TRATAMIENTO TÉRMICO DE ESPUMACIÓN DE PRECURSORES DE ALUMINIO-SILICIO EN HORNO SOLAR DE LECHO FLUIDIFICADO

L.E. García Cambronero¹, I. Cañadas², J.J. Diaz¹, JM Ruiz Román¹, D. Martinez²

¹Universidad Politécnica de Madrid, ETSI Minas Ríos Rosas 21, 28003 Madrid. luis.gcambronero@upm.es ²PSA-CIEMAT, Apdo. 22, Tabernas 04200, Almería.

Resumen: La fabricación de espumas de aluminio de poro cerrado mediante técnicas pulvimetalúrgias, conlleva una etapa de calentamiento del material (precursor) hasta su fusión y la formación de la espuma. En el presente trabajo, como continuación de los trabajos con energía solar concentrada aplicada directamente a la espumación de precursores Al10Si+0.8%TiH₂, se han sometido al tratamiento de espumación en un horno solar de lecho fluidificado con el objetivo de obtener un tratamiento en volumen más homogéneo y uniforme, de manera que se puedan determinar la viabilidad del tratamiento, el procedimiento y los tiempos de residencia necesarios para llevar a cabo este proceso de manera discontinua o preindustrial. Así se han obtenido espumas $0,68 \text{ g/cm}^3$ de densidad sin colapso de poros o decantación de aluminio, si bien como consecuencia del calentamiento preferencial por la base del molde, las espumas obtenidas presentan un tamaño de poro ligeramente más grande en la base de la espuma.

1.- INTRODUCCION.

La obtención de espumas de aluminio a partir de precursores obtenidos mediante la vía de fusión o la vía Pulvimetalurgica requiere su calentamiento а temperaturas superiores a la del aluminio para que la descomposición del agente espumante dispersado en la matriz del precursor, genere el gas que permite la espumación del aluminio fundido [1]. Este tratamiento se realiza en hornos convencionales que limitan el tamaño de la espuma, la velocidad de calentamiento, la dimensión del precursor, etc. Por el contrario, la aplicación de la energía solar concentrada permite aplicar densidades de flujo de hasta 1000 W/cm² [2] sobre el material. En el en el Horno Solar de la PSA se alcanzan densidades de flujo de hasta 300w/cm², aplicables directamente sobre el material a tratar o bien sobre un material absorbedor sobre el que se produzca la transferencia térmica a un fluido portador. Así se ha conseguido espumar en molde cerrado aleaciones comerciales AlSi12+TiH₂ [3] aplicando esta energía solar concentrada. Con este sistema se logra una espumación localizada y principalmente unidireccional. También con la energía solar concentrada, se han obtenido espumas con mármol, o con carbonato cálcico sintético (CaCO₃) como agente espumante [4].

En el presente trabajo, como continuación de los trabajos con energía solar concentrada aplicada directamente a la espumación de precursores Al10Si, se han sometido a estos precursores al tratamiento térmico de espumación en un horno de lecho fluidificado solar para aplicar un tratamiento en volumen más homogéneo y uniforme, de manera que se puedan determinar las condiciones del tratamiento y el procedimiento necesario para llevar a cabo este proceso. El horno realiza el calentamiento de la arena silícea que constituye el lecho, mediante el intercambio a través de las paredes del lecho que ha sido calentado por transferencia térmica en el módulo absorbedor de Si-CSi, sobre el que incide la radiación solar concentrada,

y a su vez, la fluidización del lecho se produce mediante un gas presurizado que es precalentado en un intercambiador mediante aire calentado con el exhausto procedente del absorbedor y que ha calentado previamente las paredes exteriores del lecho [5]. Con anterioridad el calentamiento de lechos con SiC o ZrO₂ se ha realizado de forma directa con radiación solar concentrada [6]. En general este tipo de hornos de lecho fluidificado se destinan a una función de reactores para aplicaciones termoquímicas como reducción, descomposición o gasificación de materiales mediante energía solar directa, en lugar de un precalentamiento del lecho con aire precalentado como el horno empleado en el presente trabajo.



Figura 1. Pesos de los moldes (peso del molde cilíndrico: 63,41g)

2.- PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL. 2.1 <u>Materiales.</u>

El precursor comercial de aluminio empleado corresponde a la aleación AlSi10 con un 0,8% de agente espumante (TiH₂) y una densidad de 2,63 g/cm³. El material es suministrado en barras extruidas en caliente de 10mm de diámetro que son cortados en probetas de trozos de 6cm de altura para su espumación en molde cerrado.

El molde empleado para espumas es de acero inoxidable con unas dimensiones de 60mm del alto y 20mm de diámetro interior. El mismo esta cerrado por dos tapas [3,4] para conocer la influencia de la masa del molde sobre el calentamiento del precursor. Así se utilizo un segundo molde con solo dos espárragos de cierre y un tercer molde de mayor peso y con mayor numero de espárragos de cierre (Figura 1).

El molde lleva incorporado un termopar la parte superior del mismo y en el caso de los moldes 2 y 3 también en su parte inferior. La temperatura que alcanza en su parte superior es la empleada para controlar el tiempo de permanencia en el horno. La operación de introducción del molde en el horno conduce a un ligero enfriamiento del lecho, si bien esta pérdida de temperatura del lecho depende de la masa del molde y de la velocidad de introducción del molde, alcanzándose perdidas inferiores a los 10°C durante menos de 10s, cuando se introduce dentro del lecho.



Figura 2. Curva de calentamiento del horno de lecho fluidizado

2.2 Tratamiento de espumación.

El molde con el precursor es introducido verticalmente en el horno, que permanece abierto durante el ensavo. Entre las dos posibilidades para la realización de los ensayos: dentro o fuera de la arena del lecho, se optó por la segunda debido a la elevada transferencia térmica que se produce en el interior de la arena del lecho y la dificultad de controlar el proceso de espumación debido a la rapidez con la que se desarrolla en los precursores empleados. Así los ensayos se realizaron sobre la superficie de la arena del lecho, es decir, mediante el aire calentado homogéneamente en el interior del reactor y situando la probeta sobre la superficie del lecho, de manera que, al producirse la transferencia de calor únicamente por convección del aire, se facilitaba el control de la temperatura a la que producía el tratamiento. En estas condiciones el lecho fluidificado actúa durante el tratamiento de espumación como masa térmica que asegure una uniformidad de la temperatura del aire con el que se calienta el molde [5]. El calentamiento del lecho de arena es a través de aire precalentado a una temperatura entre 650°C-750°C. Para ello el horno inicia su calentamiento cerca de dos horas antes del ensayo, según la curva de calentamiento de la figura 2. El volumen de la cámara cilíndrica del horno es de 1,20cm alto x 160mm de diámetro interior [5]. Las temperaturas en el mismo corresponden a la del aire procedente del absorvedor volumétrico (Taire precalentado), la del aire en el interior del lecho de arena y la temperatura en la zona de ensayo (por encima del lecho fluidificado). Estas dos últimas presentan

valores muy próximos durante el ensayo, si bien unos elevados tiempos de apertura del horno cuando el molde se introduce en la arena, dan lugar a una disminución de unos 20°C en la temperatura del lecho.

El tiempo total de tratamiento térmico de espumación (de 2 a 5 minutos) comprende la introducción en el horno del molde, la permanencia del mismo y su rápida extracción del horno. Posteriormente el molde es enfriado con anillo refrigerado con agua hasta la temperatura ambiente.

2.3 Propiedades de las espumas.

Se determino la densidad mediante la norma ISO 2738 de la espuma extraída del molde metálico, así como de la estructura de celdas o poros a lo largo del corte longitudinal de la misma. Así mismo sobre la sección de la espuma, se determino en la parte superior, en la zona central y en la base de la espuma la conductividad mediante corrientes inducidas. Estas propiedades permiten correlacionar las condiciones de espumación con la estructura de la espuma, y los defectos que se presentan: colapso de celdas, decantación de aluminio o baja temperatura/tiempo de espumación





3.- RESULTADOS.

La formación de espumas en función de las condiciones del calentamiento ha conducido a diversos grados de espumación en los precursores (Figura 3), desde una escasa espumación al no alcanzarse la temperatura de fusión del aluminio, hasta una sobre espumación de la espuma formada. En todos los casos la espumación en molde cerrado utilizando un horno precalentado (eléctrico o de lecho fluidificado) sigue el desarrollo de la figura 4.



Figura 4. Esquema de la espumación (dcha.): Inicialmente a t1, el calentamiento es por ambos lados del precursor.

Así el calentamiento del precursor se realiza (Figura 4) a través del molde, cuya temperatura depende de variables como su masa, la temperatura del lecho, el tiempo de permanencia en el mismo, la superficie de contacto con la arena, o la posición del molde. La introducción del molde en la superficie del lecho de arena, conduce a un elevado calentamiento inicial: 100°C/s (25 a 500°C), muy superior al empleado [3] en horno eléctrico precalentado a 750°C (2,8°C de 25 a 500°C) o en calentamiento directo con energía solar concentrada (6°C/s entre 25 y 500°C). La acción de "pantalla" que realiza la base inferior del molde al flujo de aire que circula en el interior del horno fluidizado solar, conduce a que el termopar situado en la parte superior registre una temperatura más elevada que en el termopar de la base especialmente en el molde de mayor peso (Figura 5, molde 2). Este termopar si registra la reducción de temperatura por la fusión del precursor (Tf, figura 5) y el inicio de la espumación. Cuando la base triangular se sustituye por una rectangular del mismo ancho que el diámetro del molde, no se da una diferencia tan elevada entre las temperaturas superior e inferior del molde. (Figura 5), la gran superficie de contacto molde-arena o molde-aire igualan rápidamente la temperatura del molde.



Figura 5. Curvas de calentamiento de los moldes 2 y 3 con dos termopares, y estructura de la espuma obtenida con densidades de $0,69 \text{ g/cm}^3$ con el molde 2 y $0,66\text{g/cm}^3$ con el molde 3.

La velocidad de enfriamiento es superior a los 10°C/s entre 700°C y 550°C. El posterior enfriamiento con un anillo refrigerado por agua conduce a mayores velocidades: 18°C/min. (550-350°C) para el molde mas ligero (Figura 5, molde 3) y de 12°C/s y 22°C/s para el molde de mayor peso (Figura 5, molde 2).

 Tabla 1. Densidad de las espumas en función de las condiciones de calentamiento con el molde 1.

Densidadg/cm ³	0,44	0,46	0,68	0,78	1,18		
Tiempo,	5':	4':	4':	3':	4':		
min:seg	21"	45"	30"	20"	45"		
T molde	677	676	670	684	671		
Taire	716	726	724	741	734		
Tarena	728	731	730	754	753		

 Tabla 2. Densidad de las espumas en función de las condiciones de calentamiento con el molde 3.

Densidad g/cm ³	0,66	1,35	1,9
Tiempo, min:seg	3'	2'30''	2'10''
T molde	678	690	685
Taire	699	696	696
Tarena	704	701	700

La sección de las espumas obtenidas (Figura 3), muestra el desarrollo de la estructura a lo largo del precursor total o parcialmente espumado (Figuras 5 y 6). La densidad alcanzada en las espumas es función de las condiciones de calentamiento (Tabla 1 y 2). Entre las mismas se encuentra la masa del molde y la forma del mismo. Así, la mayor velocidad de calentamiento del molde 3 hasta alcanzar los 670°C, respecto del molde 1 (que alcanza los 678°C), conduce a una densidad en la espuma de 0,66g/cm³, en tres minutos en lugar de los cuatro minutos y medio (tabla 1y 2). También se precisa tres minutos para alcanzar una espuma de 0.69 g/cm³ de densidad con el molde nº2 (Figura 5) si bien se requiere una temperatura superior: 702°C (Figura 5, molde 2) y aun así la espumación no es completa al no rellenarse el molde.



Figura 6. Estructura de las espumas obtenidas con el molde 1 (izq.) y el 3 (dcha.) cuyas densidades corresponden a las de la tabla1.

Una vez que se alcanzan las condiciones óptimas de espumación, si se mantiene el molde en el horno, se produce una sobrespumación: la estructura de la espuma se colapsa mediante el mecanismo de coalescencia de poros. Sin embargo, no se produce una decantación del aluminio, aunque si se produce un derrame del mismo fuera del molde con pérdidas del 42,3% y 32,8% en peso para las espumas de 0.44 g/cm³ y 0.46g/cm³ respectivamente.



igura 7. Variación de la conductividad a lo largo de precursor parcialmente espumado.

El seguimiento del grado de espumación a lo largo del precursor (Figura 7) o de la espuma (Figura 8) se puede realizar a través de los valores de su conductividad eléctrica, dado que en la espuma esta propiedad depende, como otras propiedades, de la densidad relativa alcanzada; ρ/ρ_o , siendo ρ la densidad de la

espuma y ρ_o la del material denso. De forma general esta relación se establece a través de la expresión:

$$\frac{\sigma}{\sigma_0} = \alpha \frac{\rho}{\rho_0} + (1-\alpha) \frac{\rho}{\rho_0} \qquad (1), \text{ con } \alpha = 0.33 \text{ a } 0.05$$

En esta expresión (1) si no hay espumación, es decir para el precursor, $\rho/\rho_o=1$, la conductividad relativa $\sigma/\sigma_o=1$, es decir la conductividad del precursor. Por lo tanto las zonas menos espumadas, presentan una mayor conductividad (Figura 7) al variar poco su densidad. Así mismo se observa que una baja conductividad en la base de la espuma obedece a que es por donde se inicia la espumación del precursor (Figura 8), para progresar al resto del mismo, dado que la deformación del mismo al calentarse inicialmente, elimina su contacto con la tapa superior del molde y con ello su calentamiento es por su base (Figura 4).



Figura 8. Variación de la conductividad a lo largo de la espuma.

4.- CONCLUSIONES.

Las características del horno de lecho fluidificado permite alcanzar un calentamiento más rápido que en horno eléctrico precalentado, así como una mayor transmisión de calor del aire al molde permite que la espumación se alcance a menores temperaturas: 670-700°C, en lugar de lo 750°C de un horno precalentado. También se podría espumar a temperaturas inferiores a los 670°C con la introducción del molde en el lecho dada la mayor transferencia de calor entre el molde y el lecho que con el aire precalentado en la parte superior del lecho.

El diseño del molde influye en la velocidad de calentamiento, dado que se da un fenómeno de sobrecalentamiento de la parte inferior del molde por la interacción con el aire caliente de la tapa inferior del molde al flujo de aire. Como cabe esperar el contacto del precursor situado verticalmente con el molde se mantiene durante todo el calentamiento a través de su base, por lo que la espumación del precursor comienza por su parte inferior. La elevada velocidad de calentamiento del precursor y de enfriamiento de la espuma impide la decantación del aluminio, aunque no la coalescencia de poros o el derrame del aluminio fundido fuera del molde.

5.- REFERENCIAS.

- [1] Cambronero, LEG, Ranninger,C. Int. Conf. On Cellular Metals. Ed. Verlag MIT 175-180, 2003.
- [2] Cañadas, I., Martínez, D.,Rodríguez, J., Gallardo, JM. Rev. Metal. Madrid, vol. extr. 165-169, 2005.
- [3] Cambronero, LEG, Ruiz-Román, J.M., Cañadas, I.,Corpas, F.A., Martínez, D. Characterization of aluminium foams obtained through solar energy foaming treatment PM 2004 Word Congress 17-21 October, Viena, 83-87. 2004.
- [4] Cambronero, LEG, Ruiz-Román,JM, Cañadas, I, Martínez, D.. Características de la estructura celular en espumas de Al-7Si con mármol obtenidas mediante energía solar concentrada. IX Cong.Nac Materiales. V- Vigo 2004.
- [5] Cañadas, I.; Martínez-Plaza, D.; Rodríguez, J.; Fernández-González, B.J.;Vázquez Vaamonde, A.J. Indirectly heated fluidized bed for materials processing with concentrated solar energy-I. Aceptado por la revista Solar energy
- [6] Flamant,G., Olalde G., High temperature solar gas heating comparison between packed and fluidized bed receivers-I Solar Energy, 31, 5, 463-471, 1983.

6.- AGRADECIMIENTOS.

Los autores desean agradecer a la CICYT por su financiación a través del proyecto MAT 2006-13347-CO3-02, al Ministerio de Educación y Ciencia a través de los proyectos REN2003-09247-C04-01/TECNO y ENE2006-13267-C05-01/ALT, dentro del Plan Nacional de Investigación Científica, Desarrollo e Innovación Tecnológica, y a la Convocatoria de infraestructuras técnicas y científicas 2003-2004 (FEDER CIEM-E008), dentro de los cuales se ha desarrollado el reactor utilizado para este estudio. Asi mismo los autores desean agradecer a la Plataforma Solar de Almería-CIEMAT por la realización de los ensayos.