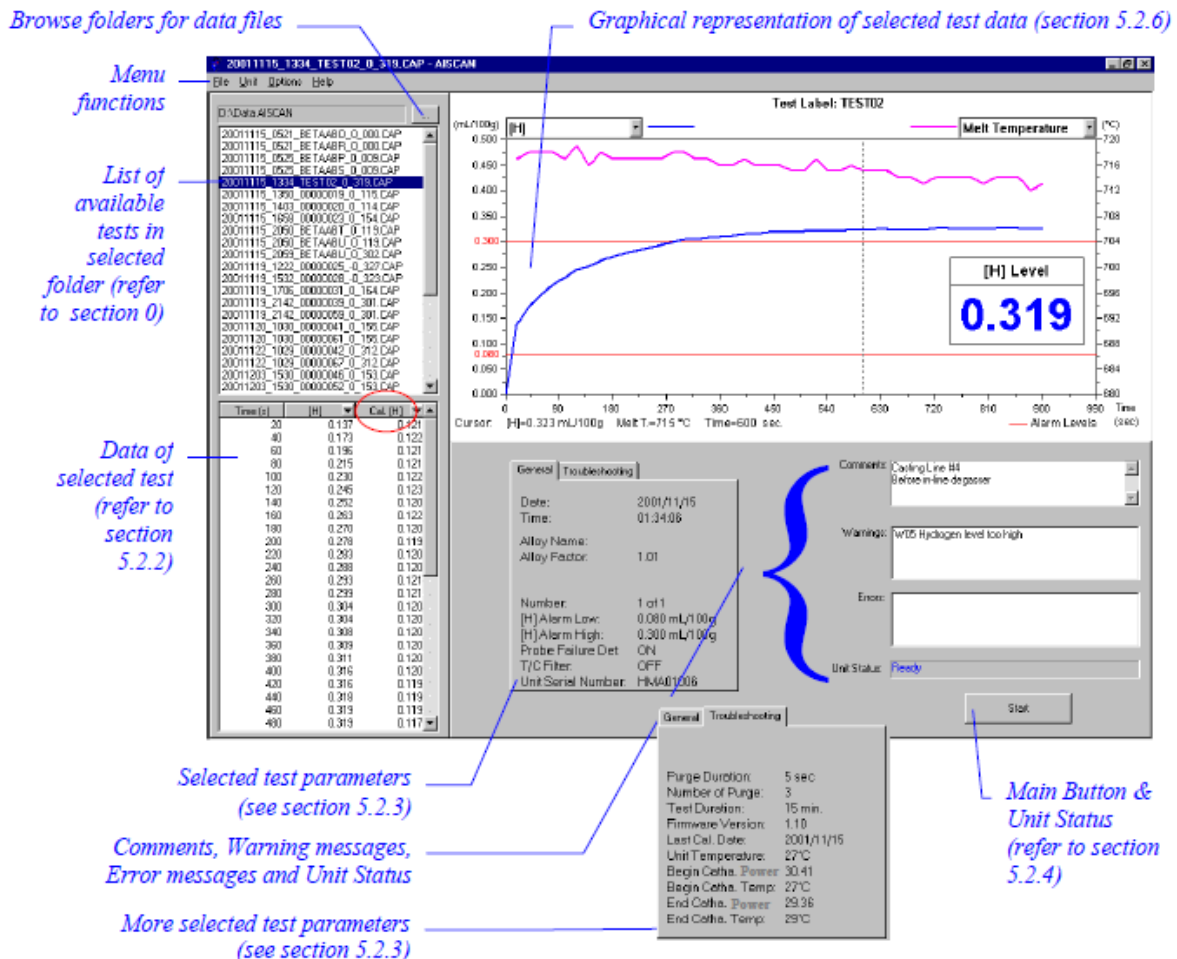


Fig. 15. Pantalla principal con la descripción de cada opción.

Para comenzar a correr una prueba se debe de calibrar el equipo, con la selección de "Calibration ...", el cual es un elemento del menú y trae el cuadro de

diálogo central de la Figura 16, desde la cual las siguientes funciones están disponibles.

Al seleccionar "Guardar la calibración del instrumento a un archivo" y hacer clic en OK, trae un cuadro de diálogo de navegación de archivos que permite especificar el nombre de la carpeta y el archivo en el que se guardarán los datos de calibración almacenados en el instrumento en el equipo.

Al seleccionar "Cargar la calibración en el instrumento" y hacer clic en OK, trae un cuadro de diálogo de navegación de archivos que permite especificar el nombre de la carpeta y el archivo desde el que se cargará la calibración del instrumento.

Al seleccionar "Verificar parámetros de calibración" trae el cuadro de diálogo izquierda de la Figura 16. La selección de "parámetros de calibración de pantalla (ki, Kf)" trae el diálogo de la derecha de la Figura 16.

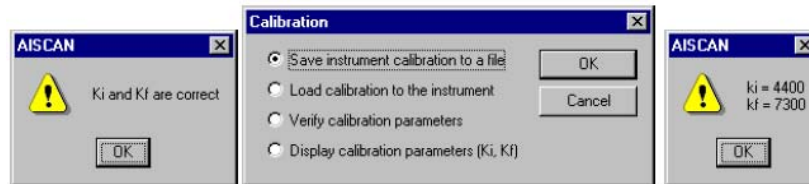


Fig. 16. Diálogos de calibración.

La unidad Alscan™ se suministra con un disco que contiene el archivo de calibración. El nombre del archivo es el número de serie de la unidad con la extensión CAL (por ejemplo, en la Figura 17 se ve el archivo HMA01185.cal). Se recomienda copiar este archivo de calibración en el disco duro del ordenador.

El archivo de calibración contiene el factor de calibración de dos: ki y Kf. El número temp_th no se utiliza. El archivo contiene también la fecha y hora de calibración. El archivo está en formato ASCII. Se puede abrir con el software Bloc de notas. Un ejemplo de este archivo se muestra en la Figura 17.

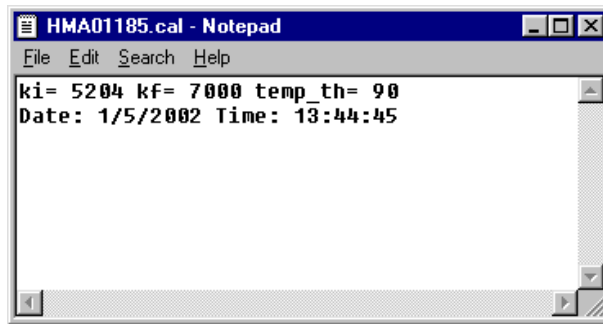


Fig. 17. Archivo de calibración.

Una vez calibrada la unidad se procede a establecer los parámetros de operación, se pueden ahorrar este paso y trabajar con los parámetros ya establecidos, pero se tienen que verificar algunos parámetros como el número de pruebas. En este caso sólo era necesaria una prueba. Otra cosa muy importante es el factor de corrección de la aleación. Al trabajar con aluminio puro el factor de corrección es 1, pero se tiene que asegurar que se está trabajando con el factor correcto; los demás parámetros se dejan como se muestra en la Figura 18 por la experiencia de anteriores usuarios del equipo. Al terminar de hacer cambio se da clic en “save” y se cierra la ventana.

Al tiempo en el que se tiene listo el aluminio líquido, ya sea para determinar la concentración inicial o final se introduce al baño de aluminio el brazo del Alscan™ con la sonda y el termopar a la misma altura, cuidando que estén bien sujetos al brazo.

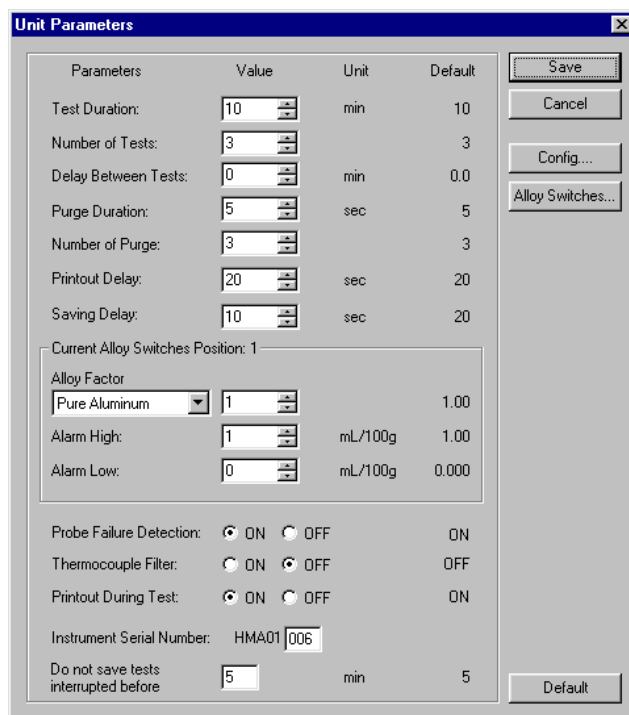


Fig. 18. Diálogos de parámetros de la unidad.

Inmediatamente se puede iniciar la prueba, ya sea seleccionando la opción de “start” en la ventana principal (Figura 15) o directamente en el equipo, oprimiendo el botón negro de encendido.

En la parte inferior derecha de la ventana principal se observará el avance de la prueba, al inicio hace tres purgas de nitrógeno y al terminar comienza la agitación para determinar la concentración de hidrógeno en el aluminio. Se tiene que tener sumo cuidado en este paso ya que el brazo del equipo comienza a moverse de un lado a otro y puede chocar con las paredes del crisol ocasionando una ruptura de la sonda y, por ende, una mala lectura de concentración, además de que las sondas son muy caras. Se recomienda guiar manualmente la agitación del brazo para evitar el que choque con las paredes del crisol.

El programa construirá una gráfica, como se muestra en la Figura 19, a la derecha y también mostrará los valores numéricos (Figura 19 izquierda) en donde se observa la evolución de la temperatura (línea rosa) y la concentración (línea azul) con respecto al tiempo. Si la concentración se hace asintótica (línea horizontal) con el tiempo ya no cambia y en dos mediciones se puede parar la

prueba al seleccionar “stop test” en la ventana principal, por otra parte, si la concentración sigue variando se recomienda dejar que la prueba se termine después de los 10 minutos previamente seleccionados en los parámetros de la unidad.

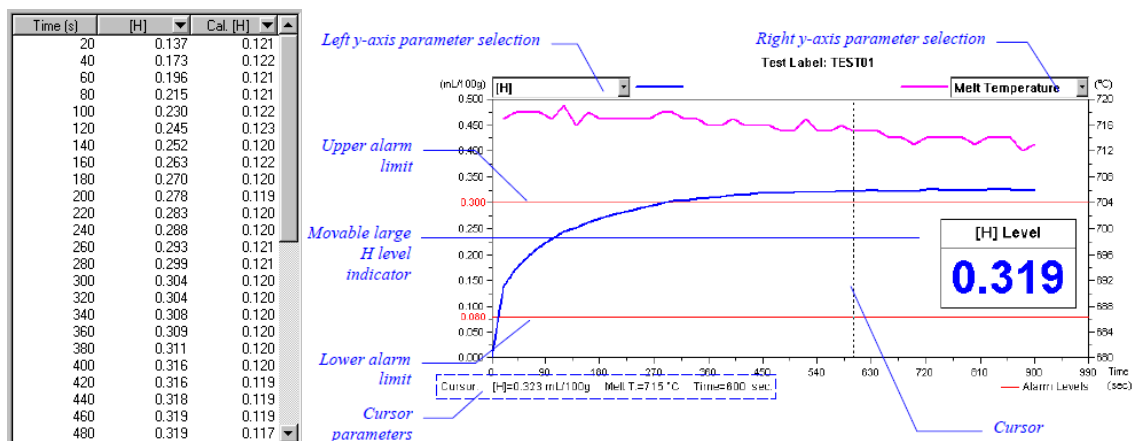


Fig. 19. Datos y la gráfica obtenida al realizar la prueba.

El siguiente paso es dar nombre al archivo para identificarlo y tener un mejor manejo de datos. Para esto se selecciona la prueba como se muestra en la Figura 20, la cual tiene la siguiente estructura:

yyyymmdd_hhmm_nnnnnnnn_0_vvv.CAP

En donde el primer grupo de números se refiere a la fecha, el segundo a la hora, el tercero a la etiqueta de la prueba y, por último, el valor de la concentración final de la prueba. Una vez seleccionada la prueba se va a “File” y después a la opción de “Test label”, en donde se le da un nombre al archivo no mayor a 15 caracteres.

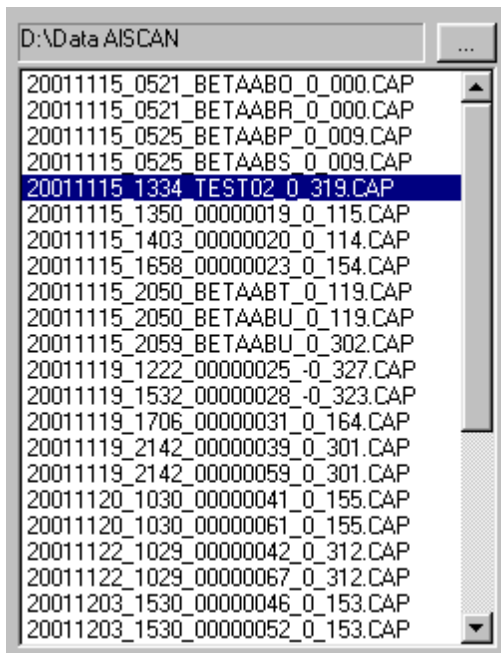


Fig. 20. Ventana en donde se encuentran las pruebas guardadas en el ordenador.

Por último, para iniciar otra prueba sólo es necesario oprimir “start” y volver a repetir los pasos anteriores. Los archivos se pueden extraer desde la computadora siguiendo la siguiente la ruta: “C:\Program Files\AISCAN\Data AISCAN”, en donde se encuentran en formato de block de notas.

Capítulo 3. Resultados y análisis de resultados.

En la Figura 21 se muestra, a manera de ilustración, una típica medición de hidrógeno con la gráfica que reporta el Alscan después de 10min de prueba. La línea rosa es la temperatura del metal que durante la medición se mantuvo más o menos constante entre los 725 y 730°C, lo cual demuestra que el horno de resistencias preserva la temperatura y las pruebas fueron controladas, lo cual es de suma importancia en este caso, en particular donde la temperatura afecta considerablemente la solubilidad del hidrógeno. La línea azul muestra el contenido de hidrógeno, donde se nota que al final de la prueba ésta variable marca un comportamiento asintótico, lo cual es garantía de la validez de la prueba ya que el valor mostrado de 0.258mL/100 g llega al equilibrio al final del desgasificado. El caso que se presenta es el del rotor de nuevo diseño a los 5min de purgado.

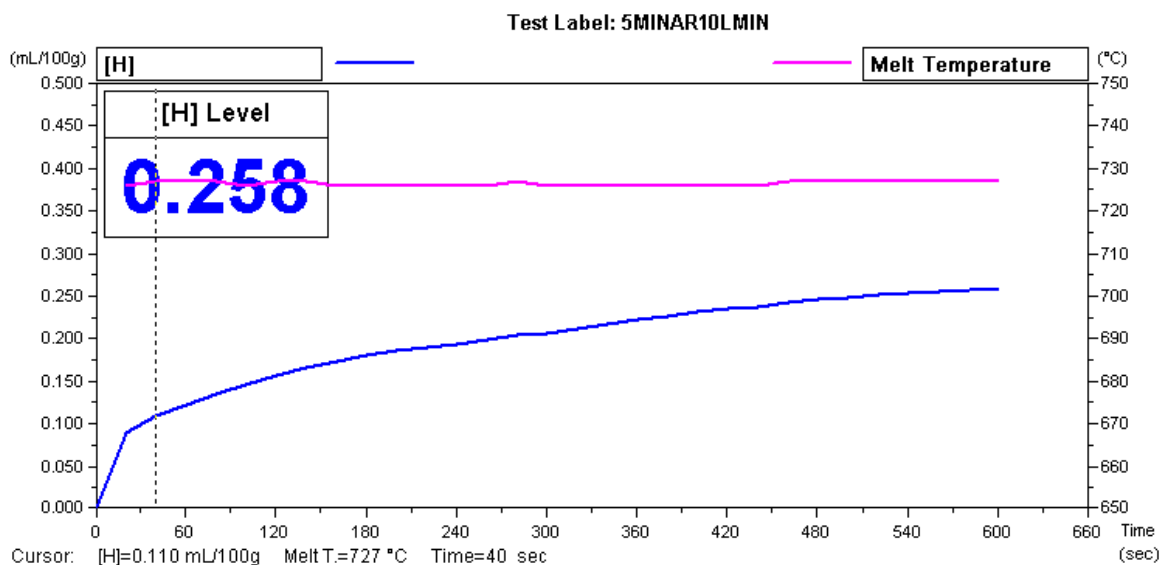


Fig. 21. Medición con el AISCANTM. Se grafica la temperatura (°C) del aluminio líquido y la concentración de hidrógeno (mL/100g) contra el tiempo que duró la prueba.

En las Figuras 22, 23 y 24 se presentan las mediciones de temperatura (símbolos sin llenar) y de contenido de hidrógeno (símbolos llenos) a 1, 5 y 12 minutos de desgasificado para el rotor de nuevo diseño (Figura 22), rotor comercial muescado (Figura 23) y rotor comercial liso (Figura 24)

respectivamente. El cambio en la temperatura del aluminio líquido se presenta para su identificación adicional con líneas punteadas, mientras que la evolución de la concentración de hidrógeno con líneas continuas. Se usó color verde para identificar la prueba que mide la concentración después de 12min de desgasificado, el color azul para la prueba de 5min de desgasificado y el rojo para la de 1min; estos colores también corresponden al cambio en la temperatura. La Tabla 4 presenta los valores de contenido inicial de hidrógeno, contenido final de hidrógeno a los 1, 5 y 12min de desgasificado para los tres rotores estudiados.

Como se aprecia, hubo gran dispersión en el contenido de hidrógeno inicial. Por eso, y de acuerdo a lo descrito previamente en la metodología, se decidió trabajar con valores adimensionales en todas las figuras reportando el contenido de hidrógeno, lo que se obtiene dividiendo el contenido de hidrógeno final $[H_f]$ en cada tiempo entre el contenido inicial de hidrógeno $[H_0]$ previo a la purga de cada experimento.

De esta manera, se obtienen las curvas de cinética de desgasificado de cada rotor (que se presenta en la Figura 25) y en donde es fácil comparar las cinéticas de desgasificado ya que los contenidos de hidrógeno son adimensionales. Con esta gráfica es posible comparar el desempeño de los rotores a pesar de que no se parta en cada experimento con el mismo contenido de hidrógeno.

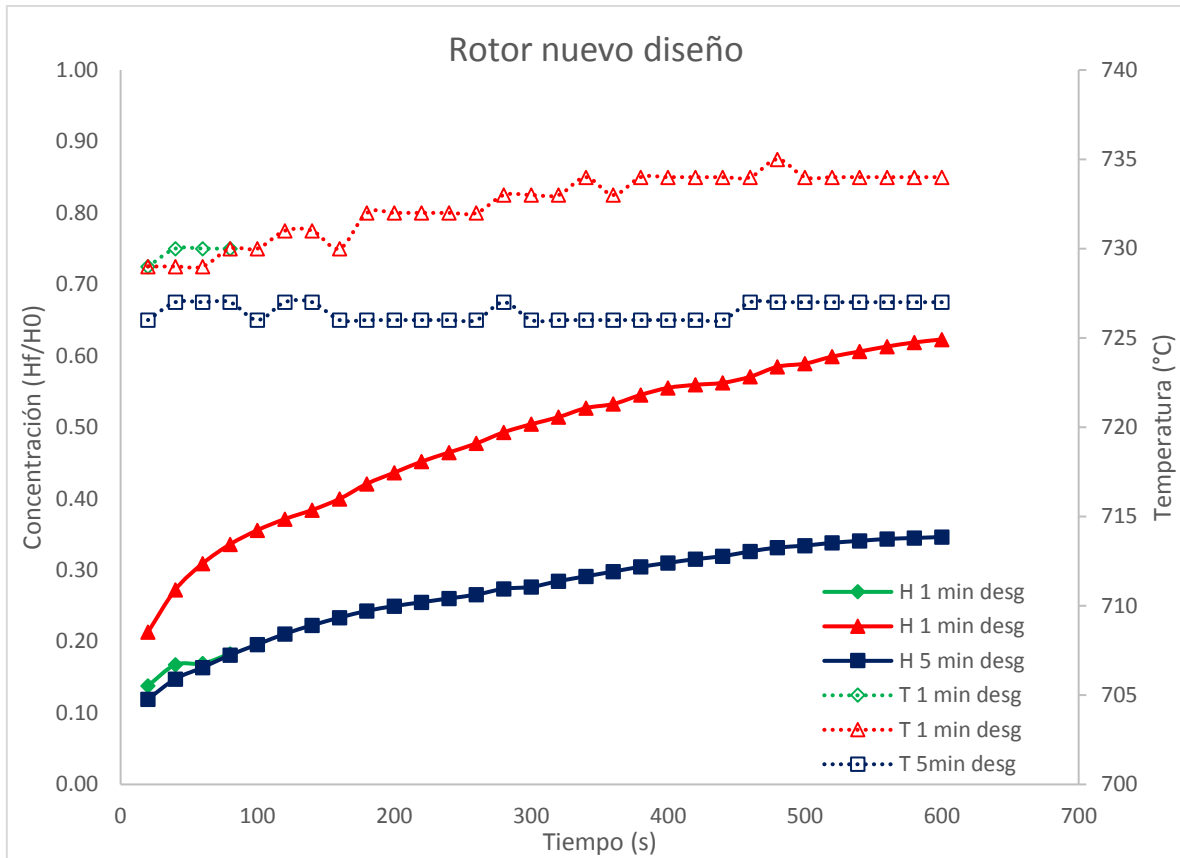


Fig. 22. Representación del cambio de la temperatura (líneas punteadas) y concentración adimensional de hidrógeno (líneas continuas) en el aluminio líquido. En esta gráfica se muestran los resultados obtenidos del equipo AISCANTM después de cada prueba de degasificación usando el rotor de nuevo diseño.

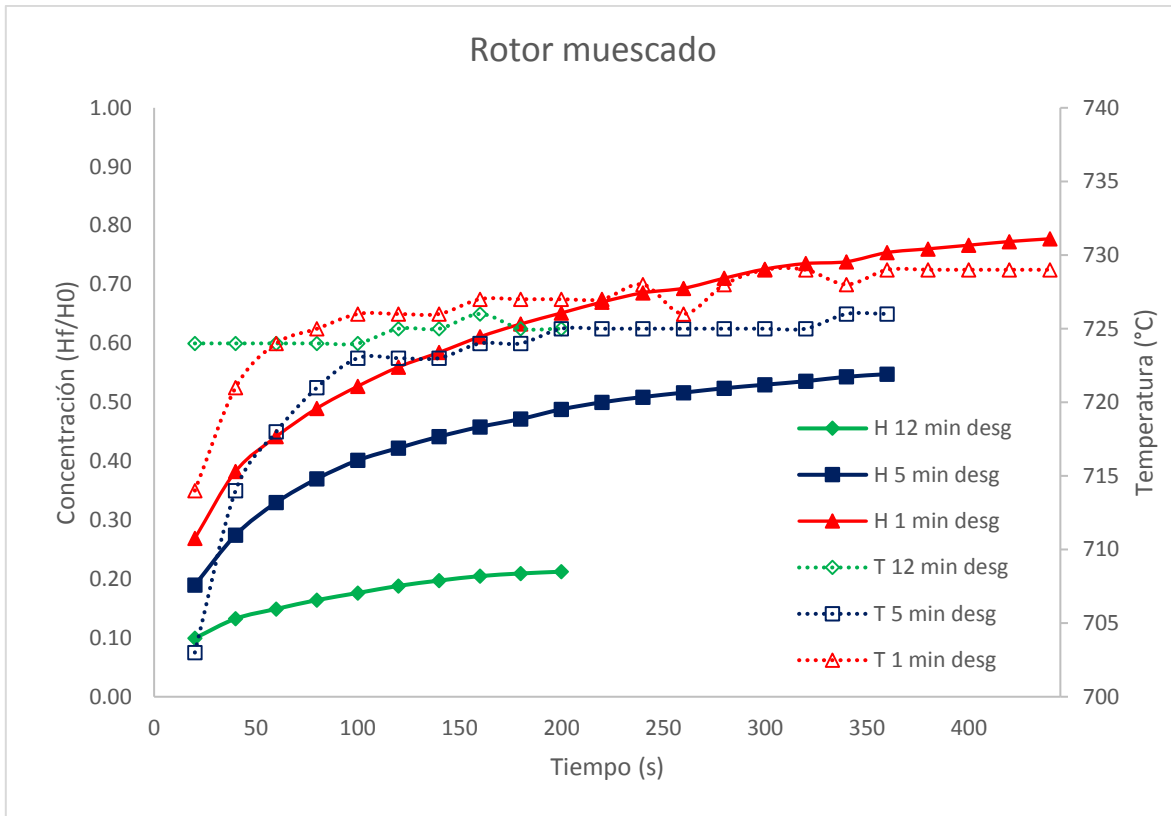


Fig. 23. Representación del cambio de la temperatura (líneas punteadas) y concentración adimensional de hidrógeno (líneas continuas) en el aluminio líquido. En esta gráfica se muestran los resultados obtenidos del equipo AISCANTM después de cada prueba de desgasificación usando el rotor muescado.

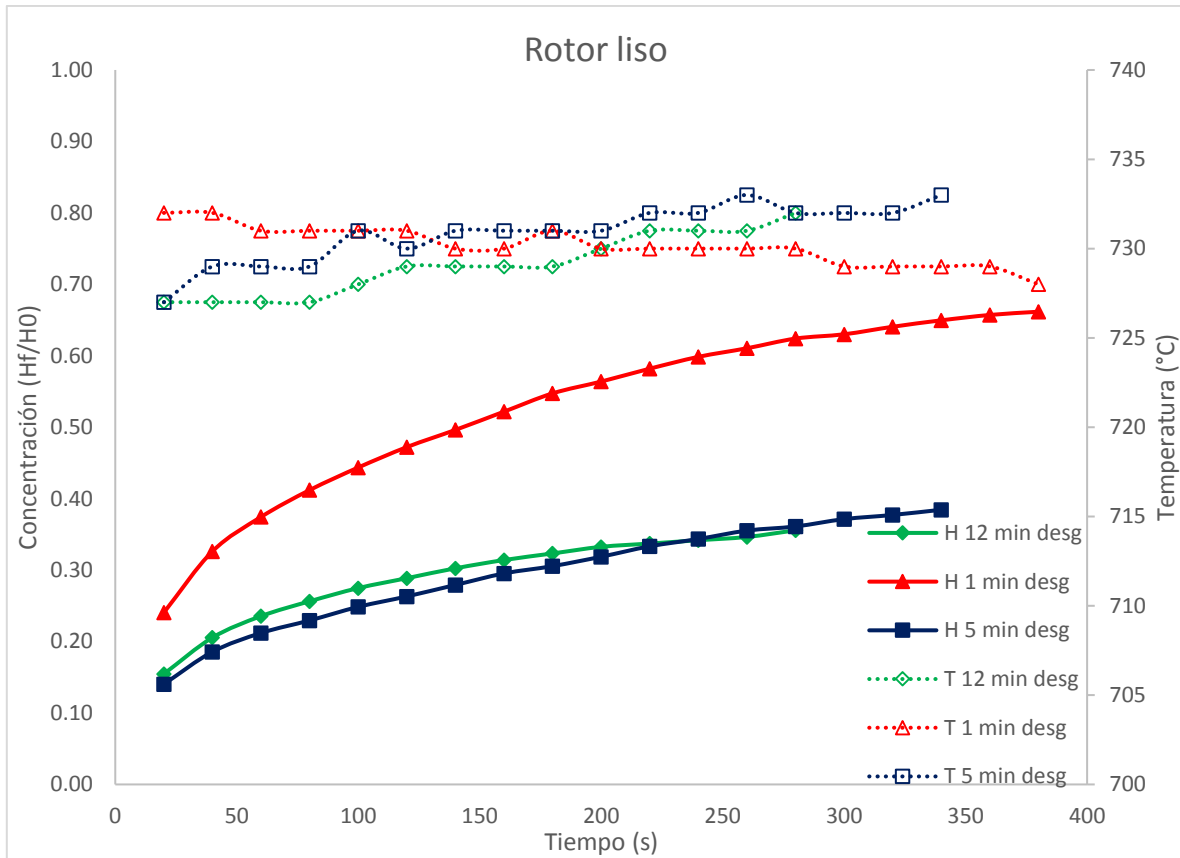


Fig. 24 Representación del cambio de la temperatura (líneas punteadas) y concentración adimensional de hidrógeno (líneas continuas) en el aluminio líquido. En esta gráfica se muestran los resultados obtenidos del equipo AISCANTM después de cada prueba de degasificación usando el rotor liso.

Tabla 4. Resultados de concentración inicial y final de hidrógeno para cada prueba de cada uno de los rotores.

Tiempo de degasificación (s)	Rotor nuevo diseño Con. (mL/100g)			Rotor muescado Con. (mL/100g)			Rotor liso Con. (mL/100g)		
	[H ₀]	[H _i]	[H _i]/[H ₀]	[H ₀]	[H _i]	[H _i]/[H ₀]	[H ₀]	[H _i]	[H _i]/[H ₀]
0	0.579	0.579	1.00	0.664	0.664	1.00	0.433	0.433	1.00
60	0.708	0.442	0.62	0.643	0.500	0.77	0.665	0.440	0.66
300	0.745	0.258	0.35	0.670	0.367	0.54	0.684	0.263	0.38
720	0.579	0.106	0.18	0.664	0.141	0.21	0.433	0.154	0.36

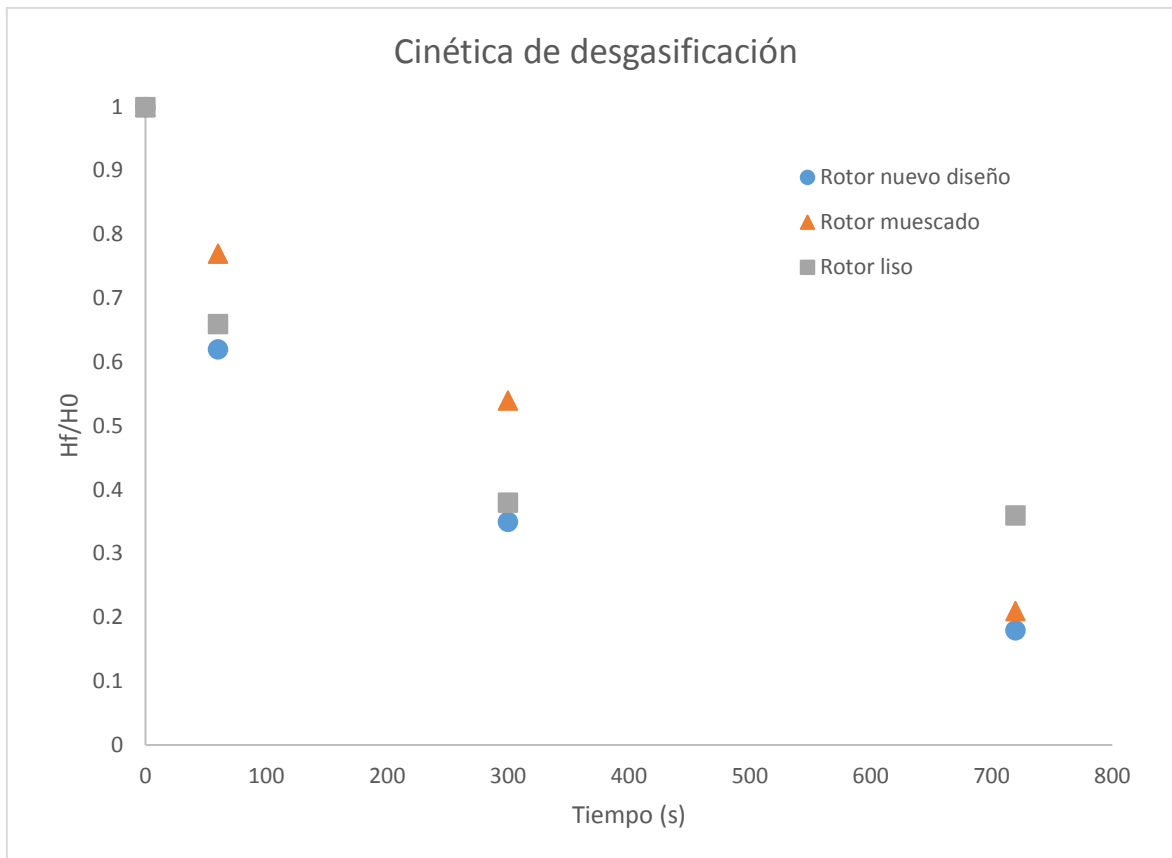


Fig. 25. Representación de la cinética de deshidrogenación adimensional de los tres diseños de rotor utilizados.

A continuación se presenta un análisis de resultados recientemente mostrados para cada rotor.

- Rotor nuevo diseño:

Observando la curva para determinar la concentración de hidrógeno después de 12min de desgasificado, mostrada en la Figura 22; es evidente que sólo se hicieron 4 mediciones de concentración y de temperatura, esto es porque la temperatura solo varió 1°C y la concentración se repitió dos veces, por este motivo se decidió parar la prueba ya que la cantidad de hidrógeno se había estabilizado.

Para el comportamiento de la prueba de determinación de hidrógeno después de 5 minutos de desgasificación, se puede ver que la temperatura varió entre 726°C y 727°C durante los 10min de medición. La concentración de

hidrógeno incrementaba constantemente, hasta que se estabilizó en las últimas mediciones, esta curva está por encima de la curva de 12min de desgasificado, lo que indica que la concentración en todo momento es mayor debido a que el tiempo de inyección de argón es menor.

La curva de temperatura en la prueba de determinación de hidrógeno después de 1 minuto de desgasificado, mostrada en la Figura 22, no fue constante: incrementaba y provocaba un aumento en la solubilidad del hidrógeno, lo cual puede afectar al momento de hacer la curva de cinética de desgasificación. En cuanto a la cantidad de hidrógeno disuelto, se nota que es mayor que las otras dos pruebas, es de esperarse este resultado, ya que tan sólo fueron 60s de tratamiento; aunque la concentración no se estabilizó por completo la variación en los últimos dos puntos fue muy pequeña.

- Rotor muescado:

Los resultados mostrados en la Figura 23 para la determinación de hidrógeno después de 12min de desgasificación describen un comportamiento normal de la curva, la concentración se estabilizó al paso de 200s y la temperatura sólo varió 2°C durante la prueba.

La curva de determinación de hidrógeno después de 5min de desgasificación (color azul) tiene una buena tendencia; por otra parte, la temperatura comenzó a subir lentamente hasta estabilizarse y no fue por un mal funcionamiento del termopar, sino porque había una masa solidificada de aluminio en el electrodo, lo que ocasionó una variación en la lectura de la temperatura ya que primero se tenía que fundir el aluminio solidificado. En consecuencia se tuvo una interferencia en la lectura de temperatura los primeros 2min de prueba. Una vez superados los dos minutos de prueba, la temperatura se estabilizó junto con la concentración al paso de 8min.

La concentración de hidrógeno después de 5min de desgasificado resultó ser mayor a la concentración después de 12min de tratamiento, lo que indica una buena concordancia con la hipótesis.

En lo que refiere a la curva que describe la determinación de hidrógeno después de 1min de desgasificado, se puede apreciar que la temperatura, que está representada por la curva roja punteada, tiene un comportamiento similar al de la curva azul punteada de la misma figura. Se volvió a presentar la misma interferencia en la lectura de la temperatura debido a la interacción de una masa sólida en el baño líquido. De igual forma, la temperatura y concentración se estabilizaron.

- Rotor liso:

En la Figura 24 se muestran los resultados de la concentración adimensional de hidrógeno y temperatura en función del tiempo. La prueba de 12min de desgasificado mostró una buena tendencia, sólo que durante los primeros 200s de prueba la concentración de hidrógeno se mantuvo por encima de la concentración de la curva de 5min de desgasificación, dicho comportamiento se acompaña con un incremento de 5°C en la temperatura. Esto se puede apreciar en la figura antes mencionada.

Por otra parte, la determinación de la concentración de hidrógeno de 5min de desgasificado arroja un valor superior al de la prueba de 12min, donde al final la curva se estabilizó; cabe destacar que al igual que la curva de color verde, esta prueba va acompañada por un incremento en la temperatura de 6°C, lo cual ayudó a que la solubilidad aumentara y que terminara siendo ligeramente mayor a la concentración de 12min de desgasificado.

En la prueba para determinar la concentración de hidrógeno después de 1min de desgasificado, la temperatura disminuye 4°C, pero la concentración mantiene una tendencia creciente pero se estabiliza en los últimos dos valores. Esta concentración, como era, de esperarse fue superior a las otras dos pruebas.

- Cinética de deshidrogenación:

En cuanto a los resultados de la Tabla 4, se puede apreciar que la concentración inicial para cada una de las pruebas de los 3 rotores nunca fue del mismo valor, pero como ya se ha mencionado anteriormente, se usaron

concentraciones adimensionales con el propósito de comparación. Es difícil llegar a un valor inicial constante debido a que la cantidad de humedad que se agregó con el atomizador no fue constante y a que es difícil garantizar repetibilidad en la concentración inicial de hidrógeno; asimismo, la masa y temperatura del aluminio líquido no eran exactamente constantes debido a inercias térmicas y a la formación de escoria, ya que era retirada constantemente, aunque estas variaciones fueron mucho menos significativas que la variación en el contenido inicial de hidrógeno. Lo anterior afecta directamente a los resultados y se ven reflejados en la Figura 25. Las curvas cinéticas presentan un comportamiento típico de un decaimiento exponencial, propia de las cinéticas de primer orden tal y como ha sido ampliamente reportado en la literatura especializada para el caso de la deshidrogenación de aluminio líquido.

El descenso de la concentración adimensional de hidrógeno en función del tiempo para el rotor de nuevo diseño, representada por los círculos de color azul, resultó ser la más pronunciada y por lo tanto este rotor es el más eficiente de los tres. La geometría de sus aspas con ángulos agudos provoca un mayor efecto cortante en el aluminio líquido para propiciar la formación de burbujas pequeñas, mayor agitación y convección además de una mayor turbulencia que ayuda a la dispersión de las burbujas en toda la masa de aluminio líquido.

El rotor liso, representado por los cuadros grises, se acercó mucho al comportamiento del rotor de nuevo diseño, aunque su concentración siempre se mantuvo mayor a la de éste. Los puntos correspondientes a 12 y 5min casi tienen el mismo valor de concentración adimensional y esto es debido a que la concentración inicial fue de 0.433mL/100g para la prueba de 12min en relación a los 0.684mL/100g de concentración inicial para la prueba de los 5min; en consecuencia, al realizar el cálculo de concentración adimensional, la proporción fue similar (ver Tabla 4).

Otra causa por la cual no se apreció una diferencia marcada en los resultados mencionados en el párrafo anterior fue que la temperatura aumentó 5°C (ver Figura 24) en la medición de la concentración de hidrógeno después de

12min de tratamiento, acompañado de una concentración inicial relativamente menor.

Los resultados del rotor muescado, representados por triángulos anaranjados en la Figura 25, mostraron un comportamiento menos eficiente que los otros dos rotores. Cabe mencionar que los puntos para 1 y 5min se repitieron para que se tuviera una mejor tendencia en la curva.

En cuanto al comportamiento del punto de 12min de desgasificación con el rotor muescado, el cual no concuerda con la tendencia de la curva; se tiene que el valor de la concentración inicial de hidrógeno fue alta, de 0.664mL/100g. Para el mismo tiempo de tratamiento pero del rotor liso, se tiene que la concentración inicial de hidrógeno es de 0.443mL/100g. Esta diferencia en las concentraciones iniciales hace que la comparación sea difícil y que la cinética de desgasificación no presente el comportamiento esperado.

El rotor estándar liso fue más eficiente que el rotor estándar muescado, en este caso fue contradictorio a trabajos anteriores, lo cual se puede explicar por una variación en la composición química dentro del aluminio al inicio del experimento.

En este experimento no se puede ver el tamaño de la burbuja creada por el rotor; no obstante, por trabajos previos de modelado físico se sabe que la burbuja es pequeña y aumenta la superficie de contacto para promover un mayor transporte de masa y así eliminar el hidrógeno. Además de la información proporcionada por el equipo, otra evidencia de la deshidrogenación es que al salir el hidrógeno del aluminio a alta temperatura hace combustión y se ven pequeñas flamas saliendo de la superficie del aluminio. La Figura 26 muestra este fenómeno.

La razón por la cual los resultados del rotor nuevo son mejores es porque la geometría de las aspas del rotor (ver Figura 8-a) transfieren mayor energía mecánica al sistema promoviendo un mayor momentum radial y, por ende, burbujas de argón más pequeñas, aumentando la superficie de contacto entre el argón e hidrógeno; así se favorece el transporte de masa por convección de la

especie H desde el seno del metal líquido hasta la intercara metal líquido/burbuja. Los patrones de flujo convectivos que no se conocen a detalle deben ser diferentes de acuerdo al diseño del rotor y, aparentemente, el nuevo diseño proporciona un patrón de flujo adecuado que provee la circulación de fluido que maximiza el transporte de masa.

Otro aspecto a considerar es que el nuevo rotor produce un flujo turbulento debido a la velocidad angular, lo que ayuda a incrementar el tiempo de residencia de la burbuja porque su fuerza boyante es menor a la fuerza de arrastre del líquido, promoviendo una mejor dispersión de las burbujas de argón en todo el volumen del metal líquido [5].

Los rotores comerciales no son capaces de promover un flujo turbulento mayor que el nuevo diseño a la velocidad de rotación y flujo de gas utilizados. Probablemente la geometría del rotor liso no ejerce una fuerza de corte en el metal líquido suficiente para romper el flujo de gas en burbujas pequeñas, por lo que el tiempo de residencia disminuye [6]. Las muescas del rotor comercial mejorado incrementan esta fuerza cortante, pero no es suficiente para alcanzar los resultados del nuevo diseño de rotor.



Fig. 26. Explosión emergente del aluminio causada por la combustión de H_2 .

Capítulo 4. Conclusiones.

- El rotor inyector de nuevo diseño resultó ser el más eficiente de los tres modelos usados en esta prueba, ya que promueve la eliminación de hidrógeno en un menor tiempo.
- La eficiencia del rotor nuevo se puede deber a uno o varios de los siguientes aspectos mejorados (aunque pruebas en modelado físico y/o matemático pueden dar luz que factores se mejoran con el nuevo rotor): a) promueve un flujo más turbulento en todo el volumen del aluminio líquido, reduciendo las zonas muertas, b) el tiempo de residencia de las burbujas de argón en el aluminio se incrementa, o c) promueve burbujas más finas y mejor distribuidas en el fundido, lo que incrementa la intercara burbuja/metal.

Capítulo 5. Trabajo Futuro.

- Es necesario repetir algunas pruebas que tuvieron problemas experimentales usando el rotor con muescas y liso, con lo cual esperamos que los nuevos datos obtenidos muestren mayor congruencia.
- La temperatura durante la prueba, la masa de aluminio y la concentración inicial son variables que se deben de controlar mejor al realizar pruebas posteriores. Las inercias térmicas fueron provocadas por el precalentamiento y fusión del aluminio en el horno de quemador, ya que en este horno no se puede controlar la temperatura, por lo que las nuevas pruebas deben hacerse exclusivamente en el horno de resistencia sin pasar por el horno de gas.

Capítulo 6. Bibliografía

- [1].Sighworth, G. K. “A Scientific Basis for Degassing Aluminium”. *Reading Foundry products*. Exton. PA. pp 73-78.
- [2].Camacho-Martínez, J. L., Ramírez-Argáez, M. A., “Physical Modelling of an Aluminium Degassing Operation With Rotating Impellers – A Comparative Hydrodynamic Analysis”, Taylor and Francis Group. *Materials and Manufacturing Processes*, 2010. pp. 581-591.
- [3].Sigworth, G. K.; Engh, T.A. “Chemical and kinetic factors related to hydrogen removal from aluminum”. *Metallurgical Transactions B* 1982, 13B, 447–460.
- [4].Sántos Méndez, V. A. A. (2016). *Optimización de una olla de desgasificado equipada con el rotor inyector mediante modelado físico* (Tesis de licenciatura). Universidad Nacional Autónoma de México. Mexico, CDMX.
- [5].Rámos Gómez, E. A. (2011). *Modelado físico y matemático del desgasificado de aluminio líquido equipado con rotor-inyector*. (Tesis de maestría). Universidad Nacional Autónoma de México. Mexico, D. F.
- [6].Hernández Hernández, M. (2015). *Estudio de la cinética de desgasificación de aluminio con rotor inyector variando el punto de inyección de gas y el diseño del rotor asistido por modelado matemático y planta piloto*. (Tesis de doctorado). Universidad Nacional Autónoma de México. Mexico, D. F.

- [7].AISCAN™ User's Manual. ABB Inc. Analytical and Advanced Solutions. Québec, Canada. pp. 28-34.
- [8].Binczewski, G. J.. (1995). *The Point of a Monument: A History of the Aluminum Cap of the Washington Monument*. The Minerals, Metals & Materials Society
Sitio web: <http://www.tms.org/pubs/journals/jom/9511/binczewski-9511.htm>.
- [9].Camacho-Martínez, J. L., Ramírez-Argáez, M. A., "Novel Design For Aluminium Using an Impeller Desgasification Water Physical Model", Taylor and Francis Group. *Materials and Manufacturing Processes*, 2012. pp. 556-560.
- [10].Zhang, L., Lv, X. Wiredu-Damoah, L. N., "Mathematical Modeling on the Removal Of Impurity Elements From Molten Aluminium" Taylor and Francis Group. *Materials and Manufacturing Processes*, 2012. pp. 1-54.
- [11].Saternus, M., Botor, J., "The Physical and Mathematical Model Of Aluminium Refining Process In Reactor URO-200", The Minerals, Metals & Materials Society. *Silesian University Of Technology*, pp. 1-12.
- [12].Warke, V. S., Tryggvason, G., "Mathematical modeling and computer simulation of molten metal cleansing by the rotating impeller degasser Part I. Fluid flow" Elsevier. *Journal of Materials Processing Technology*, 2005. pp. 112-118.
- [13].Totten, G. E.. (2003). *Handbook of Aluminium*.Vol. 1, Physical Metallurgy and Processes. N. Y.: Marcel dekker Ink. pp. 644-664.
- [14].Ransley, C. E., Neufeld, H., "The solubility of hydrogen in liquid and solid aluminum." *J. Inst. Metals*, pp. 599-620.

- [15].Szekely, A. G., "The Removal of solid particles from molten aluminum in the Spinning Nozzle Inert Floatation process." *Met. Trans* 1976, 7B, pp. 259-270.
- [16].Engh, T. A., Pedersen, T., "Removal of hydrogen from molten aluminum by gas purging. *Light Metals.*" *Metal. Soc. AIME*, 1984, pp. 1329-1344.
- [17].Imabayashi, M., "Stationary concentration of hydrogen in molten aluminum." *J. Japan. Inst. Light Metals* 1972, 22, pp. 120-127.
- [18].Otsuka, R., Tanimoto, S., Toyoda, K., Sakaguchi, M., "Hydrogen removal from molten aluminum by inert gas bubbling." *J. Japan. Inst. Light Metals* 1990, 40, pp. 290-297.