



UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA DE LA MIXTECA
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO

TESIS

**ESTUDIO CINÉTICO ORIENTADO HACIA EL ESCALAMIENTO
INDUSTRIAL DE LA TÉCNICA RPU PARA EL RECUBRIMIENTO
FOTOLUMINISCENTE EN ARTESANÍAS DE BARRO NEGRO**

**PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRO
EN TECNOLOGÍA AVANZADA EN MANUFACTURA**

PRESENTA

L.A.I. MARTHA PAOLA GARCÍA RAMÍREZ

DIRECTORES DE TESIS

DR. RAFAEL MARTÍNEZ MARTÍNEZ

DR. GUILLERMO JUÁREZ LÓPEZ

Huajuapán de León, Oaxaca, Diciembre 2016

DEDICATORIA

A **Dios** por ser mi guía y fortaleza para seguir adelante y no desistir en los problemas que se presentaban, otorgándome la bendición de lograr este sueño anhelado y no desfallecer en el intento.

A mi padre **Guillermo García González** por haberme heredado lo más valioso que un padre puede otórgale a un hijo, su formación académica y profesional; por ser el ejemplo a seguir para salir adelante y alcanzar mis metas.

A mi madre **Martha Lorena Ramírez Carreño** por haberme dado la vida, que es el tesoro más preciado que tengo, por el cariño y el amor incondicional con el que me ha criado; haciendo una persona de bien, por ser una guerrera que ha luchado contra todo siendo ese gran pilar para mi padre y hermanos.

A mis hermanos **Lorena, María Janette y Guillermo Alfredo** por estar siempre a mi lado compartiendo momentos de alegrías y tristezas, por brindarme su apoyo y confianza y siempre creer en mí.

A mi sobrino **Loden Sebastián García Ramírez** por haber compartido momentos inolvidables, por ser la luz que ilumina a la familia desde el día de su nacimiento y por ser ese gran niño tierno, dulce y amoroso conmigo.

A mis **abuelos paternos y maternos** por haberme inculcado valores que han forjado mi persona, por ser grandes ejemplos de lucha y amor; así también a toda **mi familia** que me ha brindado su apoyo, confianza y cariño.

AGRADECIMIENTOS

Mis respetos y gratitud a:

A la **Universidad Tecnológica de la Mixteca** por la formación y todo el apoyo otorgado durante la realización de mis estudios de maestría.

Mis **padres** porque gracias a sus esmeros soy una persona profesionalmente preparada y que llegado a concluir una más de mis metas con dignidad y orgullo.

A mis directores de tesis el **Dr. Rafael Martínez Martínez** y **Dr. Guillermo Juárez Lopéz** por creer en mí al tomarme en cuenta para el desarrollo de esta investigación, por el apoyo incondicional, motivación y amistad que me brindaron, por el tiempo invertido para el desarrollo de este trabajo. **Gracias.**

A mis **profesores** que formaron parte de la Maestría en Tecnología Avanzada de Manufactura en la UTM, quienes me compartieron sus experiencias profesionales y conocimientos, aportando su dedicación y compromiso en el aula.

De forma muy especial y mi reconocimiento profundo al **Ing. Marcelino Flores Alonso**, por la dedicación y apoyo incondicional para la construcción del horno eléctrico. **Gracias.**

Al personal de **mantenimiento y técnicos del taller y laboratorio de Manufactura** de la UTM, que me compartieron su lugar de trabajo, facilitándome los equipos y herramientas necesarias.

Al **laboratorio de Física** de la UTM, lugar donde realicé todo el trabajo experimental para el desarrollo de esta investigación.

A mis sinodales: **Dr. Mario Márquez Miranda, M.C. Moisés Manzano Herrera y al M.C. Evaristo Isaac Velázquez Cruz** por sus recomendaciones y acertados comentarios que enriquecieron esta investigación.

A **Rafael Crespo Velasco, Alma Rosa Velasco Rosales, Josimar Márquez García, Jorge Flores Juan, Felipe de Jesús Rivera López, Edson Martínez Robles, Raúl Toledo Orozco, Cornelio Silva López, Salomón Torres, Gustavo de la Vega Ruiz y Amparo Luna Arias**, por su apoyo incondicional al brindarme su amistad y confianza. Gracias.

Y a todos aquellos que de una forma directa o indirecta contribuyeron a la realización de esta tesis **GRACIAS.**

RESUMEN

Este trabajo trata del escalamiento de la técnica Rocío Pirofítico Ultrasónico (RPU), para el depósito de películas fotoluminiscentes en artesanías de barro negro de San Bartolo Coyotepec, Oaxaca, México. Estudios anteriores, han demostrado que materiales en forma de película cuasi-transparente, depositada sobre sustratos de barro negro, permite la emisión en la región visible del espectro electromagnético, cuando éstas son excitados con radiación Ultravioleta-Visible (UV-Vis, fotoluminiscencia). Aparentemente sin afectar las propiedades físicas y químicas del barro negro. La técnica RPU, es utilizada por ser de bajo costo y escalable a niveles industriales. Para escalar la técnica de laboratorio a nivel planta piloto, fue necesario diseñar y construir un horno eléctrico, que cumpliera con los parámetros experimentales establecidos durante las pruebas de laboratorio. Los parámetros resultantes del escalamiento fueron: temperatura 370°C; dos depósitos de aerosol de 10 min con 1 min de termalización entre cada uno; flujo de aire 25 LPM; concentración de la matriz 10 M; concentración de los dopantes Ce^{3+} y Tb^{3+} al 7% y Eu^{3+} al 3%, en relación a la matriz. Al depositar las películas sobre las artesanías de barro negro, utilizando como matriz Al_2O_3 dopado con los iones Tb^{3+} y Eu^{3+} y excitados estos a través de luz UV a una longitud de onda de 254 nm, y para el Ce^{3+} a 302 nm, se alcanzaron emisiones fotoluminiscente en los colores verde, rojo y azul, respectivamente.

La caracterización estructural se realizó sobre fragmentos de artesanías con película fotoluminiscente mediante DRX, mientras que la morfología por MEB y la fotoluminiscencia por espectroscopía UV-Vis. El análisis mostró que es posible el crecimiento de la película de Al_2O_3 dopadas con iones Ce^{3+} , Tb^{3+} y Eu^{3+} , debido a las características morfológicas superficiales del barro negro. Esta investigación ofrece las ventajas de que el proceso incrementa el valor de la artesanía, beneficia a la economía local por proporcionar un valor agregado, beneficia al estado de Oaxaca, por la introducción de tecnología apropiada para la industrialización y abre la posibilidad de una mayor comercialización a nivel estatal, nacional e internacional.

ABSTRACT

This work deals with the Scale Up of the Ultrasonic Spray Pyrolysis (USP) technique, for the deposit of photoluminescent film on black clay craftwork (decorative figures) from San Bartolo Coyotepec, Oaxaca, Mexico. Previous studies, have shown that materials in the form of a quasi-transparent film, deposited substrates of black clay, allow emission into the visible region of the electromagnetic spectrum, when they are excited by Ultraviolet-Visible radiation (UV-Vis), apparently without affecting the physical and chemical properties of the black clay. The USP technique is used because it is inexpensive and scalable up to industrial levels. To scale this technique from the laboratory to a pilot plant level, it was necessary to design and build an electric furnace which complied with the experimental parameters established during the laboratory tests. The scaling parameter results were: temperature 370°C; two aerosol-depositing periods of 10 minutes, with 1 minute of thermalization between each; an air flow rate of 25 LPM; a matrix concentration of 10M; and concentration of the dopants Ce³⁺ and Tb³⁺ at 7%, and Eu³⁺ at 3%, in relation to the matrix. When depositing the films on black clay craftwork, using Al₂O₃ doped with the Tb³⁺ and Eu³⁺ ions and exciting these using UV light at a wavelength of 254 nm (and 302 nm for Ce³⁺), photoluminescent emissions in the colours green, red and blue, respectively, were produced.

Structural characterization was performed on fragments of craftwork with photoluminescent film using XRD, the morphology by SEM and photoluminescence by UV-Vis Spectroscopy. The analysis showed that the growth of Al₂O₃ film doped with Ce³⁺, Tb³⁺ and Eu³⁺ ions is possible, because of the superficial morphological characteristics of the black clay. This research offers the following advantages: the process increases the value of the craftwork, benefits the local economy by providing added value, benefits the state of Oaxaca by introducing appropriate technology for industrialization, and opens the possibility of increased commercialization at state, national and international levels.

ÍNDICE DE CONTENIDO

	Página
Dedicatoria	i
Agradecimientos	ii
Resumen	iv
Abstract	v
Índice de Contenido	vi
Índice de Figuras	ix
Índice de Tablas	xii
Índice de Términos	xiii
I INTRODUCCIÓN	1
1.1 Antecedentes.....	1
1.1.1 Arcilla.....	3
1.1.2 Barro.....	4
1.1.3 Producción Artesanal.....	4
1.1.4 Inducción Fotoluminiscencia.....	5
1.1.5 Técnica RPU.....	5
1.2 Planteamiento del Problema.....	7
1.2.1 Formulación del Problema.....	8
1.3 Justificación.....	8
1.4 Hipótesis.....	9
1.5 Objetivo General.....	9
1.6 Objetivos Específicos.....	10
1.7 Metas.....	10
II MARCO TEÓRICO	11
2.1 Proceso de Manufactura.....	11
2.1.1 Recubrimientos Cerámicos para Aplicaciones de Alta Temperatura.....	14
2.1.2 Hornos Eléctricos.....	15
2.2 Métodos Generales PVD y CVD.....	16
2.3 Técnica RPU.....	20
2.3.2 Técnica de Rocío Pirofítico por Generación Ultrasónica (RPU).....	21
2.4 Escalamiento Industrial.....	23
2.4.1 Escalamiento Industrial de la Técnica RPU.....	25

2.4.2	Sistema de Pulverización Ultrasónica.....	26
2.5	Aplicación de Tierras Raras en la Industria.....	28
2.5.1	Luminiscencia.....	36
2.5.1.1	Lantánidos Materiales Luminiscentes (Tierras Raras).....	37
2.6	Técnicas de Caracterización.....	38
2.6.1	Espectroscopía de Rayos X.....	39
2.6.2	Espectroscopía Ultravioleta-Visible (UV-Vis).....	40
2.6.3	Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).....	41
2.7	Proceso de Elaboración de las Artesanías de Barro Negro en San Bartolo Coyotepec.....	43
2.7.1	Primera Etapa: Extracción Minera.....	43
2.7.2	Segunda Etapa: Preparación de la Materia de Trabajo.....	44
2.7.3	Tercera Etapa: Moldeado y Terminación.....	44
2.7.4	Cuarta Etapa: Horneado.....	44
2.7.5	Quinta Etapa: Bruñido (Pulido).....	45
2.7.6	Sexta Etapa: Comercialización.....	45
III	METODOLOGÍA.....	46
3.1	Escalamiento Industrial.....	46
3.1.1	Parámetros Experimentales a Nivel Laboratorio.....	48
3.1.2	Construcción de un Horno Eléctrico.....	49
3.1.2.1	Herramientas.....	50
3.1.2.2	Materiales.....	51
3.1.2.3	Componentes Principales del Horno Eléctrico.....	53
3.1.3	Parámetros de Escalamiento.....	55
3.2	Equipo e Instrumentos Utilizados.....	56
3.2.1	Equipo de Protección Personal.....	57
3.2.2	Equipos.....	58
3.2.3	Materiales.....	59
3.2.4	Reactivos.....	60
3.3	Detalles Experimentales.....	60
3.3.1	Primera Etapa.....	61
3.3.2	Segunda Etapa.....	63
3.3.3	Tercera Etapa.....	66
3.3.4	Cuarta Etapa.....	68
IV	ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	69
4.1	Recubrimientos Fotoluminiscente sobre Barro Negro.....	69
4.2	Pruebas Preliminares del Escalamiento.....	71
4.3	Escalamiento de la Técnica RPU.....	73
4.3.1	Horno Eléctrico.....	75
4.3.2	Boquilla.....	77
4.3.3	Acoplamiento del Sistema RPU.....	77
4.3.4	Cálculos.....	79

4.3.4.1	Matriz.....	79
4.3.4.2	Dopantes.....	80
4.4	Recubrimientos de Piezas Artesanales por la Técnica RPU.....	83
4.5	Caracterización de los depósitos sobre Barro Negro.....	90
4.5.1	Análisis de Fragmentos de Artesanías de Barro Negro.....	91
4.5.2	Análisis de Película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Tb}^{3+}$	96
4.5.3	Análisis de Película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ce}^{3+}$	97
4.5.4	Análisis de Película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$	98
4.6	Reunión con los Artesanos.....	100
V	CONCLUSIONES	101
VI	REFERENCIAS	104
VII	ANEXOS	111
	Anexo A Planos de Diseño Horno Eléctrico con Plato Giratorio.....	111
	Anexo B Plano de Diseño de Boquilla de Vidrio de Borosilicato de Duran.....	114
	Anexo C Construcción del Horno Eléctrico.....	116
	Anexo D Diagrama de Conexiones Eléctricas del Horno.....	124
	Anexo E Constancia de Participación “IV Reunión de Usuarios Mexicanos de Radiación Síncrotrón”.....	126

ÍNDICE DE FIGURAS

	Página
Fig. 1.1 El Arte popular del barro contemporáneo en México.....	2
Fig. 1.2 Medición Multidimensional de la pobreza en San Bartolo Coyotepec, Oax.....	3
Fig. 1.3 Dimensiones del sistema de Rocío Piroclítico Ultrasónico.....	6
Fig. 2.1 Clasificación de los procesos de manufactura.....	12
Fig. 2.2 Procesos de recubrimiento y deposición.....	13
Fig. 2.3 Método de deposición química de película delgada.....	17
Fig. 2.4 Proceso de deposición involucrado en el Rocío Piroclítico.....	17
Fig. 2.5 Componentes del sistema de Rocío Piroclítico por generación Ultrasónico.....	21
Fig. 2.6 Técnica RPU a gran escala para la obtención de nanopulvos de plata.....	25
Fig. 2.7 Sistema de pulverización ultrasónica WideTrack.....	27
Fig. 2.8 Los funcionarios de la compañía dicen que el sistema WideTrack rocía eficazmente los revestimientos sobre vidrio sin ningún exceso de pulverización.....	27
Fig. 2.9 Uso de las tierras raras para la fabricación de un coche híbrido.....	34
Fig. 2.10 Difracción de Rayos X por una red cristalina.....	39
Fig. 2.11 Espectro electromagnético y luz visible.....	41
Fig. 2.12 Ilustración esquemática de la emisión de electrones retrodispersados (primarios) y secundarios, Rayos X y de fotones por la interacción de un haz incidente de electrones con la muestra	42
Fig. 2.13 Etapas para la obtención del barro negro de San Bartolo Coyotepec, Oaxaca.....	43
Fig. 3.1 Etapas de surgimiento de un nuevo producto o tecnología, para dar paso de una escala a otra.....	47
Fig. 3.2 Horno eléctrico por resistencia del taller de vidrios.....	49
Fig. 3.3 Hornos eléctricos por resistencias del taller de cerámica.....	49
Fig. 3.4 Vista explosionada de los componentes principales del horno eléctrico.....	54
Fig. 3.5 Substratos de barro Negro con película fotoluminiscente.....	55
Fig. 3.6 Equipo de protección personal que se utiliza para el proceso de recubrimiento fotoluminiscente sobre artesanías de barro negro....	57

Fig. 3.7	Etapas del proceso de recubrimiento fotoluminiscente.....	61
Fig. 3.8	Sistema de escalamiento para la técnica RPU.....	62
Fig. 4.1	Muestras de sustratos de barro negro con película $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ce}^{3+}$, $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Tb}^{3+}$ y $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$	70
Fig. 4.2	Sustratos de barro negro con película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ce}^{3+}$, $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Tb}^{3+}$ estimuladas con luz UV y excitadas a 254 nm y $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$ excitada a 302 nm.....	70
Fig. 4.3	Piezas de barro negro de 5 a 8 cm de altura sin película fotoluminiscente.....	71
Fig. 4.4	Técnica RPU a nivel laboratorio.....	71
Fig. 4.5	Prueba con calefactor y horno eléctrico.....	72
Fig. 4.6	Prueba con horno eléctrico y sistema giratorio.....	72
Fig. 4.7	Un generador ultrasónico implementado en el sistema RPU a nivel laboratorio.....	74
Fig. 4.8	Dos generadores ultrasónicos implementados en el sistema RPU escalable a nivel industrial.....	74
Fig. 4.9	Artesanías de barro negro.....	74
Fig. 4.10	Calefactor y controlador de temperatura implementados en el sistema RPU a nivel laboratorio.....	75
Fig. 4.11	Horno eléctrico de resistencias implementado en el sistema RPU escalable a nivel industrial.....	75
Fig. 4.12	Gráfica de temperatura Vs. tiempo.....	76
Fig. 4.13	Boquilla implementada en el sistema RPU escalable a nivel industrial.....	77
Fig. 4.14	Esquema del sistema RPU a nivel laboratorio.....	78
Fig. 4.15	Esquema del sistema RPU escalable a nivel industrial.....	78
Fig. 4.16	Piezas de barro negro de 5 a 15 cm de altura con película fotoluminiscente.....	78
Fig. 4.17	Artesanías de barro negro con película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ce}^{3+}$, sin excitación de luz UV.....	86
Fig. 4.18	Artesanías de barro negro con película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ce}^{3+}$, con excitación de luz UV a 302 nm.....	86
Fig. 4.19	Artesanías de barro negro con película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Tb}^{3+}$, sin excitación de luz UV.....	88
Fig. 4.20	Artesanías de barro negro con película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Tb}^{3+}$, con excitación de luz UV a 254 nm.....	88
Fig. 4.21	Artesanías de barro negro con película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$, sin excitación de luz UV.....	90
Fig. 4.22	Artesanías de barro negro con película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$, con excitación de luz UV a 254 nm.....	90
Fig. 4.23	Caracterización estructural por DRX de la arcilla.....	91

Fig. 4.24	Patrón de difracción de Rayos X de la película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ce}^{3+}$	92
Fig. 4.25	Detalles de la superficie de un fragmento de barro negro sin película a X3000.....	93
Fig. 4.26	(a) Fragmento de barro negro con película a X2000, (b) Detalles del espesor de la película a X20000.....	94
Fig. 4.27	Espectro de excitación de las películas de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Tb}^{3+}$	96
Fig. 4.28	Espectro de emisión de las películas de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Tb}^{3+}$, a diferentes concentraciones de iones Tb^{3+}	97
Fig. 4.29	Espectro de emisión de las películas de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ce}^{3+}$, a diferentes concentraciones de iones Ce^{3+}	98
Fig. 4.30	Espectro de emisión de las películas de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$, a diferentes concentraciones de iones Eu^{3+}	99
Fig. 4.31	Tercera sala de exposiciones dentro de las instalaciones del museo.....	100
Fig. A.1	Trazo y corte de ángulo.....	117
Fig. A.2	Base octagonal soldada.....	117
Fig. A.3	Estructura entre cruzada.....	118
Fig. A.4	Lámina sobre estructura entre cruzada.....	118
Fig. A.5	Base de horno pintada.....	118
Fig. A.6	Ladrillos marcados y cortados.....	118
Fig. A.7	Base con ladrillos y cemento refractario.....	119
Fig. A.8	Cuerpo de horno con lámina, abrazaderas y ventana.....	119
Fig. A.9	Base giratoria y tapón de ventana con cemento refractario.....	120
Fig. A.10	Colocación de espárragos, placas, eje del motor y eje de la base giratoria sobre la parte inferior de la base del horno.....	120
Fig. A.11	Tapa de tabique refractario, cinta de sujeción de lámina de acero inoxidable y soportes con bisagras.....	121
Fig. A.12	Cable de acero para el soporte de la tapa y agarradera su manipulación.....	121
Fig. A.13	Colocación de engranes, cadena de transmisión y motor sobre la parte inferior de la base del horno.....	121
Fig. A.14	Colocación de colcha térmica en el cuerpo, tapa y parte inferior de la base del horno.....	121
Fig. A.15	Seguro de ventana y agarradera.....	122
Fig. A.16	Gabinete de control y ventilación.....	122
Fig. A.17	Colocación de resistencias y termopar en el interior del horno.....	123
Fig. A.18	Colocación de ventilación, gabinete de control y conexión del sistema eléctrico.....	123

ÍNDICE DE TABLAS

	Página
Tabla 2.1 Diversificación y aplicaciones de recubrimientos cerámicos.....	15
Tabla 2.2 Principales usos de tierras raras.....	29
Tabla 2.3 Utilización de las tierras raras por aplicación.....	30
Tabla 2.4 Principales empresas que utilizan tierras raras.....	32
Tabla 3.1 Condiciones de recubrimiento de sustratos de barro negro.....	48
Tabla 3.2 Experimentación de las variables que involucran el proceso químico.....	56
Tabla 3.3 Compuestos químicos y solventes precursores.....	60
Tabla 3.4 Condiciones del escalamiento para el proceso RPU.....	64
Tabla 3.5 Compuestos precursores y disoluciones de las películas de Ce^{3+} ...	64
Tabla 3.6 Compuestos precursores y disoluciones de las películas de Tb^{3+} ...	65
Tabla 3.7 Compuestos precursores y disoluciones de las películas de Eu^{3+} ...	65
Tabla 4.1 Comparativa de condiciones de operación a nivel laboratorio y de escalamiento.....	84
Tabla 4.2 Artesanías de barro negro recubiertas con película de $Al_2O_3:Ce^{3+}$	85
Tabla 4.3 Artesanías de barro negro recubiertas con película de $Al_2O_3:Tb^{3+}$	87
Tabla 4.4 Artesanías de barro negro recubiertas con película de $Al_2O_3:Eu^{3+}$	89
Tabla 4.5 Composición química de las arcillas, fragmentos de barro negro y fragmentos de barro negro con películas fotoluminiscentes de $Al_2O_3: Ce^{3+}$, $Al_2O_3: Tb^{3+}$ y $Al_2O_3: Eu^{3+}$	95

ÍNDICE DE TÉRMINOS

Al_2O_3	Óxido de Aluminio
$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	Silicato de Aluminio Hidratado
$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Cloruro de Aluminio Hexahidratado
Ce^{3+}	Cerio Trivalente
CONEVAL	Consejo Nacional de Evaluación de la Política de Desarrollo Social
CVD	Deposición Química en Fase de Vapor
$\text{CeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	Cloruro de Cerio Heptahidratado
$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$	Alcohol Etílico
DRX	Difracción de Rayos X
CdS	Sulfuro de Cadmio
Eu^{3+}	Europio Trivalente
$\text{EuCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Cloruro de Europio Hexahidratado
EDS	Espectroscopia de Energía Dispersiva
FTO	Óxido de Estaño Dopado con Flúor
H_2O	Agua Desionizada
INEGI	Instituto Nacional de Estadística y Geografía
IMPI	Instituto Mexicano de la Propiedad Intelectual
I+D	Investigación y Desarrollo
LPM	Litro por Minuto
Luz-UV	Luz Ultravioleta
MEB	Microscopia Electrónica de Barrido
PVD	Deposición Física en Fase de Vapor
PET	Tereftalato de Polietileno
RPU	Rocío Piroclítico Ultrasónico
REEs	Elementos de Tierras Raras Trivalentes
SEDESOL	Secretaría de Desarrollo Social
Tb^{3+}	Terbio Trivalente
TRP	Técnica por Rocío Piroclítico
TRC	Tubo de Rayos Catódicos
$\text{TbCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Cloruro de Terbio Hexahidratado

UV	Ultravioleta
UV-Vis	Ultravioleta-Visible
UTM	Universidad Tecnológica de la Mixteca

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

1.1 ANTECEDENTES

México se encuentra situado como uno de los principales países productores de artesanías, junto con China, Japón, India y Perú [1]; con una aportación a la economía del país al activar el intercambio que generan sectores como el turístico. La encuesta Nacional de Turismo del Instituto Nacional de Estadística y Geografía (INEGI), registró que en el 2012, las ventas por artesanías consumidas por turistas nacionales y extranjeros ascendieron a 4,700 millones de dólares, manteniendo un crecimiento anual promedio del 4% desde el año 2004 [2]. Del mismo modo, en México, el arte popular es una actividad socio-económica, que es apoyada por el gobierno para fabricar piezas decorativas con formas y técnicas contemporáneas para la producción de modelos tradicionales que encierran una propuesta estética que comunica valores y símbolos propios de las culturas étnicas de México; que van dirigidos a la clase alta mexicana, al mercado internacional y a los turistas [3].

Algunos de los centros artesanales que se consideran como tales, son: Acatlán (Puebla), Ameyaltepec y Tolimán (Guerrero), Amatenango (Chiapas), Ocotlán y Coyotepec (Oaxaca), Huánzito (Michoacán), entre otras. Asimismo, en la Figura 1.1, se observan las comunidades actuales cuya alfarería representa importancia artística por la belleza y fama de sus piezas que trascienden el ámbito local, destacando las entidades de: Puebla, Jalisco, Michoacán, Oaxaca, Guerrero, Chiapas, Yucatán y Estado de México [4]. El estado de Oaxaca, posee una importante participación en este rubro, considerando principalmente el Municipio de San Bartolo Coyotepec, que es uno de los 570 municipios que integran el estado de Oaxaca y que pertenece al Distrito Centro, de la región de los Valles Centrales, con coordenadas 96°42' longitud oeste, 16°57' latitud norte, con 1520 msnm, superficie 45.93 km². Limita al Norte con Santa María Coyotepec y al Sur con Santa Catarina

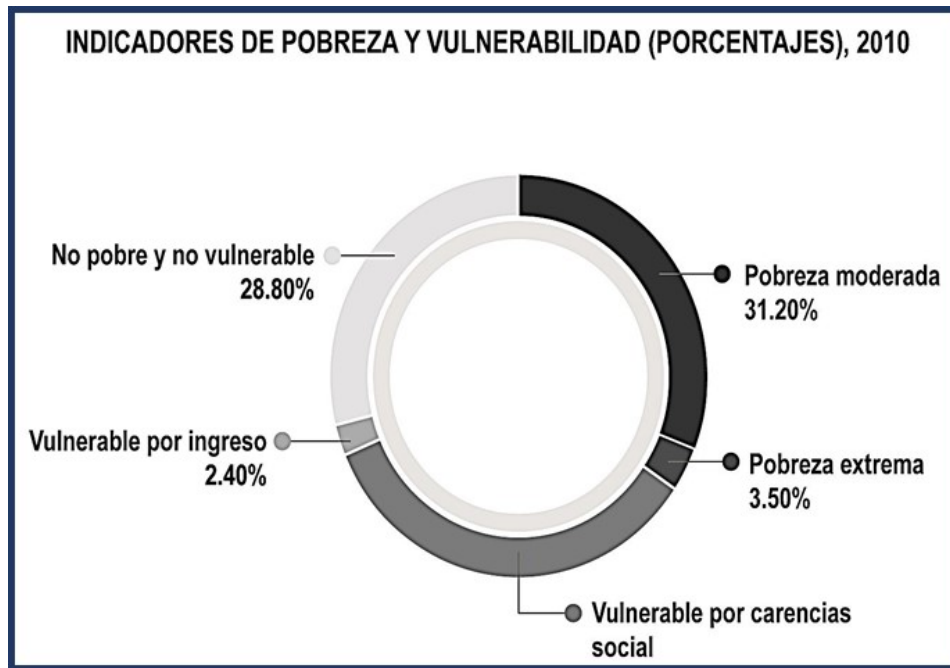


Fig. 1.2 Medición Multidimensional de la pobreza en San Bartolo Coyotepec, Oax. [8].

1.1.1 Arcilla

La *arcilla* es el componente principal para la elaboración de la artesanía de barro negro, constituida por agregados de silicato de aluminio hidratado ($Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot H_2O$) [9]. Presenta diversas coloraciones según las impurezas que contiene, desde el rojo anaranjado hasta el blanco cuando es puro. Físicamente, se considera un coloide de partículas extremadamente pequeñas y superficie lisa. El diámetro de las partículas de la arcilla es inferior a $2 \mu m$ [10]. Pueden existir partículas no minerales, pero químicamente es un silicato, que se caracteriza por adquirir plasticidad al ser mezclados con agua y dureza al calentarla por encima de $800^\circ C$ [11]. La arcilla endurecida mediante la acción del fuego fue la primera cerámica elaborada, obteniendo materiales como ladrillos, utensilios de cocina y en procesos industriales como en la elaboración de papel, producción de cemento, procesos químicos, entre otros.

1.1.2 Barro

Al *barro* se le conoce como una pasta o masa blanda y compactada, que resulta de la mezcla de tierra y agua, siendo ampliamente utilizada para la elaboración de cerámica tradicional, que lo hace ser importante a nivel industrial en la región de Oaxaca. Por otro lado, el barro negro no se obtiene de forma natural, sino que a través de la técnica de horneado llamada “Reducción atmosférica”; donde se lleva a cabo una reacción química contraria a la oxidación. Si no se llevara a cabo esta técnica, el color de barro se volvería rojizo y no negro. Es importante resaltar que el brillo del barro negro obtenido en la última etapa del proceso, es debido al pulido con mineral de cuarzo o ágata [12].

1.1.3 Producción Artesanal

En México esta producción, tiene la finalidad de la creación de un objeto producido en forma predominantemente manual, con o sin ayuda de herramientas y máquinas, generalmente con utilización de materias primas locales y procesos de elaboración transmitidos de generación en generación [13]. Hoy en día, esta actividad representa una mayor tradición e importancia dentro de la economía en el sector secundario a nivel estatal, así como nacional [14]. Es importante resaltar, que la artesanía es una expresión de identidad de cada comunidad que representa la cultura y costumbres de cada una de ellas; por lo que, es parte esencial el conservar e impulsarla a través del conocimiento e innovación científica. De tal manera, que el alcance en esta propuesta de investigación, está basada en proporcionar un valor agregado con propiedades fotoluminiscentes en forma de película delgada sobre las piezas artesanales de barro negro mediante el escalamiento industrial de la técnica conocida como Rocío Pirolítico.

1.1.4 Inducción Fotoluminiscente

Esta propiedad corresponde a la emisión de radiación electromagnética procedente de una sustancia en la cual ha ocurrido un proceso de absorción de energía, provocando estados excitados de la sustancia, seguido de esto el material se relaja a su estado base, emitiendo luz de menor energía que la energía de excitación” [15]. De tal manera, que el proceso de recubrimiento de película fotoluminiscente estará constituido por una matriz de Óxido de Aluminio (Al_2O_3) dopado con iones de Cerio Trivalente (Ce^{3+}), Terbio Trivalente (Tb^{3+}) y Europio Trivalente (Eu^{3+}), elementos pertenecientes al grupo de tierras raras, los cuales presentan la propiedad de generar emisión en sus propios niveles de energía [16]. Por medio del proceso de estimulación por radiación ultravioleta, se obtendrán emisiones en color verde, azul y rojo. Para realizar el proceso de depósito de la película fotoluminiscente sobre las piezas artesanales en barro negro, se utilizará la Técnica de deposición por Rocío Pirolítico (TRP), la cual se ha enfatizado por ser de bajo costo y fácilmente adaptable a procesos industriales.

1.1.5 Técnica RPU

La técnica RPU, permite obtener películas delgadas o polvos a partir de una solución química, que se compone de diferentes tipos de disolventes que están en función del tipo y solubilidad de los precursores como son nitratos, cloruros y acetatos, los cuales son típicamente elegidos como los precursores de óxido metálico que se pueden disolver en medios acuosos y alcohólicos; los atomizadores que son usualmente empleados para la pulverización de la solución precursora (masa líquida) para la obtención de aerosol, se pueden clasificar en cuatro grupos principales: mecánicos o por presión, ultrasónicos, neumáticos y electroestáticos; el tamaño de las gotas del aerosol dependen en general del método de atomización que se lleve a cabo, que a su vez determina la calidad de la película [17]. Dicha deposición de la película, se puede dividir en tres etapas principales: 1) *atomización de la solución precursora*, 2) *transporte de aerosol* y 3) *descomposición del precursor*

sobre el sustrato [18]. El equipo requerido es relativamente económico a comparación a otras técnicas de deposición, por lo cual se ha podido escalar y emplearse durante mucho tiempo en la industria del vidrio y en la generación de celdas solares; por su fácil manejo y bajo costo, ya que puede ser operado en la presión atmosférica y adecuado para el recubrimiento a gran escala, de tal forma, que C. Luangchaisri et al. [19] diseñaron y construyeron un sistema de Rocío Pirolítico Ultrasónico como se puede observar en la Figura 1.3, con la finalidad de estudiar el efecto del tratamiento térmico sobre las propiedades eléctricas de las películas de Óxido de Estaño dopado con Flúor (FTO); dicha película es un óxido conductor transparente usada como electrodo en celdas solares, pantallas planas, espejos de calor y dispositivos electrocrómico.

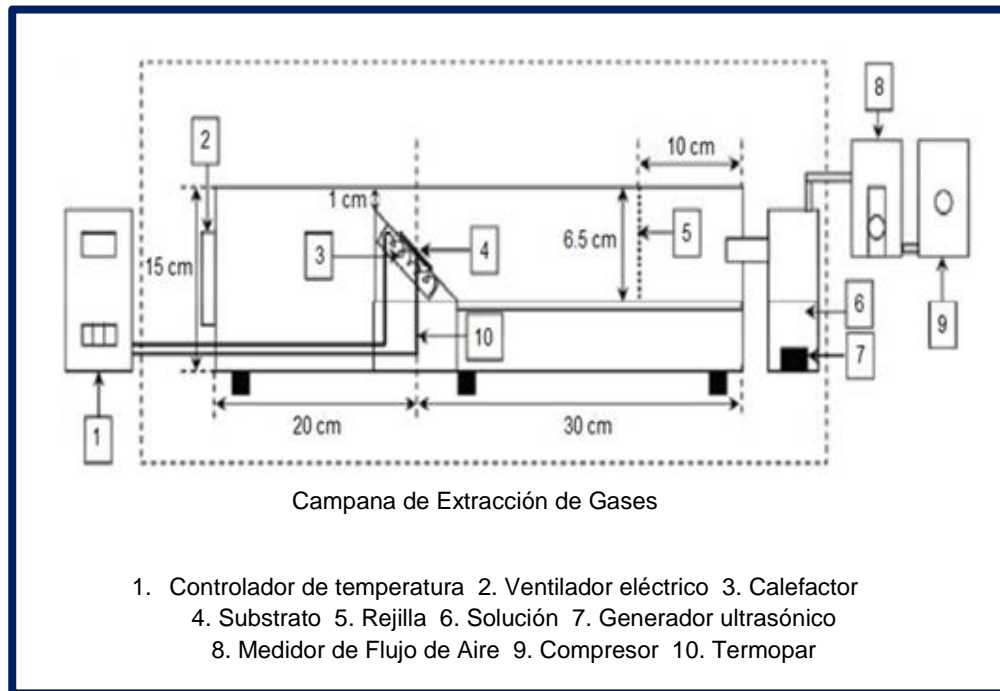


Fig. 1.3 Dimensiones del sistema de Rocío Pirolítico Ultrasónico [19].

EL escalamiento de la técnica es factible adecuándose a las necesidades que se requiera; un ejemplo, es el escalamiento para artesanías de barro negro. En esta

investigación fue necesario incrementar el volumen de aerosol mediante la utilización de dos generadores ultrasónicos (piezoeléctricos) con una frecuencia 0.8 MHz c/u, el diseño de una boquilla de vidrio de “borosilicato de Duran” elaborada por el proveedor, y por último; el diseño y selección de cada uno de los elementos necesarios para la construcción del horno eléctrico, adaptándolo a las especificaciones y criterios de manufactura requeridas para los recubrimientos fotoluminiscentes mediante la deposición de películas o recubrimientos por Rocío Pirolítico Ultrasónica; sobre piezas artesanales de barro negro con geometría irregular.

1.2 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Actualmente la técnica RPU, es utilizada para la obtención de películas delgadas con propiedades luminiscentes, de áreas planas pequeñas como en substratos de vidrio corning, a nivel laboratorio, a nivel industrial se hace uso de esta técnica para recubrir áreas planas y grandes, como por ejemplo en la aplicación de pantallas planas [20]. Las películas delgadas, también se pueden aplicar sobre materiales como plásticos, vidrios, metales y cerámicos.

Esta investigación va dirigida a la innovación en un producto ya existente, como es la artesanía de barro negro, la cual es reconocida en el ámbito nacional e internacional, a esta se le proporcionará como valor agregado un recubrimiento fotoluminiscente con propiedades ópticas, esto es logrado a través del escalamiento de la técnica RPU. Dicha técnica es empleada generalmente para recubrir objetos o piezas con formas planas, por lo que este trabajo se diferencia al realizar los recubrimientos en piezas con formas heterogéneas cuya altura oscila entre 5 a 30 cm, con la finalidad de obtener un producto atractivo y decorativo con mayor valor agregado, dirigido al comercio artesanal nacional e internacional. Hoy en día, se tienen resultados favorables de recubrimientos fotoluminiscentes sobre substratos (planos) de barro negro (1.5 x 1.5 cm), gracias a una investigación realizada por el

Cuerpo Académico UTMIX-CA-20 de la UTM, que condujo a la patente con número de registro ante el IMPI MX/a/2013/010857.

1.2.1 Formulación del Problema

Fijar los parámetros óptimos, de depósito de películas fotoluminiscentes sobre piezas artesanales de barro negro, en el escalamiento de la técnica RPU de tal forma que conserven sus propiedades artesanales iniciales.

1.3 JUSTIFICACIÓN

En las últimas décadas, la técnica de RPU se ha implementado a niveles industriales, pero solo para cubrir la alta demanda en la fabricación de dispositivos semiconductores como material dieléctrico, al igual se implementa como revestimiento protector en reflectores solares [21], dicha técnica es usada para obtener películas de óxidos conductores [22]. Por lo que, la finalidad de este trabajo es escalar la técnica RPU para recubrir piezas artesanales de barro negro mediante el depósito de película de Al_2O_3 dopada con tierras raras de Ce^{3+} , Tb^{3+} y Eu^{3+} , ya que con ello se proporciona valor agregado a las artesanías de barro negro de San Bartolo Coyotepec, Oaxaca, respetando color y brillo característico. Por otro lado, se beneficiará el desarrollo regional y con ello la transferencia de tecnología, con conocimientos para el uso y manejo de la técnica RPU, la cual se caracteriza por su bajo costo en comparación con otras técnicas de deposición complejas, además de que posee la ventaja de ser simple, fácil manejo, alta velocidad de deposición, uniformidad sobre un área grande, reproducibilidad de las películas, escalable a niveles industriales y permite la deposición en una atmósfera ambiente, debido a que no requiere del empleo de sistemas de alto vacío [23-26]. Estas ventajas facilitarán la implementación y el manejo de la técnica RPU en el municipio de San Bartolo

Coyotepec. Otra finalidad de esta investigación es, beneficiar económicamente a la comunidad mediante la implementación de dicha técnica, fortaleciendo la actividad artesanal. Con ello, también se contribuirá a conservar la tradición artesanal que caracteriza al estado de Oaxaca. Por lo anterior, esta investigación está encauzada al fortalecimiento e impulso a nivel nacional e internacional de la industria artesanal de barro negro, lo que impactará a la comunidad en su economía e interés turístico. Es importante remarcar que esta línea de investigación se refleja en el artículo publicado *“Photoluminescent Films Deposited by Spray Pyrolysis Ultrasonic Technique of Al₂O₃: Ce³⁺, Tb³⁺ and Ce-Mn on Substrates Black Clay”* [27], además respaldado por diferentes publicaciones y una patente registrada ante el IMPI, trabajos realizados por el cuerpo Académico UTMIX-CA-20 de la UTM.

1.4 HIPÓTESIS

Es posible escalar la técnica RPU para depositar película fotoluminiscente con buena adherencia sobre piezas artesanales de barro negro de 5 a 30 cm de altura y de forma geométrica irregular, sin afectar sus propiedades de acabado artesanal.

1.5 OBJETIVO GENERAL

Lograr el escalamiento de la técnica RPU para obtener recubrimientos fotoluminiscentes en piezas artesanales de barro negro, utilizando como matriz Al₂O₃ impurificada con iones de Ce³⁺, Tb³⁺ y Eu³⁺.

1.6 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Evaluar los parámetros que interviene en el proceso, como tiempo de depósito, temperatura, concentraciones, aire filtrado, distancia de la boquilla a la superficie de depósito y frecuencia de vibración de los piezoeléctricos; para escalar la técnica RPU.
- Diseño y Manufactura de un horno eléctrico que permita depositar películas fotoluminiscentes sobre piezas artesanales de diferentes tamaños.
- Caracterizar la estructura cristalina mediante Difracción de Rayos X (DRX) de las películas depositadas sobre el barro negro.
- Caracterizar la morfología superficial por Microscopia Electrónica de Barrido (MEB) de la película Al_2O_3 con sus dopantes de Ce^{3+} , Tb^{3+} y Eu^{3+} de las películas depositadas sobre el barro negro.
- Obtener espectros de excitación y emisión de las películas depositadas sobre el barro negro.

1.7 METAS

- Llevar acabo el escalamiento de la técnica RPU aplicado a piezas volumétricas.
- Obtener fotoluminiscencia en los tres colores básicos (azul, verde y rojo), desde las películas impurificadas de Al_2O_3 al ser excitados por luz UV.
- Obtener una película fotoluminiscente cuasi-transparente en artesanías de barro negro y una máxima emisión al ser excitado con luz UV.
- Difusión con los artesanos de San Bartolo Coyotepec, Oax. el beneficio de incorporar el proceso de Rocío Pirolítico para obtener película fotoluminiscente como valor agregado en artesanías de barro negro.

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO

En este capítulo se presenta la clasificación de los procesos de manufactura en los cuales, se sitúan los diferentes métodos de recubrimientos y deposición, donde se localiza la técnica de RPU; así como las diferentes formas de obtener el aerosol, también se menciona el escalamiento industrial que se ha desarrollado a través de los tiempos por diferentes investigadores para obtener una mayor masa de aerosol. Asimismo, se hace referencia a la aplicación de las tierras raras en la industria, propiedades luminiscentes y las técnicas de caracterización que se utilizaron en esta investigación para el estudio de las propiedades estructurales de las artesanías de barro negro con recubrimiento fotoluminiscente. Finalmente se describen las etapas que llevan a cabo los artesanos de San Bartolo Coyotepec para obtener las artesanías de barro negro.

2.1 PROCESO DE MANUFACTURA

Actualmente, la manufactura juega un papel importante en la vida del ser humano. Aunado a la existencia del hombre han surgido necesidades para la creación de herramientas manuales para conseguir alimentos mediante la caza, hechura de vestidos, construcción de sus propias casas entre otras actividades.

Día con día han aumentado las necesidades del ser humano, para satisfacerlas, el hombre ha generado mediante la investigación, el desarrollo de nuevos materiales para transformarlos mediante procesos de producción a través de sistemas de fabricación que han ido evolucionando con el paso del tiempo, iniciando por la producción artesanal que ha sido reemplazada por la industria con la finalidad de

obtener una producción en serie y diversidad de productos en cuanto a una variedad de colores y formas.

El concepto es muy extenso, diferentes autores concluyen en definir la manufactura como la aplicación de procesos físicos y químicos utilizados para modificar la geometría, propiedades o apariencia de un material para elaborar piezas o productos y se puede clasificar dos tipos básicos: 1) *Operaciones de procesamiento* y 2) *Operaciones de ensamble* [28].

Las operaciones de procesamiento, son aquellos métodos de elaboración de productos que utilizan energía para alterar su forma o aspecto, sus propiedades físicas y otorgarle valor al material, a diferencia de las operaciones de ensamble, que son aquellas que unen dos o más partes ya procesadas para obtener una nueva entidad de manera permanente o semipermanente.

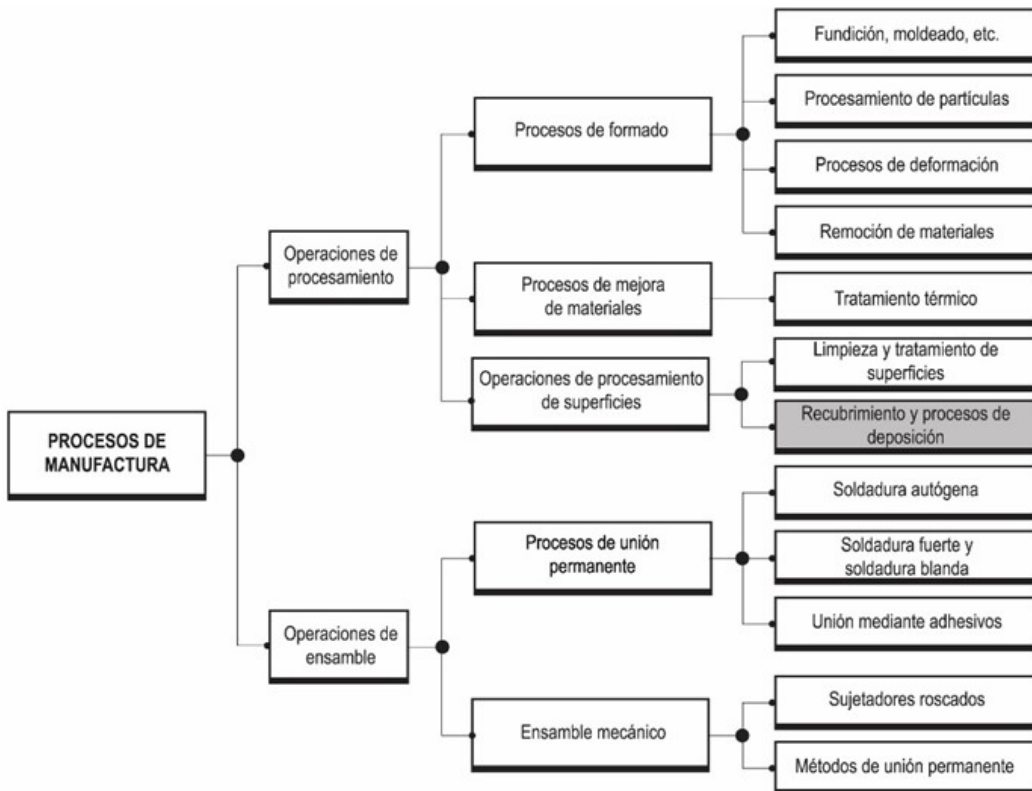


Fig. 2.1 Clasificación de los procesos de manufactura [28].

De acuerdo con esta clasificación, el proceso que se utilizará en esta investigación se ubica como operación de procesamiento, ya que la finalidad es escalar la operación de nivel laboratorio a Semi-industrial para obtener el crecimiento de una película fotoluminiscente sobre la superficie de las artesanías de barro negro, la cual pertenece al grupo de recubrimientos y procesos de deposición, tal como se puede observar en la Figura 2.1.

La elección de esta operación de procesamiento, es debido a que la característica principal que presenta es el mejoramiento de las propiedades físicas, químicas y mecánicas utilizando la técnica de RPU. Por otro lado, también existen diferentes técnicas como son: chapeado, recubrimiento por inmersión, Deposición Física en Fase de Vapor (PVD) y Deposición Química en Fase de Vapor (CVD), recubrimientos orgánicos, cerámicos, térmicos y mecánicos; con el propósito de obtener recubrimientos en formas de capas o películas, tal como se ilustra en la Figura 2.2 [29].

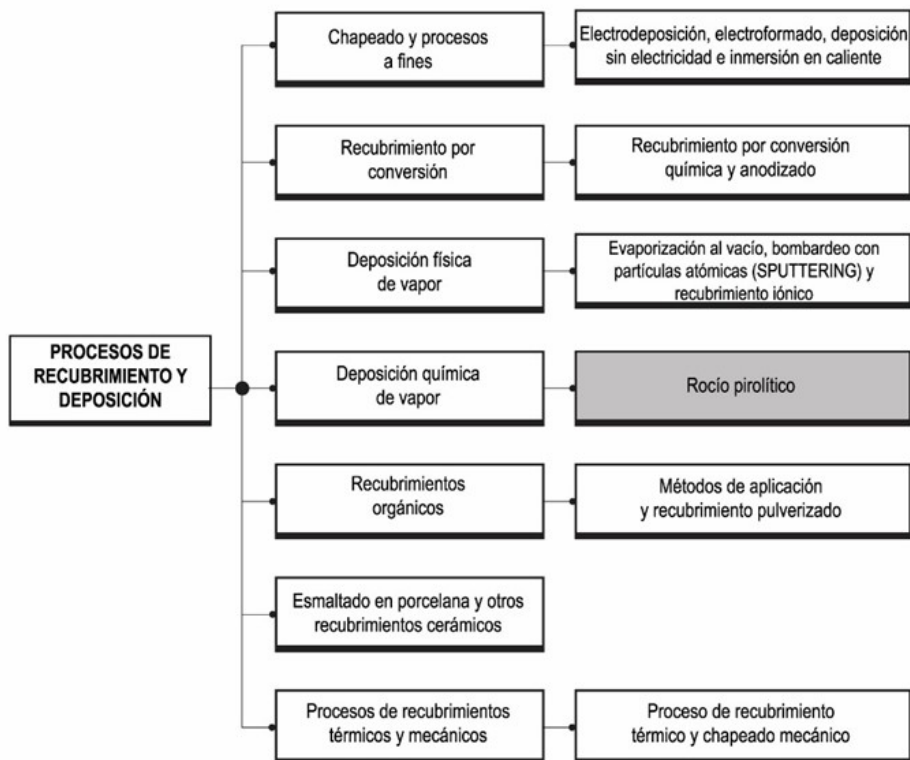


Fig. 2.2 Procesos de recubrimiento y deposición [29].

Dichas técnicas, son demandadas por la industria, debido a que presentan diversidad de aplicaciones; como en la industria metalúrgica y metalmeccánica; donde son implementadas para contrarrestar el deterioro y desgaste de las superficies mecánicas, a causa del continuo rozamiento y fricción entre los propios componentes o herramientas en proceso de mecanizado, conformado de metales, transmisión de movimiento, sistemas de engranajes, cojinetes, rodamientos y en general la acción propia del trabajo.

Otra aplicación de recubrimiento, es el depósito de películas sobre los metales por diversas técnicas, con la finalidad de mejorar sus propiedades para incrementar el desempeño frente a las condiciones extremas y factores industriales, como recubrimiento a la exposición de altas temperaturas y corrosión, disminuyendo con ello costos de mantenimiento por problemas futuros en las piezas metálicas en trabajo continuo. Las técnicas de recubrimientos de materiales, se utilizan en una gran variedad de procesos de manufactura, hasta el punto en que países Europeos y los Estados Unidos han reemplazado a los métodos tradicionales como la inmersión en caliente, para la obtención de películas delgadas, cuyo espesor puede variar desde nanómetros hasta micrómetros, cuyo objetivo es mejorar el rendimiento y acabado superficial de los metales, ya que las películas obtenidas por este proceso, son del orden de milésimas de milímetro de espesor, alargando la vida de los aceros [30].

2.1.1 Recubrimientos Cerámicos para Aplicaciones de Alta Temperatura

Pueden proporcionarse ciertas características a los productos, (como resistencia al desgaste y aislamiento térmico y eléctrico, sobre todo a temperaturas elevadas), mediante recubrimiento cerámico, en lugar de hacerlo con los propios metales o materiales base. La elección de materiales con estas propiedades puede ser costosa y quizá el resultado no satisfaga los requisitos de resistencia estructural en alguna aplicación particular. En consecuencia, los recubrimientos tienen aplicaciones importantes, en la tabla 2.1, se muestran diversos recubrimientos

cerámicos y sus aplicaciones comunes a temperatura elevada. Estos recubrimientos se pueden aplicar en forma simple o en capas [31].

Tabla 2.1 Diversificación y aplicaciones de recubrimientos cerámicos.

PROPIEDAD	TIPO DE CERÁMICA	APLICACIÓN
Resistencia al desgaste	Óxido de cromo, óxido de aluminio, titania de aluminio.	Bombas, flechas de turbinas, sellos, bielas de compresores para la industria petrolera; barriles extrusores de plástico; matrices de extrusión.
Aislamiento térmico	Óxido de zirconio (itrios estabilizados, óxido de zirconio, calcios estabilizados), zirconato de magnesio.	Aspas de ventiladores, alabes de compresores y sellos para turbinas de gas; válvulas, pistones y cabezas de combustión para motores de automóviles.
Aislamiento eléctrico	Aluminato de magnesio, óxido de aluminio.	Bobinas de inducción, soportes fijos para soldadura fuerte, aplicaciones eléctricas fuertes.

2.1.2 Hornos Eléctricos

Un horno es una cámara aislada térmicamente que genera calor y lo transmite por radiación de las paredes en forma de ondas infrarrojas por convección, manteniéndolas dentro de un compartimento cerrado; la energía calorífica utilizada para alimentar un horno puede ser suplido directamente por combustión (leña o gas), radiación (luz solar) o indirectamente por medio de electricidad (horno eléctrico).

Los hornos eléctricos por resistencias son utilizados dentro de la industria para llevar a cabo los procedimientos o procesos, los cuales pueden ser: sinterizado y calcinación, fusión de metales, tratamientos térmicos, recubrimiento de piezas metálicas, secado o reducción de humedad, procesos químicos, entre otros. Estos hornos son implementados en la industria porque muestran grandes y numerosas ventajas técnicas y económicas en su utilización, tanto por su versatilidad, costos, tamaño, resistencia y durabilidad [32].

Un horno eléctrico de resistencias está constituido de las siguientes partes principales:

- Estructura metálica.
- Cámara de calefacción.
- Circulación de aire forzado o natural.
- Elementos de resistencia (resistencias de calentamiento).
- Control de temperatura potencial.

El diseño de un horno eléctrico es adaptar las técnicas conocidas a una necesidad concreta. Esto quiere decir que se deben estudiar los hornos existentes del tipo que se necesita y basar su diseño en un prototipo con éxito. Una característica del diseño que comparten casi todos los hornos, es la forma sencilla y compacta, que favorezca la circulación y distribución del calor y el intercambio de calor por radiación dentro de la cámara de cocción.

2.2 MÉTODOS GENERALES PVD Y CVD

De acuerdo con los autores Kalpakjian y Schmid [31, 33], existen dos procesos principales de deposición de vapor:

1) *Deposición Física en Fase Vapor* (Physical Vapour Deposition PVD, por sus siglas en inglés), donde las partículas a depositar se transportan físicamente a la pieza de trabajo, existiendo tres tipos básicos: a) evaporación mediante arco eléctrico, b) pulverización catódica y c) deposición iónica. Estos procesos se realizan en alto vacío y a temperaturas que van de 200 a 500 °C.

2) *Deposición Química en Fase Vapor* (Chemical Vapour Deposition CVD, por sus siglas en inglés), llevándose a cabo mediante reacciones químicas. Estos procesos son los que se conforma por métodos de deposición en fase gaseosa y solución, tal como se muestra en la Figura 2.3.

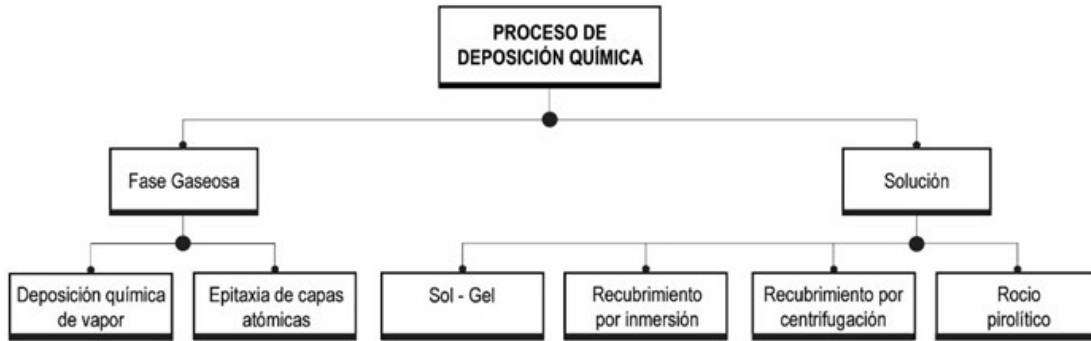


Fig. 2.3 Método de deposición química de película delgada [33].

Existe una diversificación de procesos que ocurren de forma secuencial o simultánea durante la formación de la película mediante Rocío Pirofítico. Estos dependen de las condiciones experimentales del depósito, que incluyen la solución precursora a atomizar, transporte (flujo de gas) de las gotas y evaporización, difusión en el substrato, secado y descomposición de la solución precursora. La Figura 2.4, muestra los cuatro tipos de procesos de reacción que se pueden obtener durante esta técnica, lo cual va depender de la temperatura a la que se encuentra la superficie del substrato durante la deposición de la solución precursora [17]. Tal como se describe en los siguientes procesos.

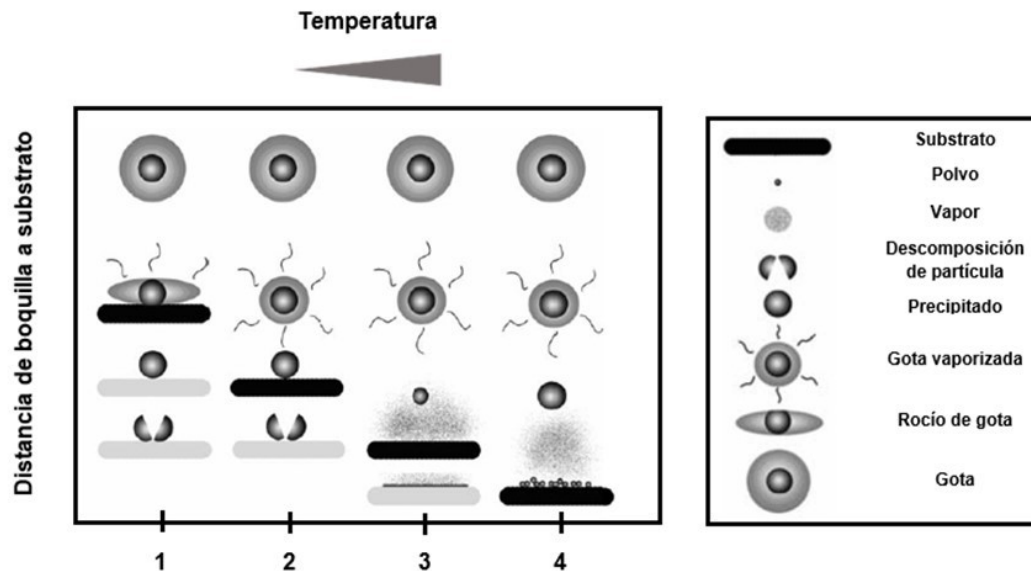


Fig. 2.4 Proceso de deposición involucrado en el Rocío Pirofítico [17].

Proceso 1, donde el sustrato se encuentra a baja temperatura y las gotas conformadas por el solvente y el soluto que va haciendo contacto sobre la superficie del sustrato. Los solventes que conforman la solución se vaporizan lentamente, dejando un precipitado seco del soluto finamente dividido sobre el sustrato, como resultado de la descomposición de la reacción química.

Proceso 2, la temperatura del sustrato es mayor a la inicial del Proceso 1, los solventes se evaporan antes de que la gota impacte sobre la superficie del sustrato y el precipitado incide sobre la superficie donde se produce la descomposición en forma sólida.

Proceso 3, la temperatura es superior al Proceso 2, donde el solvente volátil se evapora durante el proceso conforme la gota se acerca al sustrato. Posteriormente el soluto cambia de fase y se sublima (cambio de estado sólido a gaseoso sin pasar por el estado líquido), y el vapor se difunde sobre la superficie del sustrato en fase gas-sólido, permitiendo que ocurra una reacción heterogénea sobre el compuesto deseado. Este proceso es conocido como CVD (Deposición Química en Fase Vapor).

Proceso 4, la temperatura es excesivamente alta y la reacción química acontece antes de que el vapor llegue a la superficie del sustrato; por lo tanto, el producto de la reacción se deposita sobre el sustrato en forma de polvo fino.

En los Procesos 1 y 2, es posible obtener recubrimientos de película, pero la desventaja es que se requieren tratamientos térmicos posteriores para mejorar su adherencia sobre la superficie del sustrato. En cambio, en el proceso 3 se tiene la ventaja de presentar excelentes características de adherencia, pureza, uniformidad y calidad óptica sin necesidad de un tratamiento térmico posterior. Por lo tanto, este proceso CVD es implementado por la técnica RPU, la cual; forma recubrimientos muy homogéneos sobre superficies a gran escala y superficies irregulares de difícil acceso, obteniendo por reacción uno o varios compuestos de los materiales depositados [17].

El interés creciente por desarrollar tecnologías sobre materiales en forma de película delgada o recubrimientos, ha encaminado a una considerable diversificación

de aplicaciones para estas técnicas, que son relevantes para realizar el depósito sobre materiales metálicos y no metálicos, donde las películas se pueden obtener por deposiciones puramente físicas o químicas. La técnica RPU es un método de Deposición Química con Vapor (CVD); por el cual, se obtiene un aerosol a través de una solución precursora generando una película para el recubrimiento de materiales; donde los depósitos se han llevado a cabo sobre sustratos de vidrio, silicio, alúmina, cuarzo, metales y aleaciones, entre otros [31].

El método RPU, es actualmente una técnica de deposición alternativa, que se basa en la descomposición de la solución precursora de nitratos, sulfuros y cloruros por vibraciones ultrasónicas o disgregación de una masa líquida, capaz de producir películas gruesas o delgadas con una distribución de partículas esféricas y homogéneas de tamaños nano sobre los sustratos [34]. El espesor de las películas obtenidas por esta técnica depende del tipo de aplicaciones y de las propiedades que se quieran obtener. Estas películas son ampliamente utilizadas como capas de protección contra la corrosión y oxidación; para mejorar la resistencia al desgaste de las piezas; también en aplicaciones ópticas, como sensores y aparatos eléctricos, así como las barreras térmicas [35].

Las películas delgadas, se consideran en función a sus valores de espesor $\leq 1\mu\text{m}$ y las mayores a un micrómetro son calificadas como películas gruesas; ambas películas proporcionan una amplia gama de aplicaciones que van desde dispositivos tales como computadoras o dispositivos microelectrónicos hasta los revestimientos de varios metros cuadrados en cristales de ventanas o el desarrollo de heteroestructuras fotovoltaicas empleando diferentes materiales semiconductores, permitiendo alcanzar uniformidad de las películas en un área mayor a 100 cm^2 [36-38].

2.3 TÉCNICA RPU

La técnica RPU, durante las últimas tres décadas, ha sido importante para depositar una amplia variedad de materiales en forma de película delgada, para diferentes aplicaciones de interés en la industria. De tal forma, el autor Pramod [37], menciona sobre el trabajo pionero de Chamberlin y Skarman en 1966, donde utilizaron Sulfuro de Cadmio (CdS) para obtener películas aplicadas en celdas solares. A partir de entonces, debido a la simplicidad del sistema y una mejor productividad de esta técnica a gran escala, se ofrece una manera más atractiva para la formación de películas delgadas de los metales nobles, óxidos metálicos, óxidos de espinela metálicos, óxidos superconductores calcogenuros binarios, ternarios y cuaternarios.

El proceso deposición consiste básicamente en la atomización o pulverización de la solución precursora procediendo por la propia energía cinética del fluido; aunque puede verse favorecida por la aplicación externa de energía mecánica a través de una rotación, un mecanismo vibrante, impacto, o mediante la explosión de la masa líquida a una corriente de gas con velocidad relativamente alta, formando una nube de gotas a consecuencia de la desintegración de un volumen de líquido; el cual es depositado sobre un substrato caliente dándose el crecimiento y formación de un nuevo compuesto químico sobre la superficie.

Existen diversos métodos que se pueden considerar para la obtención del aerosol [39]:

- *La atomización mecánica o por presión:* A la salida de las boquillas atomizadoras, la caída de presión se transforma en energía cinética y acaba produciendo la desintegración del líquido.
- *La atomización ultrasónica:* Consiste en la utilización de la energía de las ondas acústicas de alta frecuencia, por encima del límite audible del espectro (~20 kHz), para desintegrar masas líquidas en una nube de gotas.
- *La atomización neumática (atomización asistida por un fluido auxiliar):* Se emplea la energía cinética de un gas, comúnmente aire o vapor de agua, para desintegrar el líquido.

- *La atomización electrostática:* Consiste en el empleo de campos eléctricos para producir gotas pequeñas monodispersas a partir de una sustancia líquida.

2.3.2 Técnica de Rocío Pirolítico por Generación Ultrasónica (RPU)

En la Figura 2.5, se puede observar un diagrama esquemático de la técnica RPU, la cual está conformada por tres zonas principales: 1) *generador ultrasónico*, 2) *transporte del aerosol* y 3) *zona de pirólisis* [17, 40-41].

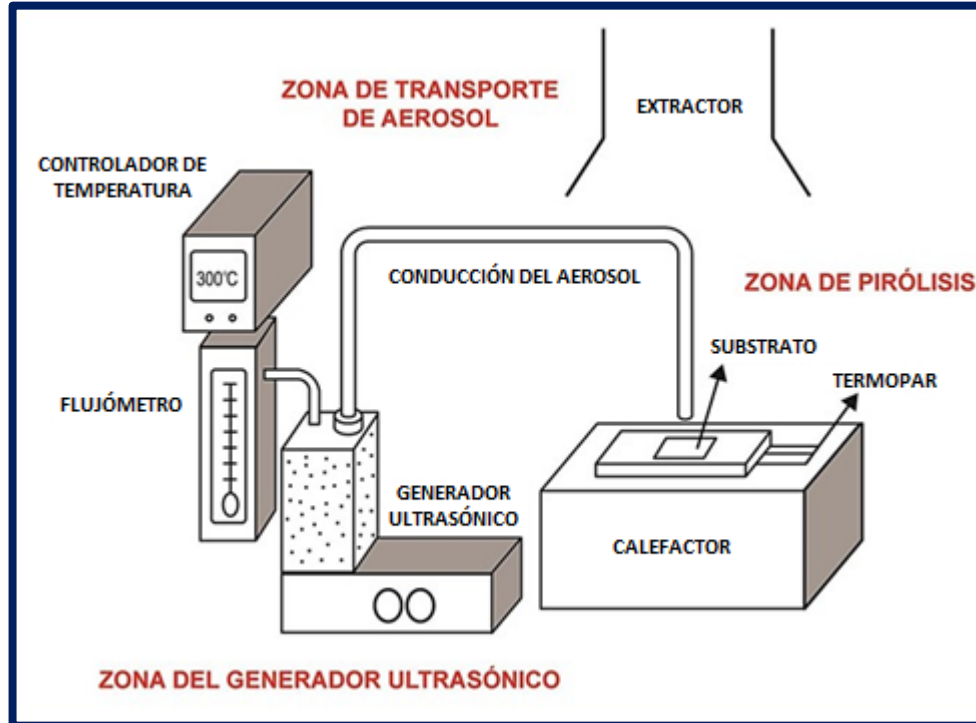


Fig. 2.5 Componentes del sistema de Rocío Pirolítico por generación Ultrasónico [41].

1) *Zona del Generador Ultrasónico:* Esta es la primera zona del sistema RPU, donde se coloca la solución precursora (líquida) conformada de solutos (sustancias químicas) y solventes (alcohol o agua deionizada) en un envase de polímero tipo Tereftalato de Polietileno (PET), que se caracteriza por su alta resistencia a reacciones

químicas y una gran estabilidad térmica [42]. Posterior a ello, el envase se posiciona sobre un transductor piezoeléctrico, quien provoca vibraciones ultrasónicas con una frecuencia de 100 kHz-10 MHz que son dirigidas a una interfaz líquido - gas, formando un geiser en la superficie de la interfaz, en la cual se da el efecto de cavitación, en donde las ondas generadas por el piezoeléctrico viajan a través del líquido resintiendo el cambio de la presión atmosférica (fuerza por unidad de superficie), provocando el rompimiento de la solución, generando pequeñas gotas a las cuales se les conoce como aerosol.

Para la distribución de tamaño de gota, no se puede hablar de un solo valor, pero esta distribución debe ser utilizada, ya que las gotas están en el intervalo 1-15 micrómetros con la más alta probabilidad de diámetro de la gota en un intervalo de 4-6 micrómetros. Al conocer la distribución de tamaño de gota se espera obtener la distribución similar de tamaño de partícula, sólo en un intervalo de 100-400 nanómetros. Esta teoría es un modelo para predecir el diámetro promedio de las gotas del aerosol atomizadas, el cual depende de la tensión superficial (σ) y la densidad del líquido (ρ) principalmente, así como de la frecuencia (f) e intensidad del haz de ultrasonido. Este modelo se define en la ecuación 2.1 [43].

$$D = 0.34 \cdot \left(\frac{8 \cdot \pi \cdot \gamma}{\rho \cdot f^2} \right)^{1/3} \quad (2.1)$$

Donde:

- D : diámetro promedio de las gotas
- γ : tensión superficial de la solución
- ρ : densidad de la solución
- f : frecuencia de excitación ultrasónica

2) *Zona de Transporte del Aerosol*: En esta zona, el aerosol generado por el ultrasonido es llevado por el gas de arrastre (aire comprimido) a través del ducto de transporte, un importante parámetro para medir el flujo del aerosol por medio de un

flujómetro, para ser depositado en el sustrato caliente. Básicamente el ducto se encarga de conectar el área del generador ultrasónico y el área de pirólisis.

3) *Zona de Pirólisis*: La reacción de pirólisis se da cuando el aerosol se va acercado al sustrato caliente, evaporizando los solventes y quedando los vapores de los solutos que se convierten en óxidos sobre la superficie del sustrato caliente, obteniendo el crecimiento de la película sobre los sustratos. Este proceso va a depender de la temperatura de la superficie del sustrato.

Para obtener películas con buenas propiedades, morfología y crecimiento homogéneo por medio de la técnica RPU; dependen del control de la composición química de la solución (solución precursora), generación (frecuencia del nebulizador) y transporte (gas de arrastre y control del flujo) del aerosol, evaporación del solvente, temperatura de la superficie del sustrato, dimensiones de las gotas, tiempo de deposición, distancia entre la boquilla y el sustrato, diámetro interior de la boquilla, así como el ángulo y la dirección de la boquilla desde que se lleva a cabo el proceso de rocío hasta el final. El objetivo de controlar y fijar los parámetros, es para obtener un proceso reproducible de depósito de películas [44].

2.4 ESCALAMIENTO INDUSTRIAL

Concibiendo que el proceso de escalamiento se lleva a cabo mediante el desarrollo de los criterios y las reglas de asignación numérica, las cuales son determinadas por las unidades de medida significativas, para llevar de un tamaño dado a otro, convirtiéndolo desde la investigación de laboratorio o planta piloto hasta una producción industrial; mediante la perspectiva del análisis dimensional, en la semejanza geométrica, en las relaciones empíricas a partir de un conjunto de datos y, por último, en modelos con apoyo de relaciones empíricas. De tal manera, *que el escalado es el diseño y construcción de una unidad o conjunto de unidades de*

procesamiento a gran escala, tomando como base los cálculos y experimentos a pequeña escala [45].

Mientras que el autor González [46], en su concepción más simple, el concepto de escalado lo refiere *al paso de una escala a otra, durante el proceso de desarrollo de un nuevo producto o tecnología*. Utilizándose el término *escalado ascendente* (scale-up) al proceso que va desde la escala de laboratorio hasta la escala industrial y *escalado descendente* (scale-down) al proceso inverso, aunque conceptualmente son un mismo y único proceso de escalado. Por lo tanto, el proceso de Investigación y Desarrollo puede considerarse dividido en 5 etapas, niveles o escalas como son; 1) laboratorio, 2) Banco, 3) Piloto, 4) Semi-industrial e 5) Industrial; para el comienzo del escalado es fundamental basarse en los resultados obtenidos a nivel laboratorio (investigación científica), ya que constituye la unidad primaria de investigación en la que quedan determinadas las metodicas de síntesis o procesamiento y se establecen las condiciones bajo las cuales se obtienen los mejores resultados. Los objetivos principales de esta etapa son la obtención, recuperación y purificación de los productos de interés, así *como* el análisis y caracterización de los mismos.

Un proceso de cambio de escala, es complicado debido a la combinación de múltiples factores que intervienen, lo que facilita este cambio de nivel o etapa es el conocimiento previo del proceso suelen fijar el factor de escala, que será tan pronto más grande

El paso fundamental en el escalamiento consiste en pasar los datos obtenidos en la planta piloto a un modelo que puede ser [47]:

- *Fenomenológico*: Fundamentado en algunos razonamientos teóricos pero de tipo microscópico. No involucra consideraciones moleculares y permiten hacer predicción en rangos o intervalos de operación no estudiados experimentalmente.
- *Empírico*: El cual se postula sin bases teóricas y se espera solamente que ajuste la interacción entre los datos en el rango o intervalo de experimentación.

- *De similitud:* Obtenido a partir de un análisis de similitud con respecto a analogías físicas de tipo térmico, mecánico, geométrico, químico, etc.

2.4.1 Escalamiento Industrial de la Técnica RPU

En las últimas décadas, se ha desarrollado la factibilidad de escalar la técnica RPU a niveles industriales dentro del campo de investigación de síntesis de partículas nanométricas en los procesos de metalurgia y reciclaje de metal, la Universidad Aachen en Alemania, fue la base para el desarrollo de dispositivos a escala industrial para la producción de nanopartículas. De tal manera, que J. Bogovic et al. [48], desarrollaron un equipo de laboratorio con dimensiones de 5mx12mx6m, como se muestra en la Figura 2.6.

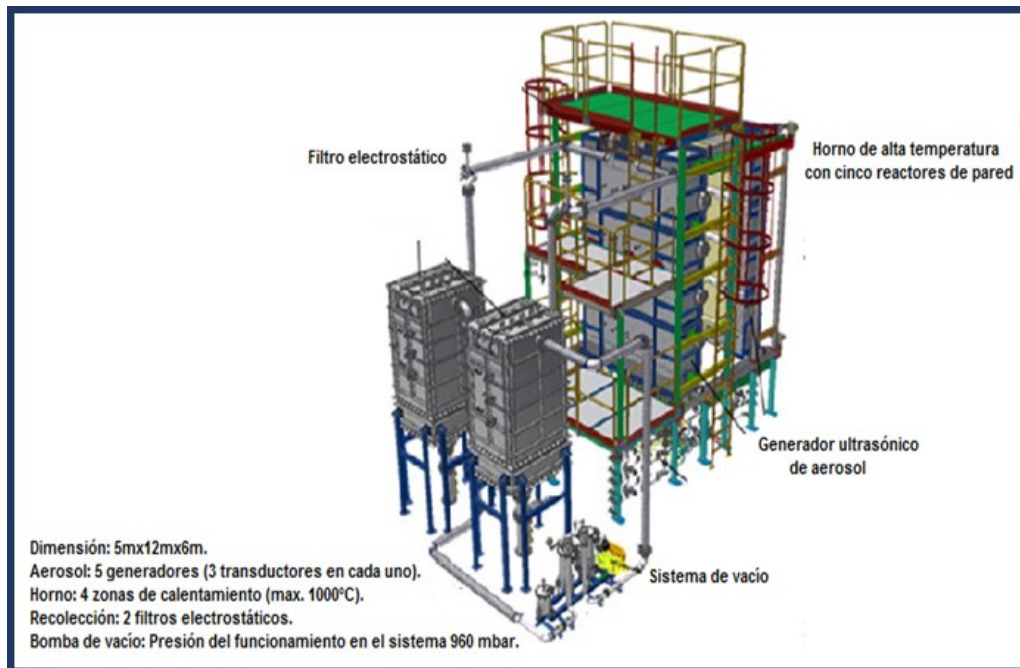


Fig. 2.6 Técnica RPU a gran escala para la obtención de nanopulvos de plata [48].

El objetivo de este equipo, fue producir grandes cantidades de nanoproducción, siendo flexible y adecuado para producir nanopulvos de diferentes morfologías, como por ejemplo esférica, cilíndrica, triangular, densa, porosa, hueca entre otras. Las morfologías van a expresar el comportamiento superficial de la película depositada en algún sustrato, ésta obedece básicamente a la observación que se puede realizar a través de una imagen obtenida, como puede ser, por Microscopía Electrónica de Barrido (MEB). Dependiendo de la superficie, uno puede asociar distintas geometrías si la superficie es regular (con forma asociada a figuras geométricas). Además de esta observación también se puede esclarecer la consistencia de la superficie.

La principal ventaja de este sistema, comparado con otros para la producción de aerosol, es el tamaño pequeño de gota, diseño industrial, proceso continuo, resistencia a la corrosión, estado estacionario y regulación automática; el cual optimiza el proceso con el fin de obtener un mejor control de las características del nanoproducción y aumentar la tasa de producción para recubrir un área mayor, con este equipo los investigadores obtienen nanopulvos de plata.

2.4.2 Sistema de Pulverización Ultrasónica

WideTrack es un sistema de pulverización ultrasónica para realizar revestimiento en áreas grandes de vidrio plano (Figura 2.7). Cuenta con una amplia gama de aplicaciones como es en vidrio arquitectónico, capas anti-reflexión sobre vidrio, pantallas planas o pantallas táctiles; obteniendo como resultado capas delgadas y uniformes sobre el área de trabajo.

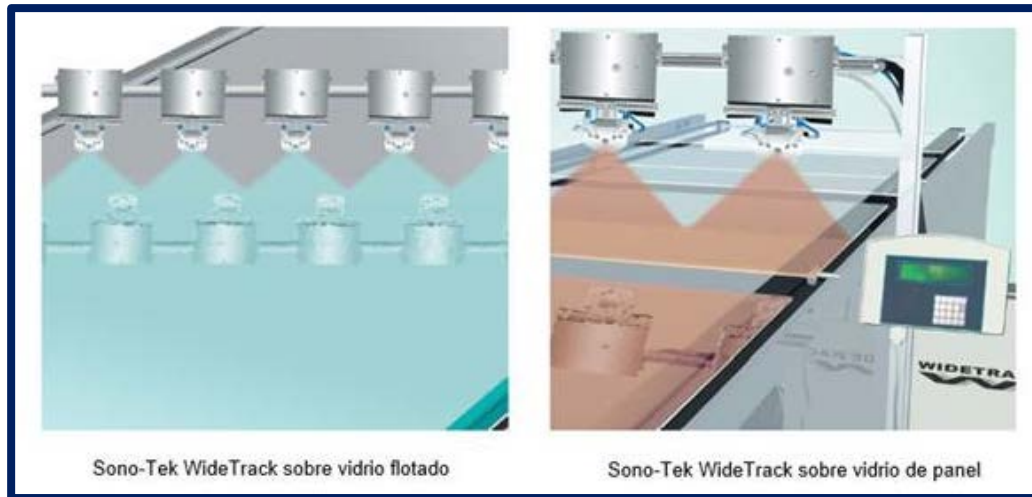


Fig. 2.7 Sistema de pulverización ultrasónica WideTrack.

Los trabajadores de la planta de PPG Industries Inc. en Carlisle, Pa., idearon utilizar las boquillas ultrasónicas para sus líneas de vidrio flotado como parte de un proyecto de ingeniería esbelta, para aplicar una capa protectora temporal que evitara manchas sobre el vidrio (Figura 2.8).

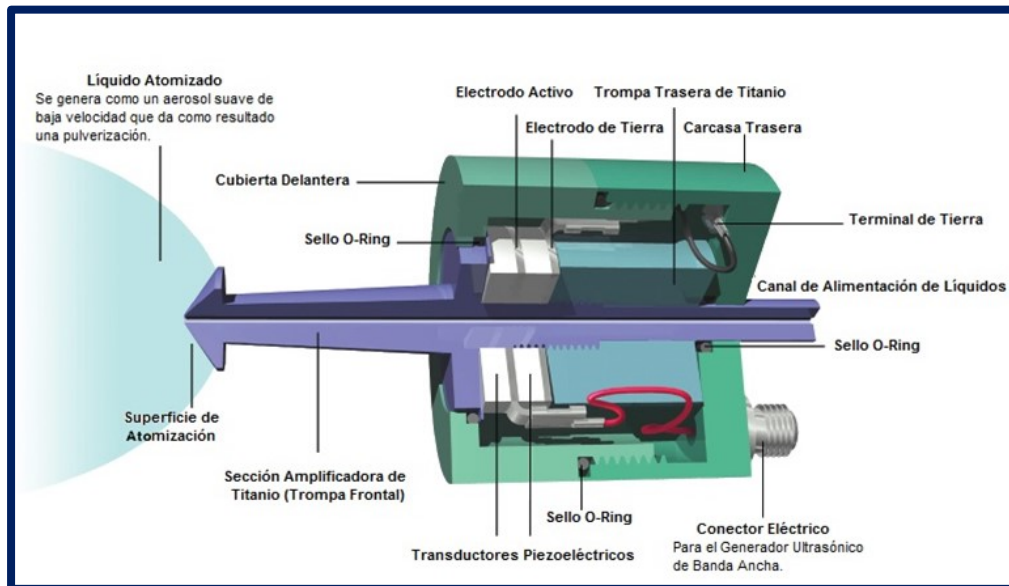


Fig. 2.8 Los funcionarios de la compañía dicen que el sistema WideTrack rocía eficazmente los revestimientos sobre vidrio sin ningún exceso de pulverización.

El sistema trabaja con una energía eléctrica en una frecuencia ultrasónica que impulsa 3 por 1.5 pulgadas al líquido que viene en un extremo y una superficie de atomización en el otro extremo, la boquilla vibra a una alta frecuencia a medida que sale el líquido y se rompe literalmente en una pulverización de gotas por energía ultrasónica, cada conjunto de pulverización contiene un par de chorros de aire que alternativamente pulsan para impulsar la pulverización hacia abajo, la fuerza de los pulsos producen un patrón de pulverización que oscila hacia adelante y hacia atrás a través del sustrato, los sensores ultrasónicos detectan la presencia del vidrio flotado en la línea, las cabezas de rociado se encienden y se apagan automáticamente según sea necesario para diferentes anchos de vidrio, las velocidades de flujo y la potencia de la boquilla ultrasónica pueden configurarse para ajustarse automáticamente para cambiar la velocidad de la línea. Los resultados de la implementación del sistema en la planta fueron recubrimientos homogéneos sin exceso de pulverización, boquillas ultrasónicas sin obstruirse, ahorros de costos de menos uso de material y mantenimiento y contribuye a cumplir con la ISO 14001 de la Organización Internacional de Normalización. Con los beneficios obtenidos durante el proceso los funcionarios de la compañía decidieron usar las boquillas ultrasónicas en todas sus futuras líneas de vidrio, incluyendo seis líneas en proceso de instalación en China [49].

2.5 APLICACIÓN DE TIERRAS RARAS EN LA INDUSTRIA

El uso de la técnica RPU ha tenido un gran auge dentro del área de nuevos materiales, ya que por medio de esta técnica se han podido obtener la producción de diferentes tipos de materiales avanzados en forma de película. Uno de ellos son los elementos químicos conocidos internacionalmente como tierras raras o metales especiales, que el hombre ha comenzado a utilizarlos en los últimos 45 años; estos componentes han sido indispensables para el desarrollo de nuevas tecnologías dentro de la industria electrónica, informática, automotriz y en la fabricación tanto de armamento como material militar. También juega un rol crucial sobre el ramo de

energías renovables ya que tienen un mínimo impacto en el medio ambiente; como son los autos híbridos y eléctricos.

Las aplicaciones de las tierras raras son muy amplias y aumentan constantemente gracias a sus abundantes recursos; la República Popular China mantiene condiciones favorables para el desarrollo de la industria de tales elementos; los cuales se componen de 17 elementos químicos metálicos pertenecientes al grupo IIIB de la tabla periódica, que comprende los lantánidos: cerio, praseodimio, neodimio, prometio, samario, europio, gadolinio, terbio, disprosio, holmio, erbio, tulio, iterbio y lutecio; más escandio, itrio y lantano.

Estos elementos metálicos se clasifican en dos grupos de acuerdo con sus pesos atómicos y su ubicación en la tabla periódica: 1) tierras raras ligeras (escandio, lantano, cerio, praseodimio, neodimio, prometio, samario, europio) y, 2) tierras raras pesadas (gadolinio, terbio, disprosio, holmio, erbio, tulio, iterbio, lutecio) junto con el itrio, que tiene una posición separada. Debido a que son muy electropositivos, sus compuestos son generalmente iónicos, por lo que la mineralogía las describe como óxidos, haluros, carbonatos, fosfatos y silicatos, con algunas adiciones de borato o arseniato, pero no de sulfuros. Estos metales han prevalecido a lo largo de la historia, pero en un principio solo se utilizaban con fines científicos. Conforme las investigaciones fueron avanzando, referente a sus propiedades, se descubrieron las múltiples aplicaciones industriales y actualmente son considerados elementos químicos estratégicos para la elaboración de productos de alta tecnología, aplicados en diferentes ramas; como se puede observar en la Tabla 2.2, 2.3 y 2.4 [50].

Tabla 2.2 Principales usos de tierras raras [50].

Tierras Raras Ligeras	Principales usos
Escandio	Luces de estadios deportivos
Lantano	Motores híbridos, baterías híbridas y aleaciones metálicas
Cerio	Catalizadores de automóviles, refinerías de petróleo, aleaciones metálicas, motores híbridos y baterías híbridas

Praseodimio	Imanes, motores híbridos, baterías híbridas, discos duros de computadora, teléfonos móviles, cámaras, reflectores, piezas de aviones
Prometio	Unidades portátiles de rayos X
Neodimio	Imanes de alta fuerza, catalizadores de automóviles, refinерías de petróleo, discos duros de computadora y laptops, teléfonos móviles, auriculares, cámaras, motores híbridos, baterías híbridas
Samario	Imanes
Europio	Color rojo para pantallas de televisión, de computadora y fibra óptica
Tierras Raras Pesadas Principales usos	
Gadolinio	Imanes
Disprosio	Imanes permanentes, motores híbridos, baterías híbridas, discos duros de ordenador, teléfonos móviles y cámaras
Terbio	Fósforos, imanes permanentes, discos duros de computadora, teléfonos móviles y cámaras
Erbio	Fósforos
Itrio	Color rojo, lámparas fluorescentes, cerámica, aleaciones metálicas, fibra óptica
Holmio	Coloración de vidrio, láser
Tulio	Instrumentos médicos como rayos X
Lutecio	Catalizadores en la refinación de petróleo
Terbio	Láser y aleaciones de acero

Tabla 2.3 Utilización de las tierras raras por aplicación [50].

Aplicaciones y Productos	Tierras Raras
<p>Aleaciones metálicas:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Acero • Almacenamiento de hidrógeno (baterías recargables, pilas de combustible) • Aluminio • Hierro fundido • Magnesio • Sílex • Superaleaciones <p>Catalizadores:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Aditivos para diésel • Lavadores de gases industriales • Procesos químicos • Refinación de petróleo 	<ul style="list-style-type: none"> • Lantano • Cerio • Itrio • Iterbio <ul style="list-style-type: none"> • Cerio • Neodimio • Lutecio

Cerámica:

- Condensadores
- Sensores
- Colorantes
- Centelladores

- Holmio
- Itrio

Electrónica:

- Cámaras
- Fósforos de pantalla (CRT, PDR, LCD)
- Fósforo de imágenes médicas
- Laptops
- Láser
- Fibra óptica
- Sensores ópticos de temperatura
- Teléfonos móviles

- Europio
- Terbio
- Erblio
- Holmio
- Tulio
- Iterbio
- Prometio
- Neodimio
- Praseodimio
- Disprosio

Imanes:

- Actuadores
- Aleaciones magnetoestrictivas
- Auriculares
- Cojinetes sin fricción
- Disco de almacenamiento magnético
- Generación de energía
- Micrófonos y altavoces
- Motores
- Piezas de automóviles
- Refrigeración magnética
- Sistema antibloqueo de frenos
- Sistemas de comunicación, de accionamiento eléctrico y capacidad de propulsión
- Tubos de microondas de potencia
- Unidades de disco

- Lantano
- Praseodimio
- Neodimio
- Samario
- Gadolinio
- Terbio
- Disprosio
- Cerio

Vidrio:

- Compuestos de pulido
- Vidrio óptico
- Espejos térmicos de control
- Colorantes
- Decolorantes

- Cerio
- Lantano
- Neodimio
- Europio
- Holmio

Otros:

- Fertilizantes
- Iluminación fluorescente
- Pigmentos
- Revestimientos
- Tratamiento de agua
- Trazadores médicos

- Tulio
 - Escandio
-

Tabla 2.4 Principales empresas que utilizan tierras raras [50].

País	Empresa	Elemento químico	Producto
	BMW Group	Lantano, Neodimio, Disproso	Motores eléctricos e híbridos
Alemania	Volkswagen	Lantano, Neodimio, Disproso	Motores eléctricos
	LG Electronics	Europio, Terbio, Erbio, Holmio, Tulio, Iterbio, Prometio, Neodimio, Praseodimio, Disproso	Pantallas LCD, almacenamiento óptico, teléfonos móviles (CDMA/GSM/3G), accesorios (auriculares), electrodomésticos etc.
Corea del Sur	Samsung Electronics	Europio, Terbio, Erbio, Holmio, Tulio, Iterbio, Prometio, Neodimio, Praseodimio, Disproso	Smartphone (Galaxy el más vendido), computadoras, lap tops, pantallas LCD, cámaras, electrodomésticos, dispositivos médicos, semiconductores, etc.
	PetroChina	Cerio, Neodimio, Lutecio	Químicos y petroquímicos (gasolina, diésel, aceite lubricante, etc.)
China	Sinopec-China Petroleum	Cerio, Neodimio, Lutecio	Petroquímicos (resina sintética, fibra sintética, monómeros y polímeros, caucho sintético, fertilizantes, gasolina, diésel, combustible para aviones, etc.)
	Apple	Neodimio, Europio, Terbio, Erbio, Holmio, Tulio, Iterbio, Prometio, Praseodimio, Disproso	Teléfonos móviles, laptops, auriculares (iPhone, iPad, Mac, iPod, Apple TV, etc.)
	Chevron	Cerio, Neodimio, Lutecio	Químicos (lefinas, poliolefinas, aromáticos, olefinas alfa, tubos de polietileno), petroquímicos (combustible de aviación, pilas de combustible, lubricantes, tuberías industriales, etc.).
Estados Unidos	Exxon Mobil	Lantano, Praseodimio, Neodimio, Samario, Gadolinio, Terbio, Disproso, Cerio, Lutecio Tulio, Escandio	Catalizadores, petroquímicos básicos (olefinas, aromáticos, polietileno y plásticos de polipropileno, disolventes, lubricantes, etc.)
	Ford Motor	Lantano, Neodimio, Disproso	Motores eléctricos e híbridos
	General Electric	Cerio, Neodimio, Lutecio, Europio, Terbio, Erbio, Holmio, Tulio, Iterbio, Prometio, Praseodimio, Disproso, Escandio	Motores eléctricos, aerogeneradores, electrodomésticos, catalizadores, etc.

	General Motors	Lantano, Neodimio, Disproσιο	Motores y accesorios electrónicos como manos libres
Finlandia	Nokia	Neodimio, Praseodimio, Terbio, Disproσιο	Teléfonos móviles y accesorios
	Peugeot	Lantano, Neodimio, Disproσιο	Motores híbridos y eléctricos
Francia	Totale	Cerio, Neodimio, Lutecio	Fertilizantes, combustibles (de aviación) y aditivos de biocombustibles, lubricantes, productos de gas licuado de petróleo (GLP), paneles solares, etc.
Italia	ENI	Cerio, Neodimio, Lutecio	Petroquímicos (plásticos, cauchos, fibras, disolventes, lubricantes, combustibles, etc.)
	Hitachi	Europio, Erblio, Holmio, Tulio, Iterbio, Prometio, Neodimio, Praseodimio, Lantano, Samario, Gadolinio, Terbio, Disproσιο, Cerio	Electrónicos: resonancia magnética, microscopios, sistema de tratamiento térmico, herramientas, fósforos de pantalla LCD e imágenes médicas (ultrasonidos, radiografías), unidades portátiles de rayos X, fibra óptica, cámaras, etc.
	Honda Motor	Lantano, Disproσιο	Motores híbridos, eléctricos
	Nissan Motor	Lantano, Neodimio, Disproσιο	Motores eléctricos
Japón	Panasonic	Europio, Terbio, Erblio, Holmio, Tulio, Iterbio, Prometio, Neodimio, Praseodimio, Disproσιο	Electrónicos: pantallas LCD, cámaras, auriculares, teléfonos móviles, baterías, electrodomésticos, herramientas, motores, etc.
	Sony	Europio, Terbio, Erblio, Holmio, Tulio, Iterbio, Prometio, Neodimio, Praseodimio, Disproσιο	Electrónicos: pantallas LCD (Bravia), cámaras, lap tops (VAIO), teléfonos móviles (Xperia), baterías, etc.
	Toshiba	Lantano, Neodimio, Disproσιο, Europio, Erblio, Holmio, Tulio, Iterbio, Prometio, Praseodimio, Lantano, Samario, Gadolinio, Terbio, Disproσιο, Cerio	Electrónicos (pantallas LCD, computadoras, etc.), motores eléctricos
	Toyota Motor	Lantano, Neodimio, Disproσιο	Motores eléctricos e híbridos
Países Bajos	Royal Dutch Shell	Lantano, Praseodimio, Neodimio, Samario, Gadolinio, Terbio, Disproσιο, Cerio, Lutecio	Petroquímicos, catalizadores, etc.

Reino Unido	BP	Cerio, Neodimio, Lutecio	Petroquímicos combustibles, aceite para motor de gasolina, etc.)	(lubricantes, para motor de)
	Lukoil	Cerio, Neodimio, Lutecio	Petroquímicos polímeros)	(combustibles y)
Rusia	Rosneft	Cerio, Neodimio, Lutecio	Catalizadores (combustibles)	y petroquímicos

Hoy en día las tierras raras o el nuevo oro minero, por sus altas propiedades eléctricas, ópticas, magnéticas y electrónicas; se han convertido en indispensables elementos para la producción de casi todos los equipos modernos y vitales para la sustentabilidad energética. Estos últimos años ha habido un gran avance tecnológico, porque miles de toneladas de aleaciones magnéticas se aplican en forma de películas delgadas y son requeridas para la industria automotriz actual; con mayor medida en los vehículos eléctricos e híbridos, como se puede observar en la Figura 2.9 [51].

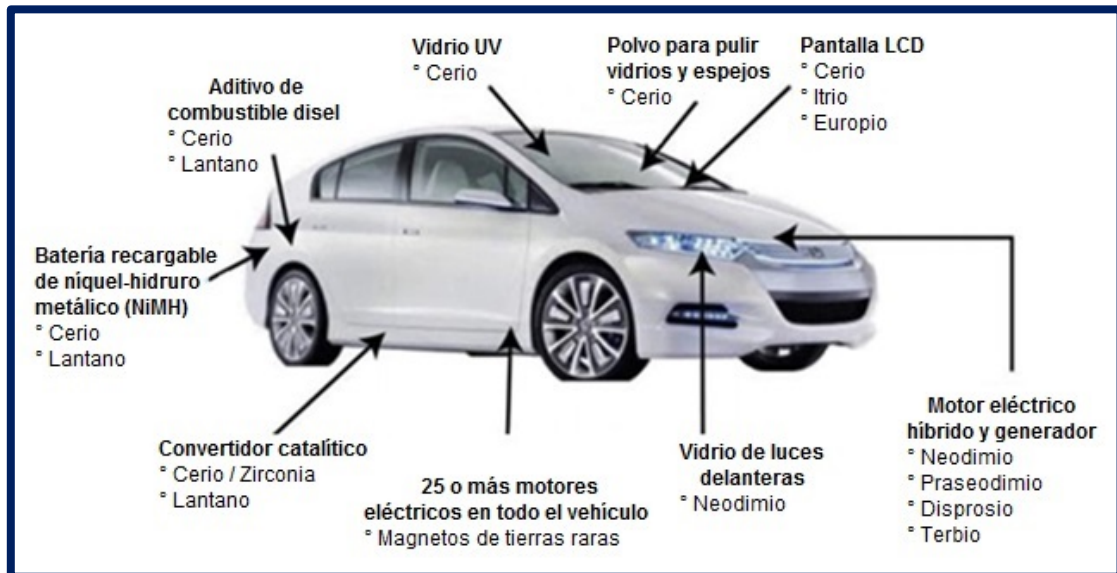


Fig. 2.9 Uso de las tierras raras para la fabricación de un coche híbrido [51].

Los lantánidos, son llamados tierras raras porque son difícil de aislar los elementos constituyentes de los minerales, ya que estos elementos tienen radios iónicos muy parecidos y muestran comportamientos químicos parecidos que hace difícil su separación. La mayoría de los Elementos de Tierras Raras Trivalentes (REEs, por sus siglas en inglés), tienen propiedades ópticas que incluyen la luminiscencia tras la exposición a la fuente de UV, debido a las transiciones entre orbitales f; este fenómeno físico de luminiscencia consiste en la emisión de luz que absorbe de cualquier tipo de energía y no proviene de la incandescencia. Esto ocurre una vez que el átomo es excitado, los electrones pasan a niveles de energía superiores y retornan posteriormente al estado fundamental el cual será lento, por lo tanto parte de la energía que pierde el electrón es devuelta en forma de luz, la excitación del electrón es mediante la radiación electromagnética mediante rayos ultravioleta, rayos X o rayos catódicos, lo que activa la irradiación de luz mediante fotones para dar lugar a la fotoluminiscencia.

Los investigadores [51] están de acuerdo en que se está saliendo de la edad del acero para entrar a una edad de elementos raros; los cuales tienen un futuro prometedor de nuevos materiales que presentan propiedades físicas y químicas adecuadas para ser incorporadas a las nuevas tecnologías, incluyendo energías alternativas renovables y con ello las técnicas para obtener la producción de películas. Una de las técnicas es la RPU que se llevó a cabo para poder obtener películas delgadas de Y-Ba-Cu-O (itrio, bario, cobre y oxígeno) conocido con las siguientes nomenclaturas YBCO, aplicados sobre sustratos MgO, Si y SiO₂, utilizando como precursores itrio, bario y óxidos de cobre; polvo de YBCO e itrio, bario y nitratos de cobre; con la finalidad de elaborar dispositivos electrónicos superconductores [52], las aplicaciones tecnológicas de los materiales superconductores desarrollan circuitos asociados a la radio frecuencia y microondas, equipos médicos como la resonancia magnética, máquinas para la aceleración de partículas, creación de los electroimanes, entre otros.

2.5.1 Luminiscencia

La luminiscencia es el fenómeno que experimentan algunos materiales capaces de absorber energía y de volver a emitirla en forma de luz visible. Los fotones de luz emitida se generan por transiciones electrónicas en el sólido. Absorben energía al promover un electrón a un estado excitado; se emite luz visible cuando el electrón cae a un estado energético inferior si $1,8 \text{ eV} < h < 3,1 \text{ eV}$. La energía adsorbida se aporta como radiación electromagnética de energía superior (que causa transiciones desde la banda de valencia hacia la banda de conducción), tal como luz ultravioleta, o de otras fuentes tal como electrones de alta energía o energía térmica, mecánica o química.

Además, la luminiscencia se clasifica según el tiempo que dura la emisión de luz después de la absorción. Si la emisión dura menos de un segundo, el fenómeno se denomina *fluorescencia* y si dura más se denomina *fosforescencia*. Algunos sulfuros, óxidos, wolframatos y unos pocos materiales orgánicos son fluorescentes o fosforescentes. Generalmente los materiales puros no presentan estos fenómenos, pero sí los materiales que contienen impurezas en concentraciones controladas [53].

La luminiscencia en término general, incluye una amplia variedad de procesos de emisión de luz que derivan sus nombres de las diversas fuentes de energía que adquieren la adquieren. La fotoluminiscencia, que incluye la fluorescencia y fosforescencia, es una de las muchas categorías luminiscentes. Para ilustrar la diversidad de las emisiones de luminiscencia, de acuerdo al tipo de radiación que estimule el proceso de emisión se le asignan diversos nombres, como los siguientes ejemplos [54]:

- *Electroluminiscencia*: Es producida por el paso de una corriente eléctrica a través de un gas ionizado; debido a la excitación por electrones. Ocurre cuando se producen descargas.
- *Anodoluminiscencia*: Se da en ánodos y es debida a la acción de cationes sobre la sustancia que forma el ánodo.

- *Radioluminiscencia*: Obtiene su energía de las partículas de alta energía liberada a través de la desintegración radiactiva, producida por materiales radiactivos.
- *Triboluminiscencia*: Se deriva del significado de la palabra griega tribu para frotar; obtenida por ruptura o roce de ciertos materiales. Se emite cuando están estresados ciertos cristales, aplastados o rotos; dándose en ciertos tipos de cristales de azúcar.
- *Sonoluminiscencia*: Se produce en líquidos expuestos a las ondas de sonido intenso (compresión).
- *Quimioluminiscencia*: Es aquella luminiscencia en la que la energía es originada por reacciones; originándose por la ruptura de los enlaces químicos que suministran la energía.
- *Bioluminiscencia*: Se puede considerar una subdivisión de quimioluminiscencia que ocurre en organismos vivos; por ejemplo la luz que emiten las luciérnagas y gusanos de luz.
- *Catodoluminiscencia*: Es la luz que se genera a partir de la exposición de sustancias a los rayos catódicos.
- *Fotoluminiscencia*: Deriva su energía a partir de la absorción de la energía de la luz por ciertas moléculas en la que la energía activadora es de origen electromagnético (con mayor frecuencia en las longitudes de onda de infrarrojo, rayos ultravioleta o luz visible o rayos catódicos). La fotoluminiscencia se divide en las categorías de fluorescencia, fluorescencia retardada, y la fosforescencia.

2.5.1.1 Lantánidos Materiales Luminiscentes (Tierras Raras)

Muchos materiales de tierras raras tienen la propiedad de luminiscencia, esto quiere decir que tienen la capacidad de absorber la energía de excitación, además poseen alta eficiencia de conversión; y amplio espectro de emisión, desde el ultravioleta hasta el infrarrojo. Dependiendo de su naturaleza electrónica, los iones lantánidos muestran emisión luminiscente en la región espectral del visible o infrarrojo cercano cuando son excitados con radiación ultravioleta. Por ejemplo, el Eu(III) y Tb(III)

emiten en el visible, mientras que el Yb(III) y Er(III) se caracterizan por hacerlo en el infrarrojo, y otros iones, como el Pr(III), Nd(III), Sm(III), Dy(III), Ho(III) y Tm(III) muestran emisión en ambas regiones del espectro electromagnético. El Gd (III) emite en la región del ultravioleta, pero su luminiscencia sólo puede ser observada en ausencia de ligandos orgánicos con niveles energéticos bajos del estado singulete y triplete [55].

En la actualidad, materiales luminiscentes de tierras raras han sido ampliamente aplicados en la producción de dispositivos láser compactos de estado sólido en el visible, pantallas de alta brillantez, relevadores ópticos, pantallas de Rayos X intensificando, exploración física nuclear y otros campos como en cerámica, como sensores semiconductores, dieléctrico de microondas y cerámicas piezoeléctrica. Ya que son de actividad química fuerte, capaces de producir óxidos, haluros, sulfuros y pueden reaccionar con hidrógeno, nitrógeno, fósforo, carbono, y muchos otros elementos a una temperatura más baja, debido a la estructura especial de los elementos de tierras raras [56].

2.6 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

Las técnicas de caracterización han sido un impulso para el desarrollo de nuevos materiales, ya que por estos medios se puede obtener información a partir de la respuesta de un material al ser perturbado por una señal, con la finalidad de conocer las propiedades de un material: estructura, composición, morfología, topología, topografía, propiedades térmicas, ópticas y eléctricas, y conocer el comportamiento bajo condiciones simuladas, para posteriormente darle con utilidad aplicación específica al mismo.

2.6.1 Espectroscopía de Rayos X

Es una de las técnicas más conocidas y potentes para caracterizar materiales sólidos. La Difracción de Rayos X (DRX) se aplica principalmente a materiales cristalinos y se ha usado extensamente tanto para la identificación y análisis cuantitativo de muestras policristalinas (método de polvo cristalino) como para obtener la estructura cristalina y molecular monocristalina. Dándose un fenómeno físico debido a la interacción entre la radiación incidente y los planos reticulares cuya distribución es periódica en el cristal [57].

Este método de análisis consiste en hacer incidir un haz de rayos X de longitud de onda conocida (ondas electromagnéticas en el intervalo de 0.5 a 2.5 Å), sobre un cristal o polvo policristalino y es difractado por los planos de átomos de la muestra. La base física de la DRX por una red cristalina es la siguiente (Figura 2.10):

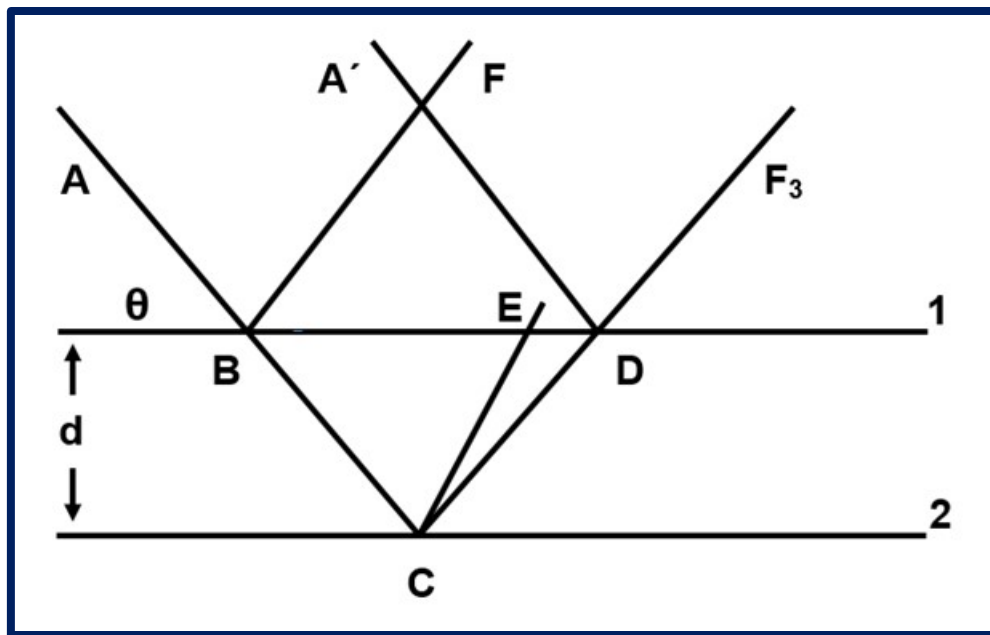


Fig. 2.10 Difracción de Rayos X por una red cristalina [58].

Sobre dos planos reticulares 1 y 2 de un cristal con una distancia d entre ambos, converge un haz de rayos X procedente de A, con un ángulo de incidencia θ ; este haz,

en parte se refleja sobre el primer plano hacia F , y en parte atraviesa y se refleja sobre el plano 2 hacia F_3 , y así sucesivamente sobre los otros planos.

En el punto D se sobreponen un rayo reflejado por el primer plano reticular y otro del segundo cuya diferencia de camino después de la reflexión es $CD-ED$. Si tal diferencia es múltiplo entero n de la longitud de onda λ de radiación X , los dos rayos en D estarán en concordancia de fase y sobreponiéndose aumentarán su densidad.

Por el contrario, si están en discordancia tenderán a anularse. Para que se verifique esta condición es necesario que las magnitudes λ , d , θ y n satisfagan la relación de la *Ley de Bragg*, mostrándose en la ecuación 2.2 [58].

$$n \lambda = 2 d \operatorname{sen} \theta \quad (2.2)$$

En el caso de un cristal único, el procedimiento se repite para las distintas direcciones del cristal, y con todos los resultados se determina su estructura cristalina; o en el caso del polvo policristalino, esta técnica se utiliza para identificar minerales.

2.6.2 Espectroscopía Ultravioleta-Visible (UV-Vis)

La espectroscopía de Absorción UV-Vis, es una técnica instrumental de amplio uso, en la que se estudia la absorción por parte de la materia de las radiaciones comprendidas en las zonas UV y visible del espectro electromagnético. La absorción selectiva de radiación produce el espectro de absorción, que proporciona información fundamental para la determinación de la composición química, la estructura y las propiedades de la materia [59].

Esta técnica mide la intensidad luminosa comprendida entre la región ultravioleta que abarca el intervalo de longitudes de onda comprendido entre 195–380 nm y la visible que abarca el intervalo de longitudes de onda que el ojo humano es capaz de percibir como colores, región comprendida entre 390–780 nm (Figura 2.11).

Por tanto, la radiación ultravioleta es más energética que la visible (a mayor longitud de onda, menor energía) [60].

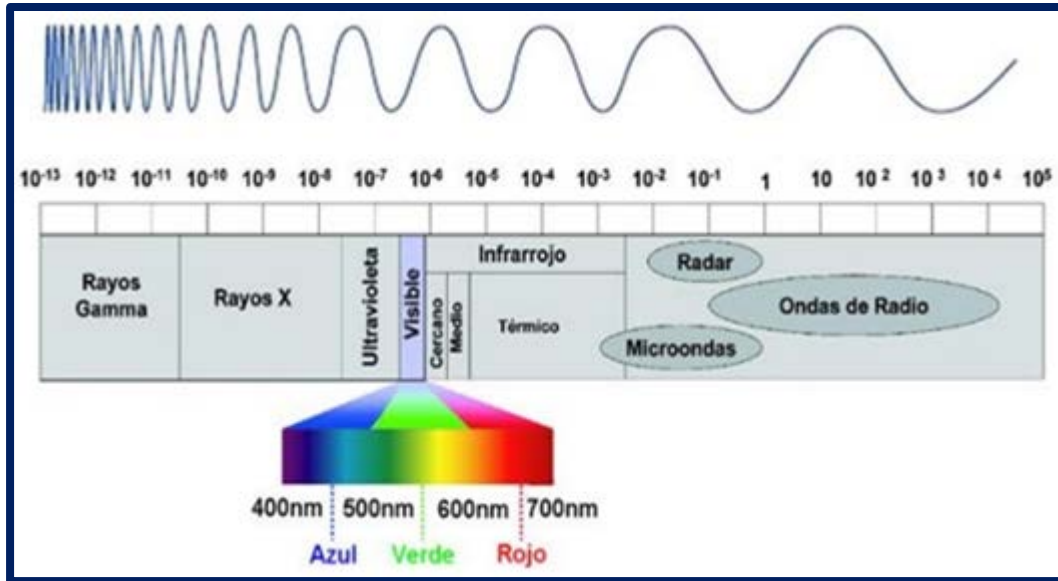


Fig. 2.11 Espectro electromagnético y luz visible.

2.6.3 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), es una técnica de caracterización que sirve para analizar la morfología de materiales sólidos de todo tipo; la cual utiliza un haz de electrones en lugar de un haz de luz para formar imágenes superficiales, con una resolución alta y en sección transversal con resolución lateral a una escala nanométrica. En sección transversal esta técnica permite el análisis de las interfaces entre sustrato–película así como también defectos puntuales. Esta técnica también nos permite realizar microanálisis para determinar la presencia cualitativa y/o cuantitativa de elementos en detalles microscópicos, como es el caso de inclusiones y precipitados en aceros u otras aleaciones.

El MEB, construye imágenes y contraste aprovechando la emisión de electrones (electrones secundarios) de una muestra, cuando sobre ella incide un haz enfocado de electrones de alta energía. La muestra emite rayos X también, los cuales pueden ser analizados para obtener información sobre la composición del material. Dada señal obtenida del MEB es captada con un detector apropiado (Figura 2.12).

Los electrones emitidos por la interacción del haz incidente y la muestra son colectados por los correspondientes detectores para producir una señal eléctrica, la cual se utiliza para modular la intensidad de un haz de electrones que incide en la pantalla de un Tubo de Rayos Catódicos (TRC), de manera que mediante un barrido sincronizado del haz incidente en la superficie de una muestra y del haz incidente en la pantalla del TRC, se producen en ésta una imagen de la muestra. La emisión de electrones y de rayos X de la muestra se origina por las colisiones de electrones del haz incidente con electrones de los átomos del material de la probeta [61].

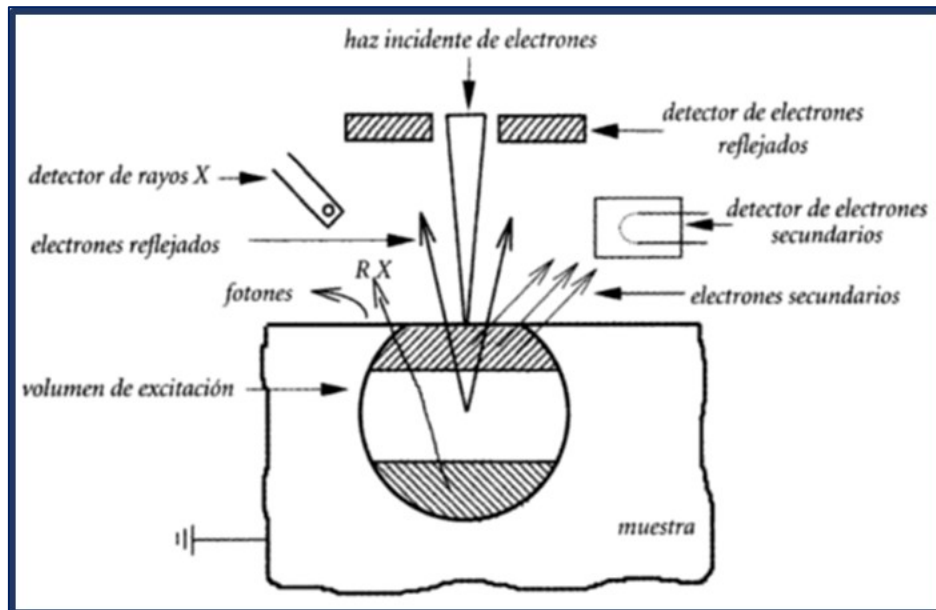


Fig. 2.12 Ilustración esquemática de la emisión de electrones retrodispersados (primarios) y secundarios, Rayos X y de fotones por la interacción de un haz incidente de electrones con la muestra [61].

2.7 PROCESO DE ELABORACIÓN DE LAS ARTESANÍAS DE BARRO NEGRO EN SAN BARTOLO COYOTEPEC

El proceso para la elaboración de las piezas artesanales se lleva a cabo actualmente mediante seis etapas por los artesanos de San Bartolo Coyotepec, Oaxaca, tal como se observa en la Figura 2.13 y descritas en los siguientes apartados de manera muy general [12, 62].

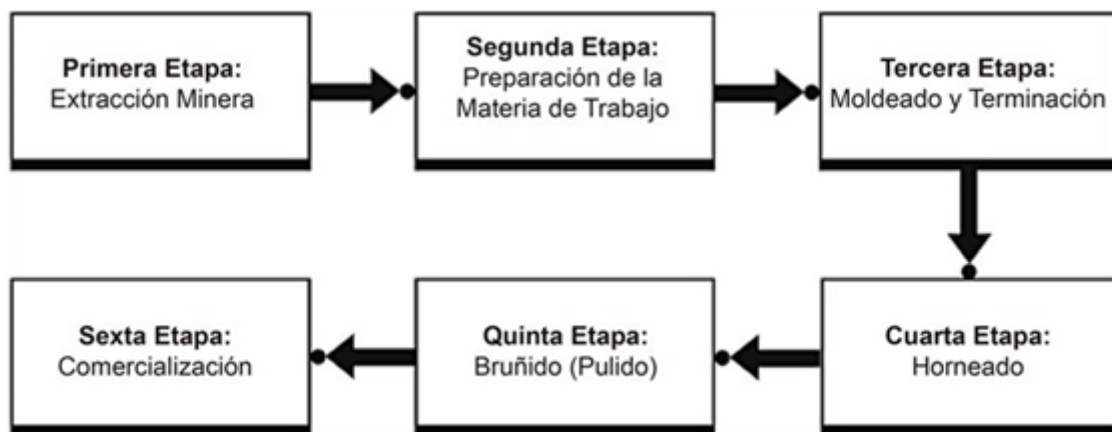


Fig. 2.13 Etapas para la obtención del barro negro de San Bartolo Coyotepec, Oaxaca.

2.7.1 Primera Etapa: Extracción Minera

El barro negro se obtiene de un lugar denominado “La mina”, que se encuentra a 2 km de la localidad de San Bartolo Coyotepec. La explotación del barro en “la mina” está a cargo de los nativos del pueblo; siendo ésta comunal. La extracción de la arcilla es una actividad exclusiva de los hombres, quienes utilizan herramientas como barretas, picos y palas. La arcilla húmeda que se extrae es transportada a la comunidad por medio de carretones, animales de carga (burros, mulas, caballos) y vehículos rodantes.

2.7.2 Segunda Etapa: Preparación de la Materia de Trabajo

Al llegar la arcilla, ésta se moja aproximadamente por un tiempo de una hora, después se introduce a una batidora eléctrica para eliminar la parte orgánica (raíces, hojas y hierbas), para de esta manera, obtener una arcilla limpia. La cual, posteriormente es colocada en estanques hasta adquirir una arcilla húmeda, que después es mezclada para obtener una pasta que se transformará en un producto artesanal.

2.7.3 Tercera Etapa: Moldeado y Terminación

Las mujeres son quienes se encargan de elaborar las piezas manualmente y transformar el barro en artesanías, cada artesana crea sus propios diseños, entre las piezas más comunes se encuentran el tradicional macetero y piezas decorativas. Si estas son piezas pequeñas, se realizan manualmente, pero si son grandes, utilizan un torno prehispánico, que se conforma de dos platos para su elaboración.

Cuando se tienen todas las piezas, estas se dejan secar por un día para poder realizar la decoración, empleando seguetas o calador para la elaboración de piezas caladas y herramientas especiales dando decoración o forma a la artesanía. Posterior a ello, se da un acabado liso, con la eliminación de poros, dejando secar las piezas para dar el último acabado a la pieza sin hornear, siendo de color café. A esto se le conoce como producción en verde.

2.7.4 Cuarta Etapa: Horneado

Esta actividad, es llevada a cabo tanto por el hombre como la mujer. Cuando las piezas están totalmente secas, se introducen al horno bajo tierra por periodos de 6 a 8 horas, utilizando la leña de encino como combustible. Los artesanos tapan las entradas y salidas de aire en el horno, con la finalidad que el humo encerrado dentro del horno y la falta de oxigenación, tiñan de color negro a las piezas.

2.7.5 Quinta Etapa: Bruñido (Pulido)

Las piezas son extraídas del horno, para darles el acabado final en forma manual, realizado mediante un pulido llamado bruñido, el cual consiste en pulir las piezas con piedra de cuarzo o alisadores metálicos, para obtener el color negro brillante que caracteriza las piezas artesanales de San Bartolo Coyotepec.

2.7.6 Sexta Etapa: Comercialización

Los artesanos productores, comercializan sus artesanías en mercados y en locales propios, los cuales se ubican en las calles principales de la comunidad. Las ventas que se obtienen con los productos artesanales, son utilizadas como medio de subsistencia de la población de San Bartolo Coyotepec, Oaxaca.

CAPÍTULO III

METODOLOGÍA

El siguiente capítulo se hace referencia al medio por el cual se puede llevar a cabo el escalamiento industrial mediante el diseño y fabricación de un horno eléctrico, el cual se adaptó a las características y dimensiones necesarias para obtener el crecimiento de las películas sobre las artesanías. También se muestran los parámetros cinéticos y condiciones experimentales que se utilizaron para obtener el recubrimiento de las piezas a través del escalamiento de la técnica RPU. Además, muestra la metodología que se llevó a cabo para el depósito de películas delgadas sobre piezas artesanales de barro negro, utilizando como matriz Al_2O_3 impurificada con tierras raras de: Ce^{3+} , Tb^{3+} y Eu^{3+} ; con la finalidad de obtener recubrimientos fotoluminiscentes en artesanías de barro negro, con volúmenes irregulares cuya altura oscilan entre 5 a 30 cm, ya que los artesanos las elaboran por su propia creatividad generando una diversidad de artesanías decorativas.

3.1 ESCALAMIENTO INDUSTRIAL

El surgimiento de un nuevo producto o tecnología es consecuencia de una demanda social que impone la necesidad de una respuesta tecnológica y de una demanda de mercado que estimula una respuesta de la que se esperan varias ventajas económicas o de otra índole, para ello es importante considerar el proceso de Investigación y Desarrollo (I+D) para dar paso de una escala a otra, tomando como base los cálculos y experimentos a pequeña escala.

Para lograr el recubrimiento fotoluminiscente sobre piezas artesanales de barro negro con formas irregulares es indispensable el escalamiento de la técnica RPU, ya que el sistema que se maneja a nivel laboratorio es utilizado

para recubrir piezas planas, por lo tanto surge la necesidad de escalar la técnica de acuerdo a las 4 etapas que menciona el autor González [46], adaptándolas a los requerimientos del proceso de recubrimiento fotoluminiscente (Figura 3.1).

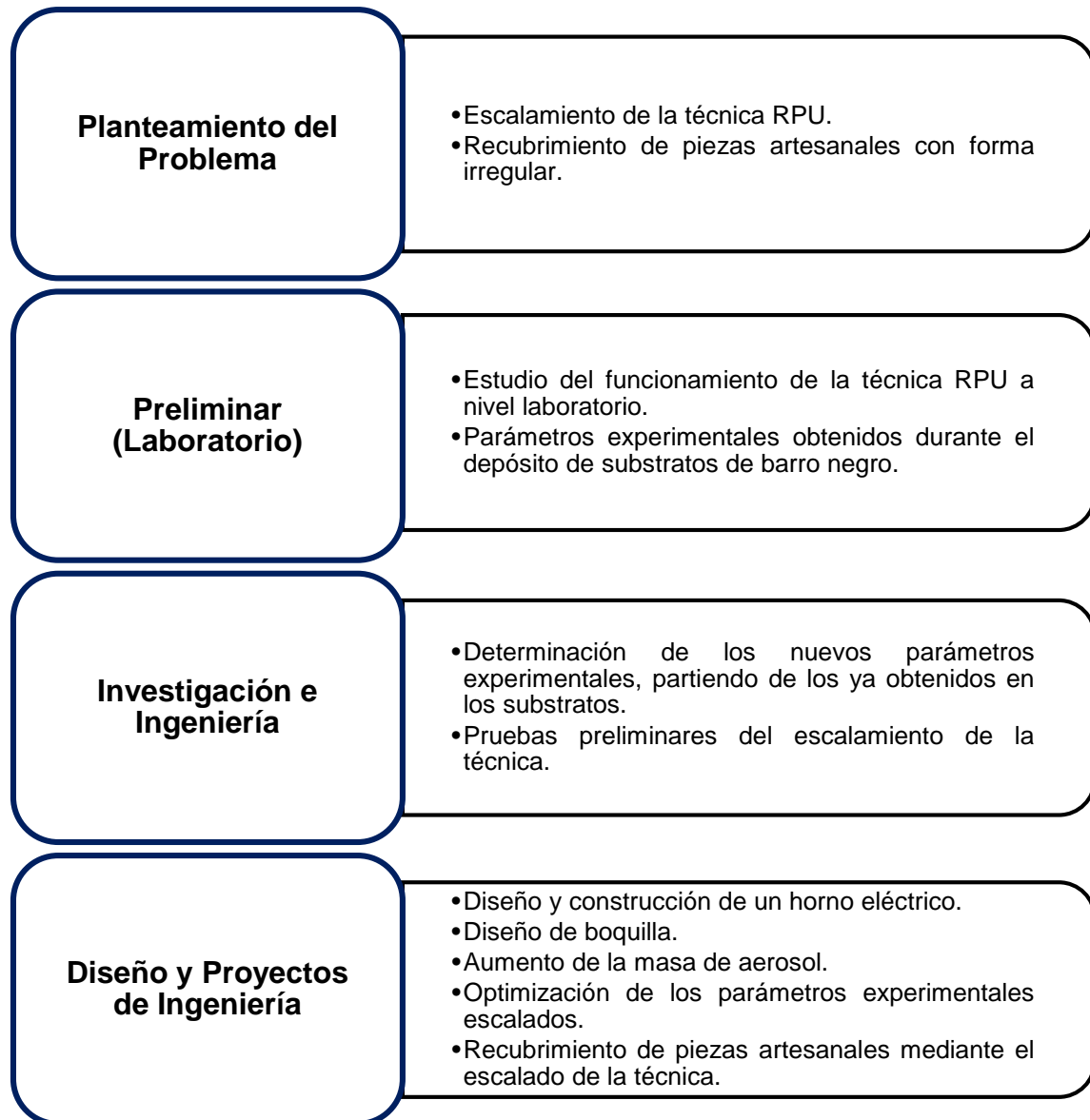


Fig. 3.1 Etapas de surgimiento de un nuevo producto o tecnología, para dar paso de una escala a otra.

3.1.1 Parámetros Experimentales a Nivel Laboratorio

Es bien sabido, que los parámetros experimentales son de vital importancia, para que se dé el crecimiento de la película sobre la superficie de un sustrato o pieza de trabajo mediante la técnica RPU. En los trabajos preliminares acerca del recubrimiento fotoluminiscente en sustratos de barro negro [27], los pioneros de dicha investigación partieron de ceros hasta encontrar los parámetros indicados mediante el estudio de los procesos químicos y las velocidades de reacción, que es conocido como el estudio cinético. Es de aquí que este trabajo de escalamiento partirá de los siguientes parámetros experimentales establecidos como se pueden observar en la tabla 3.1, por lo tanto no fue necesario realizar un diseño de experimento, ya que los datos y conocimientos obtenidos en los anteriores trabajos facilitaron obtener los nuevos parámetros experimentales.

Tabla 3.1 Condiciones de recubrimiento de sustratos de barro negro [27].

PARÁMETROS	CONDICIONES EXPERIMENTALES
Frecuencia de vibración del piezoeléctricos	0.8 MHz
Aire filtrado	5 LPM
Distancia de boquilla a superficie depósito	1 cm
Tiempo de depósito	2 períodos de 3 minutos, cada uno
Tiempo de termalización	1 min entre cada depósito
Temperatura de depósito	300-400-500-600° C
AlCl ₃ ·6H ₂ O	0.03M – 0.05M
Ce ³⁺ , Tb ³⁺	1 – 15%
Alcohol metílico (CH ₃ OH) solvente: H ₂ O	En una relación de 1:1

3.1.2 Construcción de un Horno Eléctrico

La técnica RPU se ha aplicado con éxito para sintetizar una amplia variedad de materiales inorgánicos y orgánicos sobre superficies planas [63], tanto a nivel laboratorio como a nivel industrial. Por lo que, esta investigación se diferencia a otras ya que el depósito se realizará sobre piezas con geometría variable. Para lograr este objetivo, primero se diseñó y construyó un horno eléctrico de resistencias, con la finalidad de cumplir con uno de los principales parámetros de la técnica, como es la temperatura de depósito; puesto que esto conduce a que se dé el crecimiento uniforme de las películas sobre las artesanías, sustituyendo con ello el calefactor que se utiliza a nivel laboratorio, que está compuesto por un crisol de forma rectangular, conformado por resistencias las cuales son cubiertas por un baño de estaño, que es calentado por encima de su punto de fusión (231.9 °C).

Por lo cual, el plano del horno eléctrico se basó en la funcionalidad de los hornos eléctricos por resistencias que se ubican en el taller de cerámica (Figura 3.2) y vidrios (Figura 3.3), en la Universidad Tecnológica de la Mixteca. Para ello es necesario alcanzar la temperatura óptima de deposición química en fase vapor de la película fotoluminiscente sobre las artesanías de barro negro, ya que los diversos reactivos utilizados en este trabajo se logran a temperaturas superiores a 300 °C.



Fig. 3.2 Horno eléctrico por resistencia del taller de vidrios.



Fig. 3.3 Hornos eléctricos por resistencias del taller de cerámica.

3.1.2.1 Herramientas

Las siguientes herramientas fueron empleadas para llevar a cabo la construcción del horno:

- 1 Tornillo de banco N.5
- 1 Máquina de soldar
- 1 Punteadora Neumática
- 1 Cortadora para concreto
- 1 Taladro
- 1 Remachadora
- 1 Esmeril
- 1 Cautín
- 1 Disco para concreto
- 1 Arco con segueta
- 1 Tijeras para lamina
- 1 Dado de 11/32" con matraca
- 1 Escuadra falsa
- 1 Escuadra de 90°
- 1 Flexometro
- 1 Desarmador de cruz
- 1 Desarmador plano
- 1 Pinzas con puntas planas
- 1 Desarmador (abrazaderas)
- 1 Broca de acero 3/16"
- 1 Broca de acero 11/32"

3.1.2.2 Materiales

Los materiales utilizados para la construcción del horno eléctrico de resistencias, son los siguientes:

- 1 Lámina de acero inoxidable C-22 (91 x 244) cm
- 28 Concretos refractarios densos de alta alúmina de 22.86x11.43x2.35 cm, con un soporte de temperatura máxima de 1512°C (2754°F), recomendada por el proveedor TERMIMEX
- 20 Concretos refractarios densos de alta alúmina reutilizados de 22.86x11.43x2.35 cm
- 1 Saco de concreto refractario denso de alta alúmina, húmedo de fraguado al aire; con un soporte de temperatura máxima de 1650°C (3002°F), recomendada por el proveedor TERMIMEX
- 1 Rollo de colcha térmica
- 4 Resistencias de hilo de Kanthal con una longitud de 10.5 cm c/u de 13 Ω (dos fueron de reúso)
- 2 m de cable antinflama
- 1 Controlador de temperatura, marca FEESA electrónica
- 1 Termopar tipo J
- 1 Fuente de 5 VCC 700 mA
- 2 Switches de balancing de 1 polo, 1 tiro, 2 posiciones e iluminados
- 1 Fusible tipo europeo de 2 amp
- 1 Contactor magnético bobina 110 voltios, modelo 3RT1026-1A, marca Siemens
- 1 Grasa de silicón para uso eléctrico
- 1 Rollo de soldadura estaño/plomo de diámetro 1 mm
- 1 Motorreductor de 3 RPM de 120 V (extraído de un horno de microondas)
- 1 Eje con platillo de acero dulce con diámetro de 8.8 cm
- 1 Balero de carga con diámetro interno de 12 mm
- 4 Llantas locas de hule de 4" de diámetro con freno (reúso)

- 2 Engranajes de acoplamiento (estrellas del desviador de bicicleta)
- 1 Cadena de transmisión
- 2 Placas de soporte
- 1 Plumón de aceite color negro
- 1 Caja de cartón
- 1 Malla
- 8 Abrazaderas sinfín de 4"
- 1 Bolsa de remaches cuerpo de aluminio diámetro 5/32" x 4 mm
- 1 Bolsa de cinchos de plástico natural de 100 mm x 2.5 mm
- 20 Tornillos de 3/4" x 3/16" con tuercas
- 10 Tornillos de 1/2" x 3/16" con tuercas
- 4 Tornillos de 3/8 x 1" con rondana plana, rondana de presión y tuercas
- 6 Terminales de ojillo C10
- 6 Terminales U C14
- 1 Kilogramo de electrodos (6013) diámetro 1/8"
- 30 cm de esparrago de 3/16"
- 2 Bisagras de 3"
- 2 Bisagras de 1"
- 10 m de ángulo de acero 1 1/4" x 1/8"
- 2 m de ángulo de acero de 1 1/2" x 1/8"
- 2 m de solera 3/4" x 1/8" de grueso
- 1 m de ángulo de 1 1/2" x 1/8" de grueso de aluminio
- 1 m de cable de acero de 1/16"
- 10 m cable eléctrico de 10 awg

3.1.2.3 Componentes Principales del Honor Eléctrico

El escaldo y modificación del horno surgió de la necesidad de diseñar un horno eléctrico que permitiera proporcionar la temperatura deseada y uniforme sobre las piezas artesanales que sirven de sustrato. En la Figura 3.4 se puede apreciar una vista explosionada de los componentes principales que integran el horno eléctrico, mediante el Software SolidWorks 2012 de diseño CAD, el cual; se compone de una base octagonal de ladrillos como soporte del plato giratorio, base de acero como soporte del cuerpo del horno, rejilla de ventilación de metal desplegado para las conexiones de las resistencias, cuerpo de ladrillos compuesto por 32 ladrillos refractarios que contienen en la parte interna cuatro resistencias que proporcionan la transmisión de calor a los piezas, por este medio de radiación de temperatura se evita la contaminación del aerosol y las propiedades de la película fotoluminiscentes, también se compone de un gabinete de control para manipular el encendido y apagado de las resistencias y el plato giratorio, la base giratorio se compone de un eje y un plato de metal cubierto de cemento refractario, que gira por medio de un motorreductor siendo elemental para el movimiento de la pieza y así facilitar los recubrimientos, cubierta octagonal de acero inoxidable del cuerpo del horno para resguardar tanto la colcha termina que evitará la menor transferencia de calor y el cuerpo de ladrillos que mantiene la temperatura homogénea, tapón de ventana echo de cemento refractario con seguro movable, para realizar los recubrimientos de las piezas cuando el horno está encendido, ventana sobre el cuerpo de ladrillos facilitará introducir y sacar la boquilla para realizar los recubrimientos dentro del horno sin la necesidad de sacar la pieza, cubierta de acero inoxidable de la tapa sujeta los ladrillos que conforman la tapa y por último componente es la tapa octogonal de ladrillos, el medio por donde se meterán y sacaran las piezas terminando el proceso. El proceso sobre la construcción del horno se describe paso a paso en el Anexo C.

Mediante las consideraciones del diseño y funcionamiento del horno, se permitió el escalamiento, alcanzando las condiciones necesarias durante el

depósito de la película sobre las piezas artesanales, resaltando que mediante este mismo diseño se tiene también la ventaja de obtener recubrimientos por la generación mecánica, ultrasónica y neumática del aerosol.

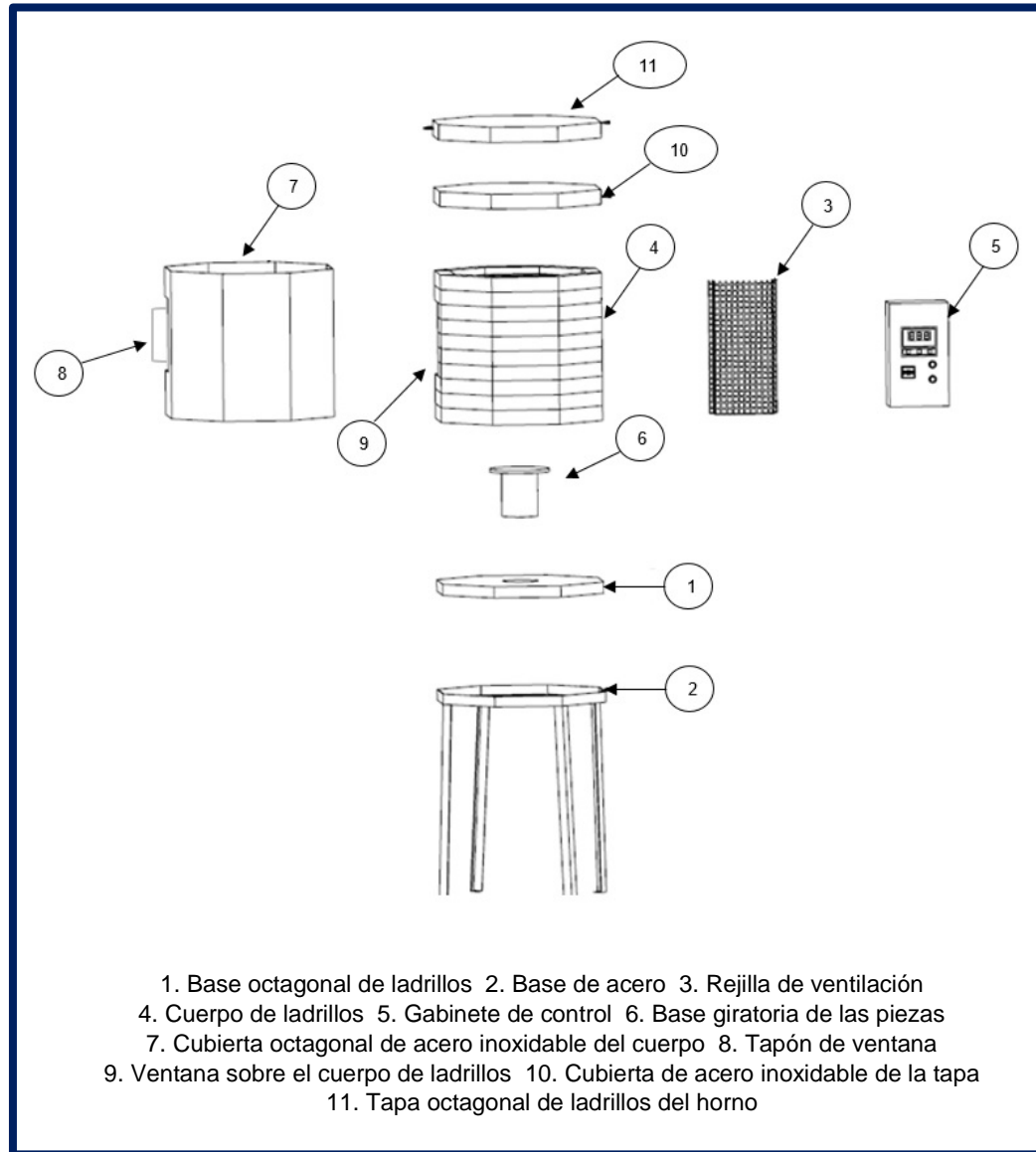


Fig. 3.4 Vista explosionada de los componentes principales del horno eléctrico.

3.1.3 Parámetros de Escalamiento

Iniciando con los parámetros obtenidos a nivel laboratorio como se menciona en sección 3.1.1, este trabajo parte con la experimentación de los parámetros ya establecidos que se mencionan en la tabla 3.2. A consecuencia del escalamiento los siguientes parámetros se modificaron; volumen del aire filtrado, tiempo y temperatura de depósito y concentración tanto de la matriz como de los dopantes, por lo que no se realizó un diseño de experimentos, ya que los nuevos parámetros óptimos se consiguieron fijando 4 de las 5 variables y moviendo solamente 1, entre los rangos de los parámetros a nivel laboratorio (tabla 3.3).

El cambio de los parámetros trajo como consecuencia, películas blanquizas y sin buena adhesión sobre los substratos de barro negro, este resultado se ve a simple vista y al tocarlo la película se desprende con facilidad como se puede observar en el primer substrato de la figura 3.5.



Fig. 3.5 Substratos de barro Negro con película fotoluminiscente.

El problema de obtener película blanquiza y sin buena adhesión, se resolvió mediante la experimentación de las variables que involucran el proceso químico como se muestra en la tabla 3.2, mediante las pruebas se fueron fijando los parámetros óptimos y con ellas el mejoramiento de la adhesión de la película

al sustrato y la obtención de una película cuasi-transparente, tal y como se muestra en la figura 3.5. Por lo tanto, no fue necesario complementar todo un estudio exhaustivo de la cinética, ya que el objetivo de este trabajo no es tanto el estudio cinético, sino un medio para alcanzar el escalamiento de los parámetros partiendo de los planteados a nivel laboratorio, con el fin de recubrir piezas artesanales con formas irregulares.

Tabla 3.2 Experimentación de las variables que involucran el proceso químico.

PRUEBAS	VARIABLE	CONSTANTES
Primera	Volumen del aire filtrado (5 - 15 - 25 LPM)	<ul style="list-style-type: none"> ° Temperatura ° Concentración de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ° Porcentaje de dopante ° Tiempo de depósito
Segunda	Temperatura (300 - 350 - 400 °C)	<ul style="list-style-type: none"> ° Volumen del aire filtrado ° Concentración de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ° Porcentaje de dopante ° Tiempo de depósito
Tercera	Concentración de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (0.03 - 0.05 - 0.07 - 0.10 M)	<ul style="list-style-type: none"> ° Temperatura ° Volumen del aire filtrado ° Porcentaje de dopante ° Tiempo de depósito
Cuarta	Porcentaje de dopante Ce^{3+} , Tb^{3+} , Eu^{3+} (1 - 3 - 5 - 7 - 11 - 13 - 15 %)	<ul style="list-style-type: none"> ° Temperatura ° Volumen del aire filtrado ° Concentración de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ° Tiempo de depósito
Quinta	Tiempo de depósito (3 - 5 - 10 min)	<ul style="list-style-type: none"> ° Temperatura ° Volumen del aire filtrado ° Concentración de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ° Porcentaje de dopante

3.2 EQUIPO E INSTRUMENTOS UTILIZADOS

En cada proceso, es fundamental conocer el uso y función de los materiales e instrumentos que se requerirán, los cuales deben cumplir los requisitos previamente definidos por los usuarios, empezando por el equipo de

protección personal para el manejo o manipulación de las herramientas, también para la prevención de lesiones y enfermedades serias que pueden resultar del contacto con materiales químicos, radiológicos, físicos, eléctricos y mecánicos.

3.2.1 Equipo de Protección Personal

En la figura 3.6, se muestra el equipo de protección personal que se utilizó durante el procedimiento para recubrir las artesanías de barro negro. El equipo utilizado fue: bata de algodón, mandil de asbesto marca GEX seguridad, par de guantes de asbesto marca GEX seguridad, careta de seguridad marca GEX seguridad, lentes de seguridad transparentes marca Propinsa, mascarilla doble filtro para gases ácidos y vapores orgánicos marca Cabel 2400.



- a. Bata de algodón.
- b. Mandil de asbesto, marca *GEX seguridad*.
- c. Par de guantes de asbesto, marca *GEX seguridad*.
- d. Careta de seguridad, marca *GEX seguridad*.
- e. Lentes de seguridad transparentes, marca *Propinsa*.
- f. Mascarilla doble filtro para gases ácidos y vapores orgánicos, marca *Cabel 2400*.

Fig. 3.6 Equipo de protección personal que se utiliza para el proceso de recubrimiento fotoluminiscente sobre artesanías de barro negro.

3.2.2 Equipos

Los equipos utilizados fueron:

- 1 Horno eléctrico de resistencias de hilo de Kanthal, manufacturado en las instalaciones de la UTM.
- 2 Generadores ultrasónicos con frecuencia de 0.8 MHz, marca *Sun shine*.
- 1 Extractor de gases residuales
- 1 Parrilla de calentamiento y agitación, marca *Thermo scientific*.
- 1 Balanza analítica de alta precisión con 0.01 mg digital, marca *Voyager Pro*
- 1 Lámpara de luz UV de 115V ~ 60Hz, 0.16 Amps, con tres longitudes de onda (254, 302, 365 nm), marca *UVP*
- 1 compresor de aire, lubricado de 25 L, marca *Truper*.
- 1 Flujómetro con caudal de 0 a 30 LPM, marca *Cole-Parmer*.
- 1 Difractómetro D5000, utilizando una longitud de onda $\lambda = 1.540 \text{ \AA}$, correspondiente a la línea $K\alpha$ de cobre, operando a 30 keV, marca *Siemens*
- 1 Microscopio electrónico de barrido equipado con una ventana de berilio, marca Leica Cambridge, modelo *Stereoscan 440*
- 1 Espectrofluorímetro FluoroMax-P Jobin Yvon Horiba, con una fuente de excitación de emisión continua de 150 watts.

3.2.3 Materiales

Los materiales requeridos para llevar a cabo el depósito de película sobre las artesanías fueron:

- 2 Contenedores de solución de polímero tipo PET, ensamblado a un dispositivo de nylamid.
- 1 Boquilla de 60 cm de largo, marca *Quimilab*
- 2 Soportes universales con pinzas
- 1 Pinzas para crisol
- 2 Espátulas doble plana
- 3 Mangueras corrugadas de polímero de 65 cm de largo c/u
- 2 Mangueras expansibles
- 1 Pieza Y de cristal
- 1 Embudo de cristal
- 1 Cronómetro digital, marca *Steren*
- 3 Matraz con tapón de 500 ml, *marca Pirex*
- 1 Probeta de 250 ml, *marca Pirex*
- 3 Imanes de agitación 1 x 5/16", *marca Spinbar*
- 1 Pliego de papel encerado
- 1 Caja con guantes de látex, *marca Ambiderm*
- 1 Rollo de papel
- 1 Brocha

3.2.4 Reactivos

En la tabla 3.3, se indican tantos los compuestos químicos como los solventes que componen a la solución de partida.

Tabla 3.3 Compuestos químicos y solventes precursores.

REACTIVOS	PUREZA	FÓRMULA	MARCA	PESO MOLECULAS g/mol
Cloruro de Aluminio Hexahidratado	99%	$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Sigma – Aldrich	241.4322
Cloruro de Cerio Heptahidratado	99.9%	$\text{CeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	Sigma – Aldrich	67.9190
Cloruro de Terbio Hexahidratado	99.9%	$\text{TbCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Sigma – Aldrich	373.3760
Cloruro de Europio Hexahidratado	99.9%	$\text{EuCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Sigma – Aldrich	258.3230
Alcohol Etilico	99.5%	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$	Simplicity	–
Agua Desionizada	18.2 M Ω -cm	H_2O	Meyer	–

3.3 DETALLES EXPERIMENTALES

Para llevar a cabo el proceso de recubrimiento fotoluminiscente sobre las artesanías de barro negro se implementó una metodología desarrollada por la presente investigación (Figura 3.7), la cual consistió en cuatro actividades, que son descritas y mostradas a continuación.

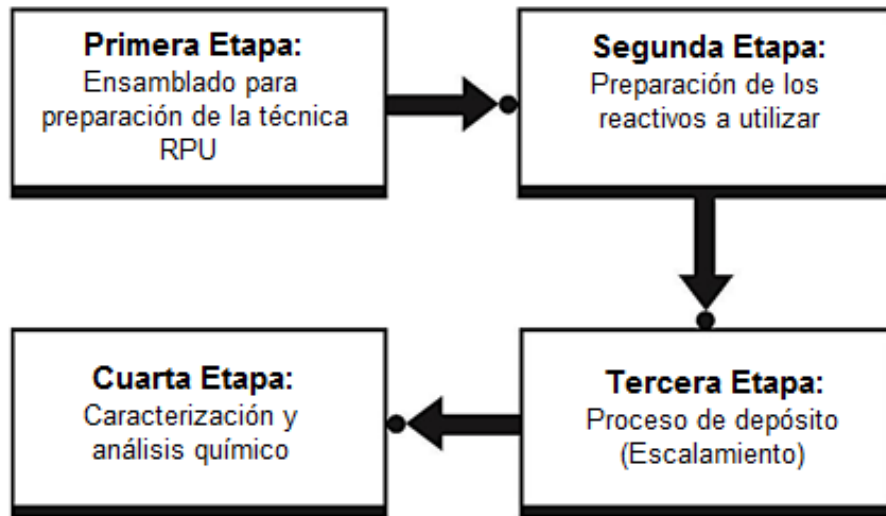


Fig. 3.7 Etapas del proceso de recubrimiento fotoluminiscente.

3.3.1 Primera Etapa

A nivel laboratorio, el sistema RPU se compone de un solo generador ultrasónico para recubrir substratos planos, en esta investigación se utilizaron dos generadores ultrasónicos para incrementar el volumen de masa del aerosol y disminuir el tiempo de depósito sobre las artesanías. Como se puede observar en la Figura 3.8, el sistema de atomización se compone de lo siguiente:

- 1) Dos generadores ultrasónicos, que por medio de una conexión en forma de Y, ingresa el gas de arrastre.
- 2) Dos contenedores donde se encuentra 3 ml de solución precursora en cada uno, al igual con otra conexión en forma de Y, se reúne el aerosol de ambos generadores para obtener de una sola manguera la salida de masa del aerosol.
- 3) Una boquilla; la cual fue diseñada por medio del programa SolidWorks 2012 (Anexo B) y fabricada por el laboratorio QUIMILAB con vidrio de

“borosilicato de duran”, que soporta temperaturas de 500 °C; comenzándose a deformar a 550 °C.

- 4) Un extractor de gases residuales que se une a la salida de gases.
- 5) Un flujómetro, para regular el gasto del gas de arrastre de 25 MLP.
- 6) Un horno eléctrico de resistencias (Anexo A), donde la temperatura es sensada por medio de un termopar tipo J.



Fig. 3.8 Sistema de escalamiento para la técnica RPU.

Para obtener el crecimiento de las películas sobre las piezas artesanales, las zonas del generador ultrasónico y transporte del aerosol, son desmanteladas por completo para propósitos de limpieza. Dado que es muy importante que el

sistema RPU se encuentre libre de impurezas, se realiza una limpieza previa a cada depósito, con la finalidad de evitar futuras contaminaciones y de esta manera obtener la emisión deseada, puesto que se utilizan como dopantes elementos químicos como son las tierras raras, que son los que dan las propiedades fotoluminiscentes al ser excitadas con luz UV. Una de las ventajas y es uno de sus mayores aciertos que lo hace ser un proceso simple, es el hecho de que la técnica RPU no hace uso de sistemas de vacío.

3.3.2 Segunda Etapa

Para obtener la solución precursora, se debe contar con la masa molar de la matriz Al_2O_3 , la cual presenta alta resistencia a la radiación, alta conductividad térmica, alta estabilidad química y baja permeabilidad a impurezas alcalinas [64]; como el uso de los dopantes de tierras raras considerados como los principales activadores luminiscentes [65]. Cabe resaltar que la masa molar de los dopantes está calculada en función de la concentración de la matriz, que se obtiene por la pureza especificada en los datos técnicos proporcionados por el proveedor, o bien se calcula considerando la masa molecular de todos los componentes que integran la molécula.

La preparación de las soluciones comenzando por la matriz, se utilizó Al_2O_3 a una concentración de 0.10 M. Para los diferentes elementos dopantes (Ce^{3+} , Tb^{3+} , Eu^{3+}), la concentración utilizada en cada uno de ellos, fue en relación al peso de la matriz de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (tabla 3.3). Los parámetros utilizados durante el depósito de películas se muestran en la tabla 3.4.

Tabla 3.4 Condiciones del escalamiento para el proceso RPU.

PARÁMETROS	CONDICIONES EXPERIMENTALES
Frecuencia de vibración de los piezoeléctricos	0.8 MHz
Aire filtrado	25 LPM
Distancia de la boquilla a la superficie depósito	1 cm
Tiempo de depósito	3 períodos de 10 minutos, cada uno
Tiempo de termalización	1 min entre cada depósito
Temperatura de depósito	370° C
Alcohol metílico (CH ₃ OH) solvente: H ₂ O	En una relación de 1:1

Para la obtención de películas con emisión azul, se utilizó el compuesto de CeCl₃ · 7H₂O, calentando la artesanía a una temperatura de 370°C. En la tabla 3.5, se presentan los compuestos precursores de las películas, así como las disoluciones y concentraciones.

Tabla 3.5 Compuestos precursores y disoluciones de las películas de Ce³⁺.

FÓRMULA	CONCENTRACIONES
AlCl ₃ · 6H ₂ O	0.10 M
CeCl ₃ · 7H ₂ O	7% (en relación al AlCl ₃ · 6H ₂ O)
CH ₃ OH : H ₂ O	En una relación de 1:1

Para la obtención de las películas con emisión color verde, el compuesto utilizado es $TbCl_3 \cdot 6H_2O$, calentando las artesanías a una temperatura de $370^\circ C$. En la tabla 3.6, se indican los compuestos precursores de las películas, así como disoluciones y concentraciones.

Tabla 3.6 Compuestos precursores y disoluciones de las películas de Tb^{3+} .

FÓRMULA	CONCENTRACIONES
$AlCl_3 \cdot 6H_2O$	0.10 M
$TbCl_3 \cdot 7H_2O$	7% (en relación al $AlCl_3 \cdot 6H_2O$)
$CH_3 OH : H_2O$	En una relación de 1:1

Por último, para la obtención de las películas con emisión color rojo, el compuesto utilizado es $EuCl_3 \cdot 6H_2O$ con un peso molecular de 258.3230 g/mol, que de igual manera las artesanías se calentaron a una temperatura de $370^\circ C$. En la tabla 3.7, se enlistan los compuestos precursores de las películas, así como las disoluciones y concentraciones.

Tabla 3.7 Compuestos precursores y disoluciones de las películas de Eu^{3+} .

FÓRMULA	CONCENTRACIONES
$AlCl_3 \cdot 6H_2O$	0.10 M
$EuCl_3 \cdot 7H_2O$	3% (en relación al $AlCl_3 \cdot 6H_2O$)
$CH_3 OH : H_2O$	En una relación de 1:1

Ambos componentes son disueltos en alcohol etílico y agua desionizada, los cuales se preparan en una relación de 1:1; posteriormente la solución que contiene los solutos son mezclados mediante agitación magnética en una parrilla, hasta alcanzar una disolución total.

3.3.3 Tercera Etapa

El procedimiento seguido para el depósito de la película fotoluminiscente sobre las artesanías con emisión de colores (azul, verde y rojo) es como a continuación se presenta:

- 1) Se procede a colocarse el equipo de seguridad personal, como son guantes, mandil, careta para soportar las altas temperaturas que se manejan; lentes y mascarilla con filtros para evitar inhalar los posibles gases que la campana de extracción no arrastre.
- 2) Una vez obtenidas las soluciones precursoras con una concentración dada, se mezclaron y se colocaron 40 ml en cada uno de los contenedores, los cuales están dispuestos por el sistema RPU, y que están colocados en el nebulizador, generando el aerosol que, con la ayuda de la inyección de aire, será conducido a través de los ductos del mismo sistema.
- 3) Se enciende el horno eléctrico estableciendo la temperatura a 370 °C.
- 4) Las piezas artesanales son limpiadas con algodón y brocha, con la finalidad de eliminar residuos de polvo y grasa, ya que estas impurezas podrían impedir el crecimiento de las películas sobre la artesanía.
- 5) Se introduce la pieza artesanal al horno, con ayuda de pinzas para crisol e inmediatamente se enciende el mecanismo giratorio, con la finalidad de que la artesanía aumente su temperatura de forma homogénea; así, de esta manera se pueda llevar a cabo la pirolisis y con ello el crecimiento de la película con eficacia.

- 6) Una vez que es alcanzada la temperatura deseada, se enciende el compresor, el extractor de gases residuales y los generadores ultrasónicos.
- 7) Se inyecta aire a 25 LPM controlado por un flujómetro, con la finalidad de que la masa del aerosol de dos generadores ultrasónicos sea arrastrado y controlado a un volumen deseado para el recubrimiento.
- 8) Estando la pieza dentro del horno, se deja termalizar durante un tiempo de 3 min., para después retirar la ventanilla del horno, verificando que se tenga el flujo de aerosol deseado a través de la boquilla, la cual se introducirá por la ventana del horno y comenzar a recubrir la pieza por un periodo de tiempo de 10 min. Este procedimiento consta en colocar la boquilla a una distancia fija de la superficie de la artesanía mientras va girando, la boquilla se mueve en forma vertical comenzando de abajo hacia arriba. Una vez concluido el tiempo, se cierra la ventana y se deja termalizar la pieza por un tiempo de 3 min. Esta acción se lleva a cabo tres veces; hasta que la pieza quede cubierta por una película cuasi-transparente. Es importante tomar en cuenta que la distancia de la boquilla a la pieza deba ser de 1 cm aproximadamente.
- 9) Después, se retira la pieza del horno y se deja enfriar sobre una plataforma plana, posteriormente para transportarla al cuarto oscuro, donde se excitará con una lámpara UV a una longitud de onda de 254 nm para emisiones verdes y rojas a 254 nm, para la emisión azul a una longitud de onda de 302 nm.
- 10) Al exponer la artesanía a la luz ultravioleta, se inspecciona que se tenga un recubrimiento uniforme y con buena emisión, pasando la lámpara UV sobre toda la superficie de las piezas artesanales.

3.3.4 Cuarta Etapa

Con la finalidad de caracterizar los depósitos de película sobre las piezas artesanales, se realizaron las siguientes técnicas de caracterización [27]:

- La determinación de la estructura cristalina de las películas $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ce}^{3+}$ y $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Tb}^{3+}$ y $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$, se realizó sobre las películas depositadas en las artesanías de barro negro (fragmentos), mediante Difracción de Rayos X (DRX) utilizando un Difractómetro marca Siemens D5000 con una radiación $\text{Cu K}\alpha$ 1.540 Å y operando a 30 keV.
- La composición química se analizó por Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDS), acoplado al microscopio electrónico de barrido (MEB), marca Leica Cambridge Electrón Microscope modelo Stereoscan 440, equipado con una ventana de berilio, observándose la morfología superficial de la película Al_2O_3 con sus dopantes de Ce^{3+} , Tb^{3+} y Eu^{3+} de las películas depositadas sobre fragmentos del barro negro.
- Con la finalidad de determinar las longitudes de onda de excitación y máxima emisión de fotoluminiscencia, alcanzada en las películas depositadas sobre los fragmentos de barro negro, se utilizó un espectrofluorímetro Jobin-Yvon Fluoro-Max-P, realizando las mediciones a temperatura ambiente.

Mediante el escalamiento de la técnica RPU y la implementación de la metodología fue factible el recubrimiento fotoluminiscente sobre piezas artesanales de barro negro que van de 5 a 30 cm de altura. Este método es elegido pensando en los artesanos que harán uso de él, ya que es de fácil manejo, pero primordialmente económico para la implementación en los talleres artesanales de San Bartolo Coyotepec, Oaxaca.

CAPÍTULO IV

ANÁLISIS DE RESULTADOS

En este capítulo se mencionan los resultados de esta investigación, que para lograrlo fue necesaria la construcción del equipo adecuado y flexible para recubrir las artesanías de barro negro. Como ya se mencionó en la metodología, la construcción del horno eléctrico es un equipo indispensable y fundamental para el escalamiento industrial, al igual que el diseño, elaboración de la boquilla y acoplamiento de los dos generadores ultrasónicos para obtener una mayor masa de aerosol. Todos estos fueron los medios para lograr que los recubrimientos fotoluminiscentes sobre las piezas artesanales de barro negro se alcanzarán, obteniendo depósitos de películas de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ce}^{3+}$, $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Tb}^{3+}$ y $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$, a partir de una matriz de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

4.1 RECUBRIMIENTOS FOTOLUMINISCENTES SOBRE BARRO NEGRO

Tras años de experiencia, publicaciones y una patente registrada ante el Instituto Mexicano de la Propiedad Intelectual (IMPI), así como la síntesis para depositar película delgada con propiedades fotoluminiscentes aplicado sobre superficies de substratos de barro negro (1.5 cm^2) mediante la técnica RPU, fueron la base y respaldo para iniciar los estudios de escalamiento industrial sobre las artesanías de barro negro. Con la finalidad de hacer reproducibles las películas con los parámetros y condiciones fijadas en los estudios previos se realizaron una serie de pruebas experimentales sobre substratos de barro negro, para alcanzar la máxima emisión en los tres colores básicos. En la Figura 4.1 se observan las muestras de los substratos utilizados con recubrimiento de película fotoluminiscente, los cuales fueron etiquetados marcando la concentración molar de la matriz utilizada y elementos dopantes, así como la temperatura de depósito.



Fig. 4.1 Muestras de sustratos de barro negro con película $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ce}^{3+}$, $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Tb}^{3+}$ y $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$.

Los resultados obtenidos de la experimentación realizada, se muestran en la Figura 4.2, donde se alcanzó una máxima emisión en los tres colores básicos (azul, verde y rojo), sobre sustratos de barro negro recubiertos con película cuasi-transparente, bajo la estimulación de luz UV a una longitud de onda de 254 nm para la emisión verde y roja y 302 nm para emisión azul.

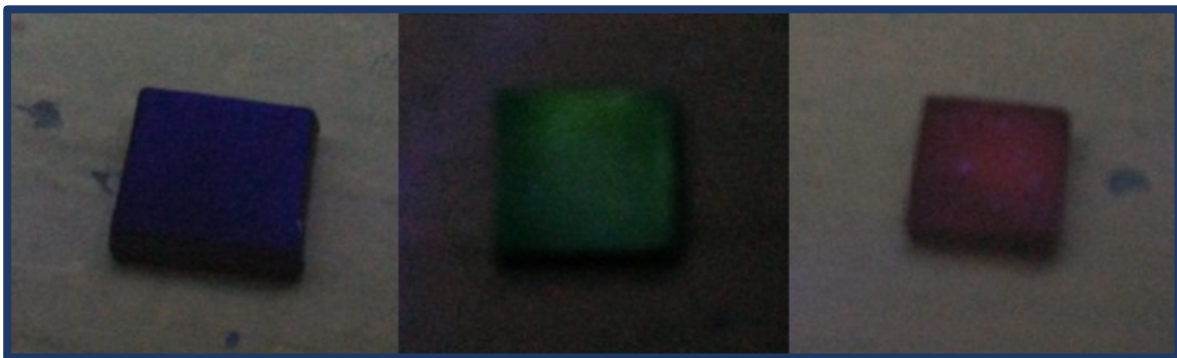


Fig. 4.2 Sustratos de barro negro con película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ce}^{3+}$, $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Tb}^{3+}$ estimuladas con luz UV y excitadas a 254 nm y $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$ excitada a 302 nm.

4.2 PRUEBAS PRELIMINARES DEL ESCALAMIENTO

El recubrir los substratos de barro negro, fue una etapa fundamental para adquirir práctica en el manejo y entendimiento del sistema y técnica RPU a nivel laboratorio; también en la adquisición de los parámetros y condiciones de depósito para que las películas sean reproducibles. A partir de estos parámetros fijados en los trabajos ya reportados, así como de la patente, se comenzó a recubrir piezas artesanales con dimensiones pequeñas, considerando alturas que oscilaron entre 5 a 8 cm (Figura 4.3). La primera prueba de escalamiento, comenzó utilizando el sistema RPU instalado en el laboratorio de Física de la UTM (Figura 4.4), con el cual se recubrieron los substratos de barro negro, colocando la artesanía sobre la placa del calefactor a una temperatura de 400°C y utilizando un humidificador ultrasónico. Como resultado de los recubrimientos y después de una serie de pruebas que, por simple inspección visual, se observó que la parte inferior de la pieza se alteraba, quedando sin brillo y sin crecimiento de película fotoluminiscente, además de que en las zonas más altas la pieza tenía temperaturas inferiores a las de la parte inferior, deduciendo que no existía homogeneidad de la temperatura sobre la pieza, lo cual fue corroborado al monitorearla a través de un pirómetro tipo láser. Por lo tanto, se dedujo que no podía ser factible continuar por este medio con los recubrimientos sobre las piezas artesanales.



Fig. 4.3 Piezas de barro negro de 5 a 8 cm de altura sin película fotoluminiscente.



Fig. 4.4 Técnica RPU a nivel laboratorio.

Por lo tanto; se plantearon una serie de alternativas con la finalidad de obtener la temperatura más homogénea sobre la pieza. Una de ellas, fue utilizando un horno eléctrico por medio de resistencias, que fue colocado a un costado del sistema RPU, como se muestra en la Figura 4.5. Con esto, se logró minimizar el problema, alcanzando temperaturas más homogéneas sobre la superficie de la pieza, la cual posteriormente una vez termalizada, se tenía que extraer del horno y colocarla sobre la placa del calefactor, para de esta manera realizar el recubrimiento. El inconveniente de esta acción, es que al trasladar la pieza se perdía 100 °C aproximadamente, además de que al incrementar la temperatura (400°C) en el horno, la parte superior de la pieza se enfriaba rápidamente. Aunado a esto, la pieza no podía ser recubierta en su totalidad, ya que la pieza se mantenía fija sobre la placa del calefactor y el aerosol no cubría en su totalidad la superficie.

Otra alternativa propuesta, fue la de sustituir el calefactor por un sistema rotatorio metálico, cubriendo la base con aluminio para evitar choque térmico sobre la pieza, además de acoplar al sistema RPU otro humidificador con la finalidad de incrementar la masa del aerosol y con ello disminuir los tiempos de depósito (Figura 4.6). Esta alternativa no fue muy acertada, ya que la película no se depositaba de forma homogénea, debido a que se perdía muy rápido la temperatura de la pieza por no contar con una fuente de calor.



Fig. 4.5 Prueba con calefactor y horno eléctrico.



Fig. 4.6 Prueba con horno eléctrico y sistema giratorio.

4.3 ESCALAMIENTO DE LA TÉCNICA RPU

Con las pruebas realizadas y descritas en el anterior apartado, se decidió por diseñar y construir el horno, considerando las principales necesidades presentadas en las pruebas previas, como el mantener la temperatura constante y uniforme, así como lograr un recubrimiento homogéneo sobre la pieza. Para el escalamiento de la técnica RPU fue primordial el diseño del horno, utilizando el software SolidWorks 2012, herramienta que ayudó a plasmar las ideas que cubrieron estas necesidades. Con la modelación, se obtuvieron los planos para la construcción del horno eléctrico, el cual; se conformó de concretos refractarios, resistencias de hilo de Kanthal, recubrimiento de lámina de acero inoxidable y un controlador de temperatura que alcanza los 600° C.

El sistema implementado en el laboratorio, solo utiliza un generador ultrasónico que se encuentra dentro de la cámara de acrílico con extractor de gases, como se muestra en la Figura 4.7. Para la transportación del aerosol se inyecta aire filtrado a un gasto de flujo de 5 a 10 LPM. Los cambios realizados al sistema RPU para el escalamiento fueron mínimos, ya que se contaba con la mayoría de los materiales, los cuales consistieron en mover y modificar el sistema hacia la campana de extracción y colocando dos generadores ultrasónicos; los cuales fueron colocados dentro de la campana de extracción de gases residuales (Figura 4.8). La velocidad de flujo del aerosol se aumentó de 20 a 25 LPM; obteniendo como resultado un mayor volumen de masa de aerosol para recubrir piezas con mayor volumen y en un menor tiempo de depósito, utilizando para ello una boquilla manufacturada de borosilicato de Duran, con la cual se soportan temperaturas de hasta 500 °C.

Otro factor importante con el que se cumplió, fue el mantener las piezas artesanales de barro negro de 5 a 30 cm de altura y con forma geométrica irregular (Figura 4.9), a una temperatura homogénea, este factor únicamente puede ser factible mediante el diseño y construcción de un horno eléctrico de resistencias, el cual; sustituye al calefactor que se utiliza en el sistema a nivel laboratorio (Figura 4.10). Se contaba con el inconveniente que solamente se podían recubrir substratos

planos por la transferencia de calor mediante una placa de metal; esta condición impedía que las artesanías con ciertas altura y geometría tuvieran una temperatura homogénea para que se diera el crecimiento de la película fotoluminiscente en toda la artesanía, debido a esta condición fue diseñado y construido (Figura 4.11) el horno.



Fig. 4.7 Un generador ultrasónico implementado en el sistema RPU a nivel laboratorio.



Fig. 4.8 Dos generadores ultrasónicos implementados en el sistema RPU escalable a nivel industrial.



Fig. 4.9 Artesanías de barro negro.



Fig. 4.10 Calefactor y controlador de temperatura implementados en el sistema RPU a nivel laboratorio.



Fig. 4.11 Horno eléctrico de resistencias implementado en el sistema RPU escalable a nivel industrial.

4.3.1 Horno Eléctrico

- El horno eléctrico cuenta con tapa y cavidad de 400 mm de diámetro, altura de 600 mm. Estas dimensiones permitieron manipular las piezas artesanales sin problemas de maniobras.
- En la parte interna del horno, se colocó una base giratoria, movida por un motorreductor a una velocidad de 3 RPM a 120 V. Esta función permitió que la artesanía rotara despacio y el recubrimiento fotoluminiscente fuera práctico y homogéneo.
- Sobre el cuerpo del horno, se le acondiciono una ventana movable, con la finalidad de facilitar el proceso de recubrimiento. Para realizar los depósitos, la ventana se retira para introducir la boquilla, equipo por donde fluye el aerosol, que posteriormente para termalizar la pieza se coloca nuevamente la ventana; así, la pieza artesanal se mantiene a una temperatura homogénea.
- La temperatura necesaria es alcanzada mediante la colocación de cuatro resistencias, cada una con una capacidad de 13 Ω ; El rango de temperaturas requeridas para el crecimiento de los depósitos de película sobre las piezas

artesanales oscilo entre los 300 °C a 500 °C, que dependió del tipo de dopante a utilizar.

- Para el recubrimiento de las artesanías a mayor escala, no fue necesario utilizar temperaturas de 500 °C, como fue en el caso de los substratos, esto debido a que con las pruebas preliminares se alcanzaron los depósitos a 370 °C para los tres dopantes, resultado de la forma octagonal del horno y plato giratorio.
- En la Figura 4.12, se representan los incrementos de temperatura Vs. tiempo, observando que la temperatura de 500°C es alcanzada en un tiempo de 33 min. Lo cual permitió determinar la temperatura máxima a utilizar para los depósitos, siendo esta de 370 °C en un tiempo aproximado a 10 min.

Grafica de Temperatura del horno

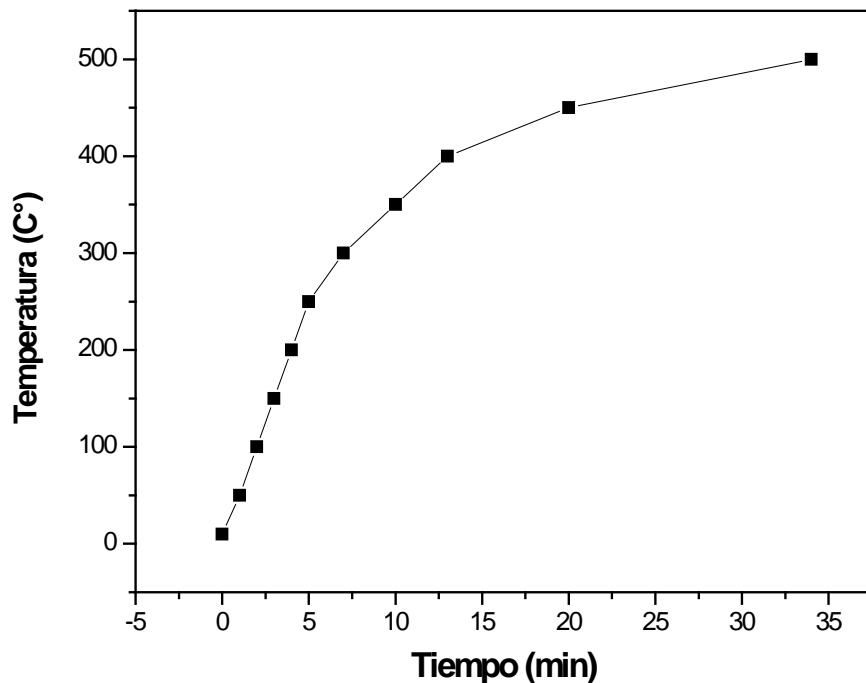


Fig. 4.12 Gráfica de temperatura Vs. tiempo.

4.3.2 Boquilla

- El diseño para la manufactura de la boquilla se realizó en el software SolidWorks 2012, extendiendo de manera proporcional a una longitud de 600 mm (Anexo B), respetando las dimensiones y ángulos de la boquilla que se maneja a nivel laboratorio; el material con que se fabricó fue vidrio borosilicato de Duran, debido a que soporta temperaturas de hasta 500° C (Figura 4.13).
- La boquilla fue fabricada con las medidas y especificaciones enviadas en los planos solicitados por el proveedor Diseño Tecnológico en laboratorios S.A. de C.V.
- Extender la boquilla fue una decisión importante para poderla escalar, ya que fue un instrumento por el cual se realizaron los recubrimientos y con ello evitar la transferencia de calor a las manos del operario.



Fig. 4.13 Boquilla implementada en el sistema RPU escalable a nivel industrial.

4.3.3 Acoplamiento del Sistema RPU

En el laboratorio de física de la Universidad Tecnológica de la Mixteca, se encuentra instalado el sistema RPU (Figura 4.14), lugar en el que fue factible instalar el sistema RPU escalable a nivel industrial, ya que los dos generadores ultrasónicos se colocan dentro de la campana de extracción de gases, situando a un costado de la campana el horno eléctrico, con la finalidad que los gases residuales que se

produzcan durante los depósitos, puedan ser absorbidos por la campana, de igual forma se ventila lo suficiente para que exista buena circulación de aire (Figura 4.15).

Una vez realizado esto, se prosiguió a recubrir las piezas artesanales con alturas de 5 a 15 cm (Figura 4.16), con la finalidad de obtener las condiciones iniciales para el escalamiento de la técnica, variando temperatura, tiempos de depósito y concentraciones de la matriz y elementos dopantes.



Fig. 4.14 Esquema del sistema RPU a nivel laboratorio.



Fig. 4.15 Esquema del sistema RPU escalable a nivel industrial.



Fig. 4.16 Piezas de barro negro de 5 a 15 cm de altura con película fotoluminiscente.

Después de realizar una serie de experimentos, variando un parámetro y manteniendo los demás constantes, se alcanzaron las concentraciones ideales para los depósitos de la película sobre las artesanías de barro negro. Los cálculos para determinar estas concentraciones, obteniendo los resultados correspondientes a cada dopante, mostrados en la sección 4.2.3, los cuales fueron un parámetro importante para adquirir una película cuasi transparente y con máxima emisión.

4.3.4 Cálculos

Los siguientes cálculos se obtuvieron a partir de una solución al 10 M en un volumen de 0.2 L., en una relación 50% del componente agua desionizada y 50% del componente alcohol etílico; esta cantidad de solución fue la necesaria para recubrir de dos a tres piezas artesanales de barro negro, lo cual dependió del tamaño de las piezas a recubrir.

4.3.4.1 Matriz

El componente a utilizar como solución de partida, fue Cloruro de Aluminio Hexahidratado ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). De acuerdo al laboratorio Sigma-Aldrich, el cloruro de aluminio hexahidratado tiene un peso molecular de 241.43 g y una pureza del 99 %; el cual se utiliza en este estudio como matriz para todos los diferentes dopantes. Los resultados obtenidos son:

$$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \text{ al } 10 \text{ M} = (241.43 \text{ g/mol}) (0.10 \text{ mol/L}) = 24.143 \text{ g/L.}$$

Donde la concentración 24.143 g/L de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, se ve afectada por las impurezas contenidas, las cuales se tienen que excluir, para ello se multiplica la concentración obtenida por la pureza del componente, siendo esta del 99%.

$(24.143 \text{ g/L}) (0.99) = 23.90 \text{ g/L}$ de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sin impurezas, por lo tanto:

$$241.43 \text{ g/mol} \rightarrow 1 \text{ mol}$$

$$23.90 \text{ g/L} \rightarrow X$$

Si 241.43 g/mol le corresponde a 1 mol , entonces los 23.90 g/L sin impurezas le corresponde 0.0989 mol de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Aplicando la fórmula de molaridad, se obtiene la cantidad de soluto que se debe preparar en 0.2 L .

$$M = \frac{0.0989 \text{ mol}}{0.2 \text{ L}} = 0.4945 \text{ M}$$

Como ya se menciona anteriormente, el $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ es el compuesto a utilizar para los dopantes Ce^{3+} , Tb^{3+} y Eu^{3+} ; por lo tanto, en cada solución de 0.2 L una concentración de 0.4945 M de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

4.3.4.2 Dopantes

El dopante Cloruro de Cerio Heptahidratado ($\text{CeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), cuenta con un peso molecular, que de acuerdo al laboratorio Sigma-Aldrich, de 372.58 g con una pureza del 99.9% . Por lo tanto, se calculan los datos para el dopante, considerando la concentración utilizada en trabajos previos, siendo esta en un porcentaje del 7% , pero tomando como referencia la concentración 10 M del compuesto de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Por lo tanto, se tiene que:

$$\text{CeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O} \text{ al } 7\% = (372.58 \text{ g/mol}) (0.10 \text{ mol/L}) (0.07) = 2.6080 \text{ g/L}.$$

El 2.6080 g/L de $\text{CeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, también contiene impurezas indicadas por el laboratorio, ya que el compuesto tiene una pureza del 99.9% ; por lo cual, se realiza el siguiente cálculo para obtener el peso:

$(2.6080 \text{ g/L}) (0.999) = 2.6054 \text{ g/L}$ de $\text{CeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ sin impurezas, por lo tanto:

$$372.58 \text{ g/mol} \rightarrow 1 \text{ mol}$$

$$2.6054 \text{ g/L} \rightarrow X$$

De donde, si 372.58 g/mol le corresponde 1 mol , entonces 2.6054 g/L sin impurezas le corresponderá aproximadamente una concentración de 0.00699 M de $\text{CeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, dando como resultado:

$$M = \frac{0.00699 \text{ mol}}{0.2 \text{ L}} = 0.03495 \text{ M}$$

Esta concentración de 0.03495 M de $\text{CeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, es la masa junto con la masa del compuesto de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en un volumen de 200 ml , que se van agregar en un medio de agitación hasta alcanzar la disolución total de ambos componentes.

Para el dopante Cloruro de Terbio Hexahidratado ($\text{TbCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), los cálculos se realizan de manera muy similar al dopante cerio. Es decir; se considera el peso molecular que posee el $\text{TbCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ de acuerdo al laboratorio Sigma-Aldrich, el cual es de 373.38 g/mol con una pureza del 99.9% .

Los cálculos se realizan considerando los datos para el dopante terbio, a una concentración del 7% , con respecto a la concentración del compuesto de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ al 10 M . Los resultados obtenidos son como se muestran:

$$\text{TbCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \text{ al } 7\% = (373.38 \text{ g/mol}) (0.10 \text{ mol/L}) (0.07) = 2.6136 \text{ g/L.}$$

El peso de 2.6136 g/L del dopante $\text{TbCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, contiene impurezas que, de acuerdo al laboratorio Sigma-Aldrich, el compuesto presenta una pureza del 99.9% ; por lo tanto, el cálculo considerando esta pureza, es como sigue:

$(2.6136 \text{ g/L}) (0.999) = 2.6109 \text{ g/L}$ de $\text{TbCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sin impurezas, de donde:

$$373.38 \text{ g/mol} \rightarrow 1 \text{ mol}$$

$$2.6109 \text{ g/L} \rightarrow X$$

1 mol corresponde a 373.38 g/mol; entonces 2.6109 g/L sin impurezas corresponde aproximadamente a 0.00699 mol de $\text{TbCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

$$M = \frac{0.00699 \text{ mol}}{0.2 \text{ L}} = 0.03495 \text{ M}$$

Estas concentraciones de 0.03495 M de $\text{TbCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, es la masa junto con la masa del compuesto de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en un volumen de 200 ml, que se van agregar en un medio de agitación hasta alcanzar la disolución total de ambos componentes.

El Cloruro de Europio Hexahidratado ($\text{EuCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), se preparó de igual manera que los anteriores dopantes, con cambios en la concentración del dopante, pero considerando la misma concentración del compuesto. Es decir, el peso molecular del cloruro de europio hexahidratado es de 366.41 g/mol de acuerdo al laboratorio Sigma-Aldrich con una pureza del 99.9 %. Para calcular los datos del dopante europio, se considera una concentración del 3%, con respecto a la concentración del compuesto de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ al 10 M. Los cálculos realizados son los mostrados a continuación:

$$\text{EuCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \text{ al } 3\% = (366.41 \text{ g/mol}) (0.10 \text{ mol/L}) (0.03) = 1.0992 \text{ g/L.}$$

Este resultado de 1.0992 g/L de $\text{EuCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, es calculado con impurezas, que de acuerdo al laboratorio Sigma-Aldrich el compuesto presenta una pureza del 99.9%

y al multiplicarlo por el porcentaje de pureza, se obtiene el compuesto puro, quedando de la siguiente manera:

$$(1.0992 \text{ g/L}) (0.999) = 1.0981 \text{ g/L de } \text{EuCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \text{ sin impurezas, de donde:}$$

$$366.41 \text{ g/mol} \rightarrow 1 \text{ mol}$$

$$1.0981 \text{ g/L} \rightarrow X$$

Por lo tanto, 1 mol corresponde a 366.41 g/mol; entonces 1.0981 g/L sin impurezas corresponde a 0.00299 mol de $\text{EuCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

$$M = \frac{0.00299 \text{ mol}}{0.2 \text{ L}} = 0.01498 \text{ M}$$

Esta concentración de 0.01498 M de $\text{EuCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, es la masa, junto con la masa del compuesto de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en un volumen de 200 ml, que se van agregar en un medio de agitación hasta alcanzar la disolución total de ambos componentes.

4.4 RECUBRIMIENTOS DE PIEZAS ARTESANALES POR RPU

Como resultado de la experimentación de las variables mencionada en capítulo III de la metodología, en la tabla 4.1 donde se puede apreciar la comparativa de condiciones de operación a nivel laboratorio y de escalamiento, consideradas como parámetros experimentales óptimos para proceder a recubrir las piezas artesanales con volumen indefinido, siguiendo la metodología y cálculos ya descritos.

Con los parámetros obtenidos tanto para esta investigación como para los artesanos se podrán llevar a la práctica para recubrimiento de sus propias artesanías de barro negro.

Tabla 4.1 Comparativa de condiciones de operación a nivel laboratorio y de escalamiento.

PARÁMETROS	CONDICIONES EXPERIMENTALES A NIVEL LABORATORIO	CONDICIONES EXPERIMENTALES DE ESCALAMIENTO
Frecuencia de vibración del piezoeléctricos	0.8 MHz	Dos, cada uno de 0.8 MHz
Aire filtrado	5 LPM	25 LPM
Distancia de la boquilla a la superficie de depósito	1 cm	1 cm
Tiempo de depósito	2 períodos de 3 minutos, cada uno	3 períodos de 10 minutos, cada uno
Tiempo de termalización	1 min entre cada depósito	1 min entre cada depósito
Temperatura de depósito	300-400-500-600 °C	370 °C
AlCl ₃ ·6H ₂ O	0.03M – 0.05M	0.10M
Ce ³⁺ , Tb ³⁺	1 – 15%	7%
Eu ³⁺	-	3%
Alcohol metílico (CH ₃ OH) solvente: H ₂ O	En una relación de 1:1	En una relación de 1:1

Con los recubrimientos de película de Al₂O₃:Ce³⁺, se utilizó para obtener una emisión color azul, en ocho diferentes piezas artesanales con diferente altura y de geometría indefinida. En la tabla 4.2, se nombran las figuras artesanales que fueron recubiertas, dando de dos a tres periodos de recubrimiento, lo cual dependió del volumen de cada pieza. Los parámetros, como el tiempo de duración de recubrimiento de las artesanías fueron de 10 min y tiempo de termalización de 1 min entre cada periodo de depósito, fueron fijados sin importar la altura y el volumen de cada artesanía.

Tabla 4.2 Artesanías de barro negro recubiertas con película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ce}^{3+}$.

ARTESANÍA	ALTURA	TIEMPO DE DEPÓSITO	TIEMPO DE TERMALIZADO
Plato de portavela	1.07 cm	2 periodos de 10 min cada uno	1 min
Florero	8.00 cm	2 periodos de 10 min cada uno	1 min
Foca	10.05 cm	3 periodos de 10 min cada uno	1 min
Perro	11.05 cm	3 periodos de 10 min cada uno	1 min
Pato	12.03 cm	3 periodos de 10 min cada uno	1 min
Portavela	12.17 cm	3 periodos de 10 min cada uno	1 min
Pantera	23.00 cm	3 periodos de 10 min cada uno	1 min
Benito Juárez	25.00 cm	3 periodos de 10 min cada uno	1 min

El tiempo de recubrimiento de 10 min se estandarizó, debido a que fue el tiempo en que las piezas artesanales seguían manteniendo su color negro mate, sin llegar a mancharse u opacar el color original que posiblemente fuera alterado por la saturación de gotas. Aunado a esto y a manera de prevención, fue necesario proporcionar entre cada periodo de recubrimiento el proceso de termalización, además de que con ello se permite que las gotas que van a formar la película, vayan creciendo y se tenga una excelente adherencia sobre la estructura del barro negro; es importante respetar el tiempo de 1 min de termalización entre cada periodo ya que

la exposición homogénea y constante de la temperatura sobre las artesanías, permiten que se lleve a cabo este proceso dentro del horno. Por otro lado, se evita que las piezas artesanales se dañen afectando el acabado del bruñido y con ello perder el trabajo artesanal.

En la Figura 4.17 se observan las artesanías sin exposición a la excitación de luz UV, apreciando que se cumplió al respetar el trabajo artesanal sobre el barro negro, obteniendo por lo tanto una película cuasi-transparente. Cuando las piezas artesanales se exponen a la luz UV con una longitud de onda de 302 nm, se obtiene la emisión azul producto de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ce}^{3+}$, tal como se muestra en la Figura 4.18.



Fig. 4.17 Artesanías de barro negro con película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ce}^{3+}$, sin excitación de luz UV.



Fig. 4.18 Artesanías de barro negro con película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ce}^{3+}$, con excitación de luz UV a 302 nm.

En la tabla 4.3, se nombran las artesanías que se recubrieron con película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Tb}^{3+}$, para obtener una emisión color verde, las cuales son definidas como objetos culturales que han surgido de la creatividad y habilidad de los habitantes del pueblo, estas artesanías de carácter ornamental son elaboradas a mano, pieza por pieza explotando los recursos naturales existentes en la localidad, por lo tanto, las materias primas y herramientas rudimentarias son de baja inversión y son obtenidas en la misma localidad o en pueblos vecinos.

Tabla 4.3 Artesanías de barro negro recubiertas con película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Tb}^{3+}$.

ARTESANÍA	ALTURA	TIEMPO DE DEPÓSITO	TIEMPO DE TERMALIZADO
Plato portavela	2.00 cm	2 periodos de 10 min cada uno	1 min
Portalápices	10.06 cm	2 periodos de 10 min cada uno	1 min
Base de portavela	12.03 cm	3 periodos de 10 min cada uno	1 min
Florero con cuello delgado	12.05 cm	3 periodos de 10 min cada uno	1 min
Búho	14.00 cm	3 periodos de 10 min cada uno	1 min
Portavela	18.00 cm	3 periodos de 10 min cada uno	1 min
Florero con cuello ancho	20.00 cm	3 periodos de 10 min cada uno	1 min
Mujer y cabeza de olmeca	32.00 cm	3 periodos de 10 min cada uno	1 min

En la Figura 4.19, se pueden observar las artesanías con una película cuasi transparente y sin excitación de la luz UV, a diferencia de la Figura 4.20 se pueden observar las artesanías en color verde, que son excitadas a una longitud de onda de 254 nm, otorgándole con ello un valor agregado a las artesanías de barro negro mediante la película fotoluminiscente.



Fig. 4.19 Artesanías de barro negro con película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Tb}^{3+}$, sin excitación de luz UV.



Fig. 4.20 Artesanías de barro negro con película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Tb}^{3+}$, con excitación de luz UV a 254 nm.

En la tabla 4.4, se muestran las artesanías que su altura oscilo entre 7 a 25 cm, las cuales fueron recubiertas con película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$ para obtener una emisión color rojo. Los tiempos de depósito variaron de 2 a 3 min, esto debido a la altura y el volumen de cada pieza artesanal, que sin importar el tamaño y el tiempo de termalización fue fijado a un minuto.

Como se pueden observar en la Figura 4.21, las artesanías sin excitación de luz UV conservan el trabajo artesanal, a diferencia de la Figura 4.22, donde las artesanías son excitadas con luz UV a una longitud de onda de 254 nm, fueron el resultado final, lo cual confirma el escalamiento de la técnica RPU.

Las piezas artesanales de barro negro con película luminiscentes, son resultado obtenido durante el desarrollo de esta investigación para la implementación del Municipio de San Bartolo Coyotepec, Oaxaca, con la finalidad de proporcionar un valor agregado e incrementar con ello sus ventas, gracias a la novedad y al proceso por el cual se llevó a cabo, porque recordemos que hasta hoy en día la técnica de RPU se ha utilizado para recubrir superficies planas, que a diferencia de este trabajo se logró recubrir superficies con forma indefinida, resaltando que esta operación no

sustituye la forma manual y tradicional como los pobladores realizan las artesanías, si no que contribuye para proporcionar un valor agregado y así aumentar la difusión y comercialización de las artesanías de barro negro, porque es un producto que representa tanto al estado de Oaxaca como a nuestra cultura Mexicana.

Tabla 4.4 Artesanías de barro negro recubiertas con película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$.

ARTESANÍA	ALTURA	TIEMPO DE DEPÓSITO	TIEMPO DE TERCIALIZADO
Elefante	7.04 cm	2 periodos de 10 min cada uno	1 min
Florero	8.02 cm	2 periodos de 10 min cada uno	1 min
Jarrón	9.05 cm	3 periodos de 10 min cada uno	1 min
Florero	12.00 cm	3 periodos de 10 min cada uno	1 min
Perro	15.02 cm	3 periodos de 10 min cada uno	1 min
Florero con cuello delgado	13.08 cm	3 periodos de 10 min cada uno	1 min
Pantera	23.00 cm	3 periodos de 10 min cada uno	1 min
Pantalla para lámpara, calada	25.00 cm	3 periodos de 10 min cada uno	1 min



Fig. 4.21 Artesanías de barro negro con película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$, sin excitación de luz UV.



Fig. 4.22 Artesanías de barro negro con película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$, con excitación de luz UV a 254 nm.

4.5 CARACTERIZACIÓN DE LOS DEPÓSITOS SOBRE BARRO NEGRO

Los resultados obtenidos mediante la técnica de Difracción de Rayos X, con el propósito de evaluar la calidad estructural de las películas de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ce}^{3+}$, Tb^{3+} y Eu^{3+} , depositado sobre las piezas artesanales de barro negro tomando fragmentos para su análisis, fueron caracterizados en un difractor Siemens D5000 usando radiación de Cu Ka Armstrong 1.540, operando a 30 keV. La composición química fue analizada por Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDS, por sus siglas en inglés), acoplado al Microscopio Electrónico de Barrido (MEB), marca Leica Cambridge Electrón Microscope modelo Stereoscan 440, equipado con una ventana de berilio, donde se observó la morfología. La fotoluminiscencia fue analizada en un espectrofotómetro fluorímetro Jobin Yvon - Fluoro -Max -P. Todas las mediciones se realizaron a temperatura ambiente.

4.5.1 Análisis de Fragmentos de Artesanías de Barro Negro

El patrón de difracción de Rayos X, mostrado en la Figura 4.23, corresponde a una muestra de arcilla sin depósito de película pero tratada térmicamente durante el proceso de cocción por encima de 800 °C durante el proceso de la elaboración de la artesanía, donde se observan tres fases cristalinas bien definidas, revelando que el mineral más abundante en la arcilla estudiada corresponde a la fase mayoritaria cuarzo (q), aproximadamente en un 90%; de la misma manera, se determinaron las especies en cantidades minoritarias de calcita (c) y albita (a). Los picos que permitieron identificar el cuarzo infieren una alta cristalinidad: en primer lugar, se observa un pico muy intenso a 27° en 2θ y un segundo pico de menor intensidad a 21° en 2θ . El segundo mineral en abundancia es la calcita identificado en dos picos a 30° y 40° en 2θ y la tercera fase que se identifica como un mineral poco abundante y una señal baja es la albita por un pico de baja intensidad a 28° en 2θ .

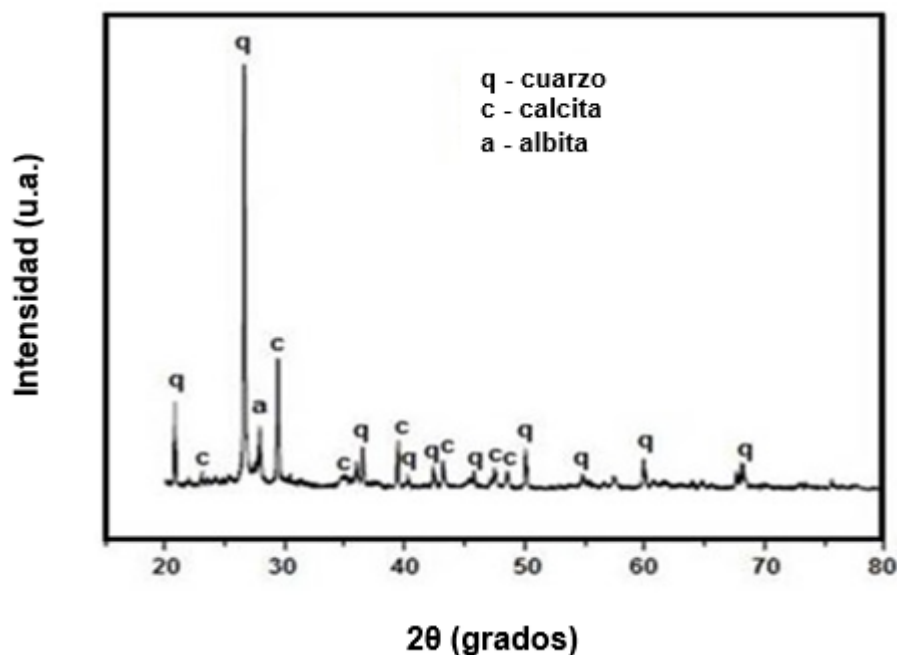


Fig. 4.23 Caracterización estructural por DRX de la arcilla.

Como se puede observar en la Figura 4.24, la estructura de las películas fue realizada por Difracción de Rayos X, de todas las películas de Al_2O_3 preparadas por la técnica RPU. El difractograma no muestra picos de difracción, solo una banda ancha en la región de 2θ que corresponde a una señal amorfa sin indicar cristalinidad. Por lo tanto, todos los fragmentos que sirvieron como muestras, después del proceso Piroclítico no alcanzan a formar alguna estructura cristalina con los parámetros establecidos de depósito, debido a que los recubrimientos de Al_2O_3 son obtenidos a bajas temperaturas, alrededor de 500°C son amorfas y presentan una dureza mucho más baja ($<10\text{ GPa}$), por lo que solamente pueden ser empleadas como recubrimientos protectores de la corrosión o bien como aislantes térmicos [66].

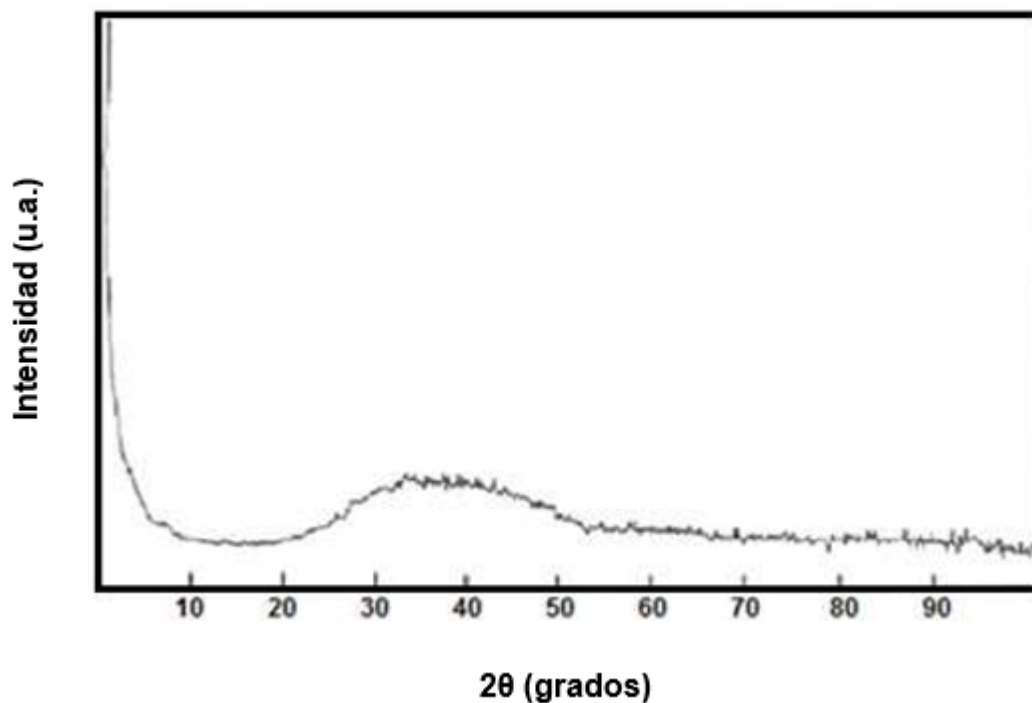


Fig. 4.24 Patrón de difracción de Rayos X de la película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ce}^{3+}$.

Para observar la morfología del barro negro antes de realizarle el depósito de película fotoluminiscente, fue necesario analizar por MEB, obteniendo la micrografía a X3000 y un voltaje de aceleración de 20Kv mostrada en la Figura 4.25, donde se muestra un fragmento correspondiente a la artesanía de barro negro sin película, observando un material poroso, rugoso y granos de tamaño aproximadamente de 10 micras, con forma de cráter, también se pueden notar poros dispersados sobre la superficie del barro. Estas características superficiales de la arcilla, dificultaron el proceso de recubrimiento, debido a que la arcilla absorbía los depósitos y evitaba la adherencia con facilidad del dopante, que es el elemento que proporciona la emisión correspondiente.

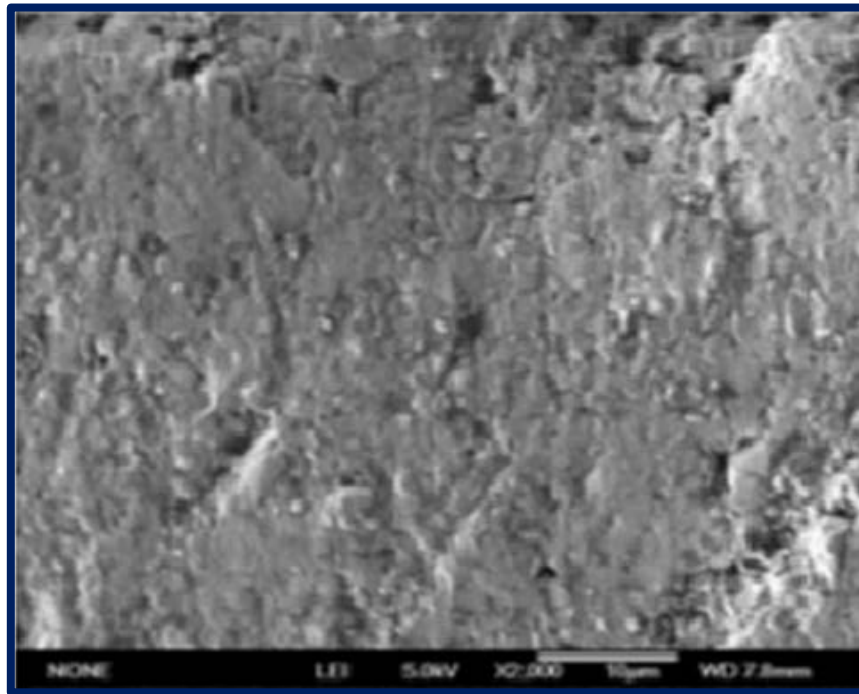


Fig. 4.25 Detalles de la superficie de un fragmento de barro negro sin película a X3000.

Por otro lado, la micrografía mostrada en la Figura 4.26(a) exhibe un fragmento de pieza artesanal de barro negro con depósito de película observado a X2000, cabe hacer la aclaración que se analizaron los tres elementos dopantes, los cuales mostraron imágenes muy similares, por lo que en la figura solo se muestra la de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Tb}^{3+}$, mientras que en la Figura 4.26(b) observado a X20000, muestran los detalles del espesor (en promedio a $0.300\mu\text{m}$) de la película de óxido de aluminio impurificada con iones de terbio. En ambas figuras, se puede deducir que la película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Tb}^{3+}$ se depositó con excelente adhesión apoyado por los tiempos de termalización otorgados antes y durante el proceso de depósito, los agrietamientos son resultado de la rugosidad del barro negro, esto quiere decir que la película sólo cubre las partes planas del barro dejando las grietas sin cubrir, estos resultados no perjudicaron la adhesión de la película a las artesanías de barro negro al contrario este recubrimiento beneficio a las artesanías para evitar que el polvo se quedara en las manos al tocarla, ya que al tocar al barro negro sin película tiene un comportamiento polvorón a dejar residuos del material en las manos.

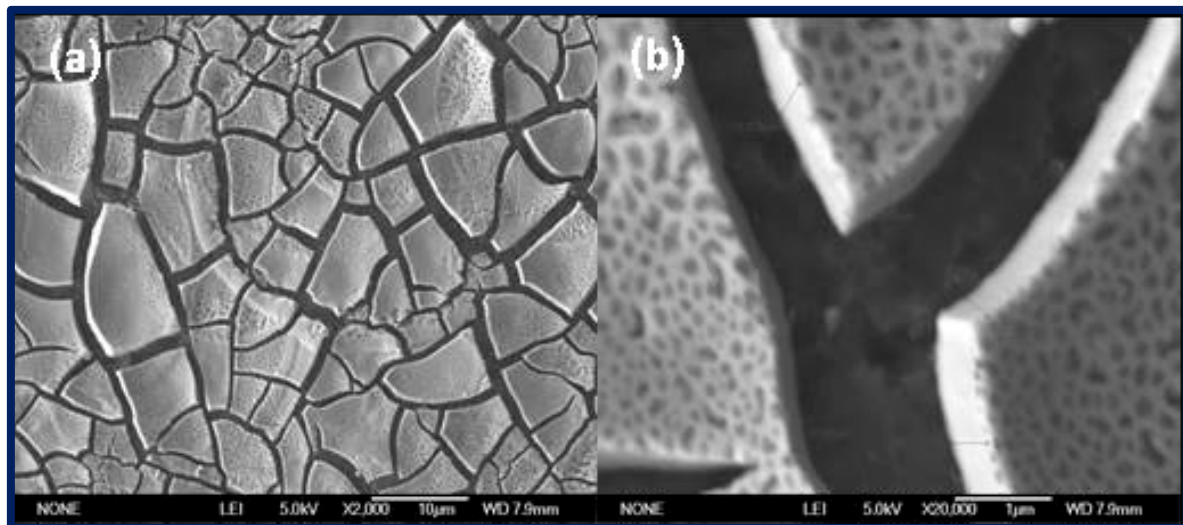


Fig. 4.26 (a) Fragmento de barro negro con película a X2000,
(b) Detalles del espesor de la película a X20000.

Con el propósito de conocer la composición química del material a utilizar para el depósito de las películas, se analiza la arcilla antes y después de que ha sido tratada por el proceso de cocción y realizado la etapa de bruñido para la obtención de las artesanías de barro negro. En la tabla 4.5, se presentan los resultados analizados por EDS, para la arcilla, barro negro y fragmentos de las piezas artesanales con el depósito de las películas de Al_2O_3 dopados con iones: Ce^{3+} , Tb^{3+} y Eu^{3+} . Los depósitos se realizaron a 370°C , es por eso que en esta cuantificación se observa que los iones de Silicio migran a la película desde el sustrato (fragmento), promovido por la temperatura de depósito.

Tabla 4.5 Composición química de las arcillas, fragmentos de barro negro y fragmentos de barro negro con películas fotoluminiscentes de Al_2O_3 : Ce^{3+} , Al_2O_3 : Tb^{3+} y Al_2O_3 : Eu^{3+} .

	<i>Arcilla</i>	<i>Barro</i>	<i>Película de Ce^{3+}</i>	<i>Película de Tb^{3+}</i>	<i>Película de Eu^{3+}</i>	
<i>Elemento</i>			<i>%Peso</i>	<i>%Peso</i>	<i>%Peso</i>	<i>Fórmula</i>
C K	12.59	21.48	3.51	3.68	3.80	C
O K	45.98	39.64	47.07	43.07	45.08	O
Na K	0.18	0.32	-----	-----	-----	Na
Mg K	0.59	0.62	0.75	0.78	0.84	Mg
Al K	5.41	7.66	24.25	24.25	24.25	Al
Si K	12.63	18.43	3.83	3.79	3.82	Si
Cl K	-----	-----	15.30	14.69	18.05	Cl
K K	1.64	1.97	0.64	0.64	0.62	K
Ca K	17.18	5.21	1.05	1.05	1.05	Ca
Ti K	-----	0.37	-----	-----	-----	Ti
Fe K	3.80	4.30	-----	-----	-----	Fe
Ce L	-----	-----	3.60	-----	-----	Ce
Tb L	-----	-----	-----	8.05	-----	Tb
Eu L	-----	-----	-----	-----	2.49	Eu
Total	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	

4.5.2 Análisis de la Película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Tb}^{3+}$

La Figura 4.27 muestra el espectro de excitación monitoreado a 545 nm asociada con la emisión principal de este ion. De esto se selecciona la longitud de onda de mayor intensidad para excitar las películas en estudio, que corresponde a una $\lambda_{\text{ex}} = 373$ nm. Como se aprecia en el espectro de emisión de la Figura 4.28, las concentraciones varían del 1% al 15% desde la solución de partida, que fueron preparadas las películas de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Tb}^{3+}$, observando bandas de emisión con origen en (${}^7\text{F}_6 \rightarrow {}^5\text{L}_{10}, {}^5\text{D}_3$) aunque existe una relajación al nivel ${}^5\text{D}_4$ asociadas a las transiciones electrónicas de los iones Tb^{3+} , excitando con una longitud de onda de 373 nm, además de que la máxima emisión de color azul bajo la excitación de luz ultravioleta, es observada a una concentración de iones Tb^{3+} de 13%, este procedimiento se realizó de igual manera para Ce^{3+} y Eu^{3+} para obtener sus espectros de excitación. Con la finalidad de economizar el proceso, el porcentaje de dopante utilizado en esta investigación y en la cual se obtuvo excelente emisión fue al 7% de Tb^{3+} .

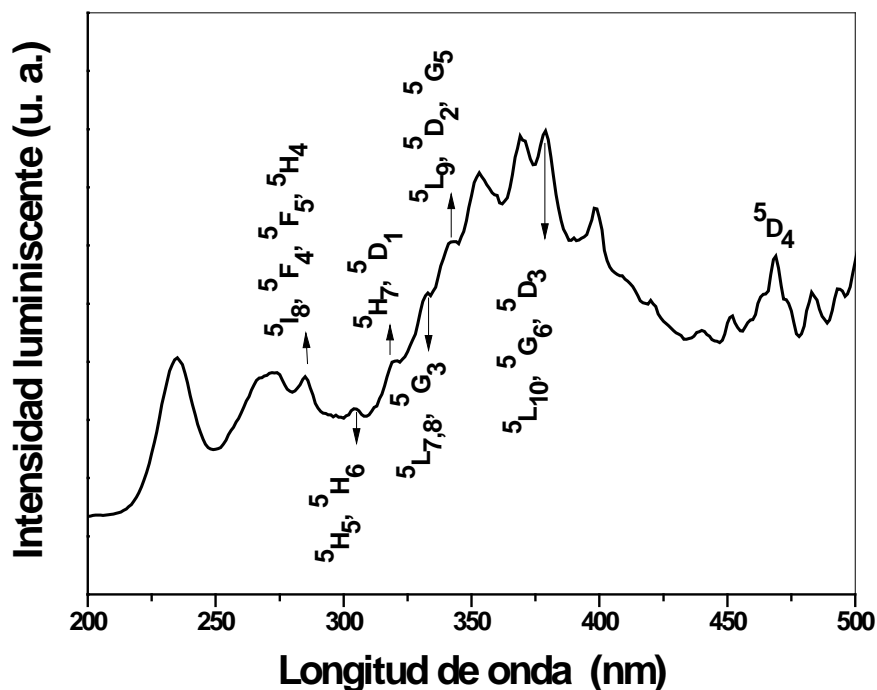


Fig. 4.27 Espectro de excitación de las películas de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Tb}^{3+}$.

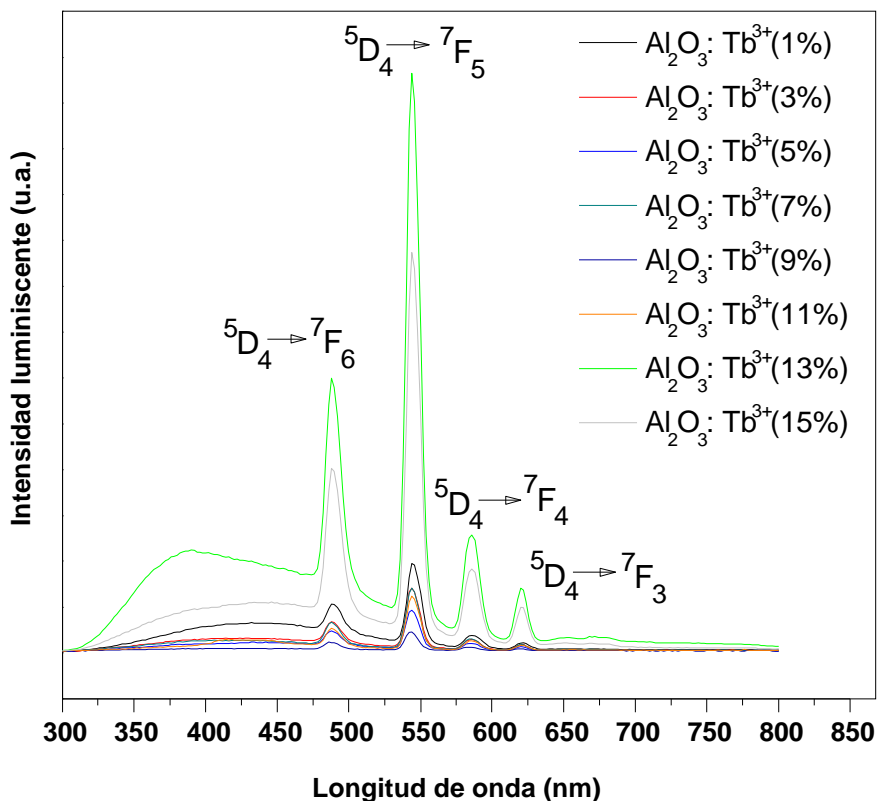


Fig. 4.28 Espectro de emisión de las películas de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Tb}^{3+}$, a diferentes concentraciones de iones Tb^{3+} .

4.5.3 Análisis de la Película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ce}^{3+}$

El efecto de la película luminiscente de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ce}^{3+}$ depositada sobre las artesanías de barro negro, se muestra en la Figura 4.29, donde se puede observar el espectro de emisión bajo la excitación de luz ultravioleta para diferentes concentraciones variando del 1% a 15% de iones Ce^{3+} desde la solución de partida. También puede observarse que la emisión es más intensa al 13% de iones Ce^{3+} . Sin embargo, a una concentración mayor que 13%, se observa que existe una disminución de la emisión, lo que indica que hay un enfriamiento rápido de luminiscencia por la concentración de estos iones, que eventualmente hace que la

intensidad de color azul disminuya considerablemente. De igual manera para esta investigación y persiguiendo reducir los costos del dopante se impurifico la matriz de Al_2O_3 al 7% de Ce^{3+} .

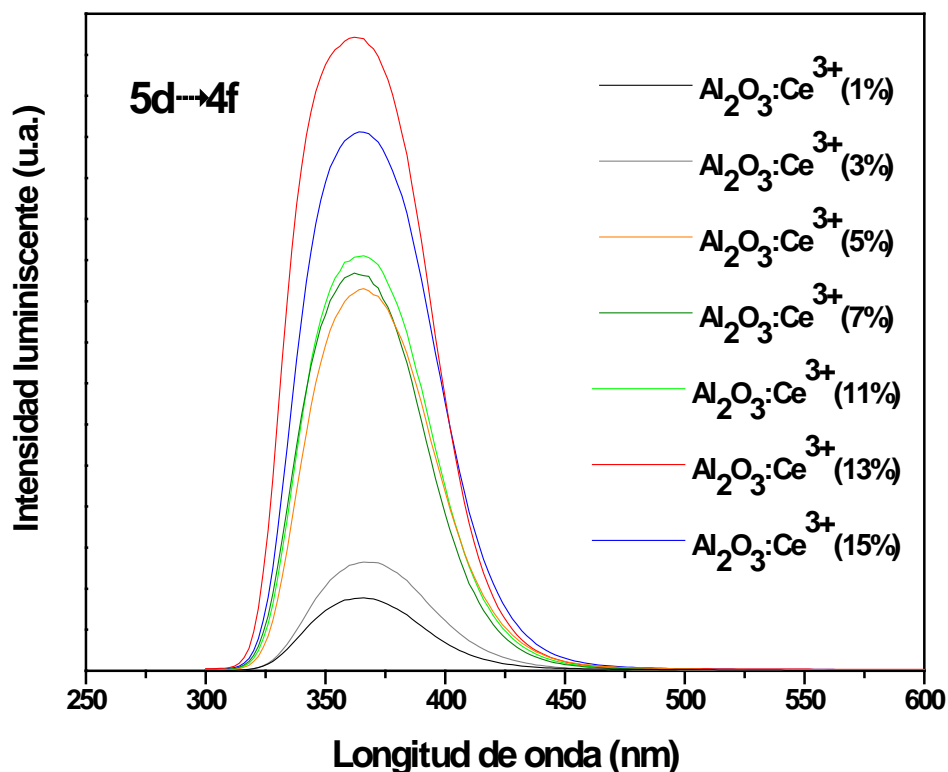


Fig. 4.29 Espectro de emisión de las películas de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ce}^{3+}$, a diferentes concentraciones de iones Ce^{3+} .

4.5.4 Análisis de la Película de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$

Por último, se puede apreciar en la Figura 4.30, el espectro de emisión de las películas de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$, a diferentes concentraciones que varían del 3% al 11% de iones Eu^{3+} desde la solución de partida. Notándose que, con el incremento en la concentración del dopante, correspondiente en este caso a los iones Eu^{3+} , la

intensidad de emisión disminuye debido a una saturación en la concentración del dopante, por lo que existe un apagamiento conocido como “quenching”, resultado de un proceso de transferencia de energía. Por lo tanto, observando los resultados plasmados en el espectro de emisión bajo la excitación de luz ultravioleta, se muestra que la máxima intensidad se obtiene al 3%, por lo cual; las piezas artesanales fueron recubiertas con este parámetro que beneficio tanto la optimización de recursos monetarios como la emisión en color rojo al excitar las piezas con una longitud de onda de 254 nm.

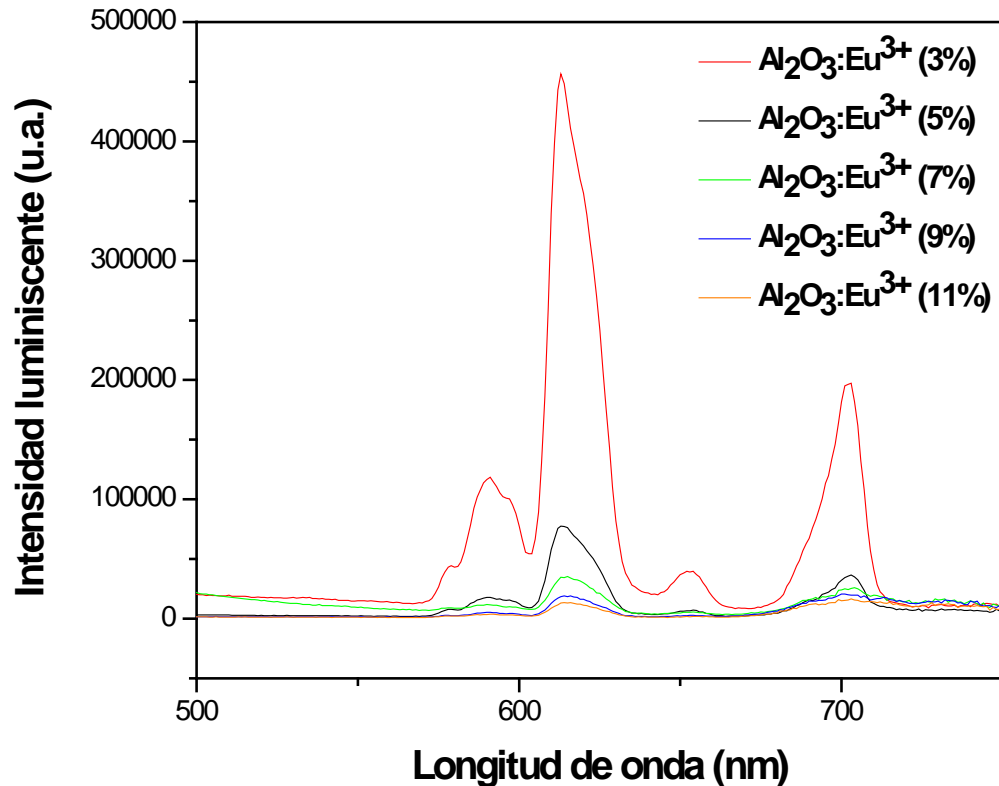


Fig. 4.30 Espectro de emisión de las películas de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$, a diferentes concentraciones de iones Eu^{3+} .

4.6 REUNIÓN CON LOS ARTESANOS

En la figura 4.31, se muestra la evidencia de la reunión donde asistieron aproximadamente 100 artesanos en la tercera sala de exposiciones dentro de las instalaciones del museo Estatal del Arte Popular de Oaxaca (MEAPO), con el objetivo de difundir el proceso y beneficio que traería al otorgarle un valor agregado a sus piezas artesanales de barro negro mediante la película fotoluminiscente.

Los artesanos entusiasmados e interesados con la propuesta, comentaron que se les hacía novedoso e innovador desde que se les dio a conocer el recubrimiento de substratos de barro negro; por lo tanto, se les hacía factible agregar el proceso en sus talleres mediante la capacitación y apoyo de los profesores investigadores y tesista.



Fig. 4.31 Tercera sala de exposiciones dentro de las instalaciones del museo.

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES

- Mediante el escalamiento de la técnica RPU, se han depositado películas de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ce}^{3+}$, $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Tb}^{3+}$ y $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$, con propiedades fotoluminiscentes sobre piezas artesanales de barro negro como valor agregado.
- A través del diseño y construcción del horno eléctrico fue factible recubrir piezas artesanales con forma irregular, también beneficia al proceso en reducir y fijar la temperatura de depósito de los tres dopantes en comparación de los parámetros obtenidos a nivel laboratorio, debido a que las piezas dentro del horno se mantienen a una temperatura homogénea en comparación del calefactor donde los substratos o piezas de trabajo se encuentran expuestas al medio ambiente.
- Por medio del acoplamiento de dos generadores ultrasónicos, se incrementó la masa del volumen del aerosol que se obtiene de la técnica RPU, abarcando mayor superficie de recubrimiento de las piezas artesanales de barro negro con forma irregular.
- Los resultados de caracterización de Rayos X, para la arcilla muestra tres fases cristalinas bien definidas: cuarzo (q), calcita (c) y albita (a).
- Los fragmentos de barro negro con depósito de película fotoluminiscente analizados por DRX no muestran estructura cristalina, su difractograma es una curva asociada a materiales amorfos.

- La micrografía a X3000 de los fragmentos de barro negro sin película, fueron analizados mediante la técnica MEB, observando que el material analizado cuenta con una superficie porosa y rugosa.
- Mediante el tiempo de termalización antes y durante el proceso de depósito, se logró obtener una buena adherencia de las películas sobre las artesanías de barro negro, esto debido a que la temperatura favorece una reacción pirolítica, obteniendo la ventaja de un vapor químico que se propaga en toda la superficie porosa del barro negro.
- El análisis de composición química antes y después del depósito de la película sobre el barro negro, nos informa de los elementos que poseen, observando que los iones de Silicio migran a la película desde el sustrato (fragmento), promovido por la temperatura de depósito.
- Se desprende de los espectros de emisión bajo las condiciones de concentración desde la solución de partida para Ce^{3+} y Tb^{3+} al 7% y Eu^{3+} al 3%, obteniendo buena emisión y eficiencia comparado con los resultados presentados para sustratos planos de barro negro.
- La elección de trabajar con la matriz (Al_2O_3), es porque se caracteriza por ser un óxido metálico, el cual presenta una estabilidad química, una banda prohibida amplia, acorde para impurificarse con iones de tierras raras trivalentes.
- Partiendo de los parámetros ya obtenidos, se establece una temperatura de depósito a 370 °C, gasto de aerosol 25 LPM, distancia entre la boquilla y la pieza de 1 cm, como materiales de partida $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ al 0.10 M y dopantes Ce^{3+} y Tb^{3+} al 7% y Eu^{3+} al 3%.

- Las tierras raras de Ce^{3+} , Tb^{3+} y Eu^{3+} son los más importantes activadores de luminiscencia porque presentan estrechas bandas de emisión y adsorción y por consecuencia estos iones proporcionan excelentes características luminiscentes.
- Se ha logrado escalar la técnica de RPU para recubrir piezas artesanales de barro negro que se elaboran en San Bartolo Coyotepec; Oaxaca, obteniendo películas cuasi-transparentes, esto quiere decir que a simple vista no afecta el color negro mate que caracteriza al barro negro, lo que beneficia a dichas artesanías otorgándoles un valor agregado; lo cual, se traduce en un beneficio económico para la población.
- Como trabajo a futuro se promoverá un curso a los artesanos para dar seguimiento y capacitación sobre el proceso de recubrimiento, para que el escalamiento de la Técnica RPU sea implementado en la comunidad de San Bartolo Coyotepec, Oaxaca.

REFERENCIAS

- [1]. Victoria Novelo Coordinadora; *La Capacitación de Artesanos en México, una Revisión*. 1er ed.; CENCADAR, Plaza y Valdes, México, D.F., p. 11, **2003**.
- [2]. Educación y cultura; *Hay en México 12 millones de artesanos; el 70 por ciento son mujeres*, Diario Análisis a Fondo, San Pedro Tlaquepaque, Jalisco, **2013**.
- [3]. Victoria Novelo O.; *La fuerza de trabajo artesanal en la industria mexicana*. Ciudad Universitaria, D.F., pp. 12-13, **2004**.
- [4]. R. M. Cruz Avendaño; *Estudio de la Forma del Arte Popular y su Aplicación al Diseño Contemporáneo*. UNAM Posgrado en Artes Visuales, México, D.F., **2010**.
- [5]. Instituto para el Federalismo y el Desarrollo Municipal (INAFED) y Secretaría de Gobernación (SEGOB); *Enciclopedia de los Municipios y Delegaciones de México: Estado de Oaxaca*. **2010**.
- [6]. Instituto Nacional de Estadísticas y Geografía INEGI; *Censo de Población y Vivienda*. **2010**.
- [7]. M. Ibarra Mateos; *Una perspectiva Desde las Unidades Domésticas Transnacionales. El Caso de Zapotitlán de Salinas, Puebla, Primer Coloquio Internacional. Migración y Desarrollo: Transnacionalismo y nuevas perspectivas de integración*. México **2003**.
- [8]. Indicadores, I.; *Informe Anual Sobre La Situación de Pobreza y Rezago Social: Oaxaca*. p. 1, **2010**.
- [9]. J. Chavarrita; *Modelado*. 5ta. ed. Parramón, Barcelona, España, **1998**.
- [10]. J. M. Domínguez / I. Schifter; *Las arcillas: El Barro Noble*. 1er ed., Fondo de Cultura Económica S. A. de C. V., ISBN 968-16-3743-7, México, D.F., pp. 38-39, **1995**.
- [11]. J. L. Hernández Hernández; *Evaluación de la resistencia a la compresión de tabique rojo de la Región de Xalapa en base a la Norma NMX-C-036-*

-
- ONNCCE-2004. Universidad Veracruzana, Facultad de Ingeniería Civil Región Xalapa Veracruz, México, p.19, **2008**.
- [12]. Editorial Jilguero, S.A de C.V.; *Cerámica Arte Popular, Guía de México desconocido*. Jilguero, Edición especial Núm. 11, México, **1993**.
- [13]. A. L. Ramos Soto; A. S. Reyes; *San Bartolo Coyotepec, municipio conurbado de la ciudad de Oaxaca de Juárez, Producción artesanal y su influencia en el Desarrollo Local*. Obs. la Econ. Latinoam. 1–22, **2008**.
- [14]. Nacional, F.; El, P. *Informe de Rendición de Cuentas 2006 – 2012*.
- [15]. R. Martínez Martínez, G. Juárez López, E. Yescas Mendoza, I. Vásquez Báez, U. Caldiño, C. Falcony; *Inducción luminiscente, caracterización fotoluminiscente y estructural en barro negro como valor agregado*. Temas de Ciencia y Tecnología, Vol. 5, 3-8, Número 48, **2012**.
- [16]. C. Falcony, A. Ortiz, J. M. Domínguez, M. H. Farias, L. Cota-Araiza and G. Soto; *Luminescent Characteristics of Tb Doped Al₂O₃ Films Deposited by Spray Pyrolysis*. *J. Electrochem. Soc.* Vol. 139, 2-6, No. 1, 267, **1992**.
- [17]. Hoda Amani Hamedani; *Investigation of Deposition Parameters in Ultrasonic Spray Pyrolysis for Fabrication of Solid Oxide Fuel Cell Cathode*. Georgia Institute of Technology, p. 21, **2008**.
- [18]. Langlet and J. C. Joubert; *The Pyrosol Process or the Pyrolysis of an Ultrasonically Generated Aerosol*. Laboratoire des Matériaux et du Génie Physique, **1993**.
- [19]. C. Luangchaisri, S. Dumrongrattana, P. Rakkwamsuk; *Effect of Heat Treatment on Electrical Properties of Fluorine Doped Tin Dioxide Films Prepared by Ultrasonic Spray Pyrolysis Technique*. *Procedia Engineering* 32, 663 – 669, **2012**.
- [20]. O. G. Miranda, M. García, A. Ortiz, J. S. Helman, C. Falcony; *Fotoluminiscencia en Películas de Al₂O₃ Impurificado con Ce*. *Sociedad Mexicana de Ciencias de Superficies y de Vacío*. México D.F., Superficies y vacío 3, 20-23, **1991**.
- [21]. Baban P. Dhonge, Tom Mathews, S. Tripura Sundari, C. Thinaharan, M. Kamruddin, S. Dash and A.K. Tyagi; *Spray pyrolytic deposition of transparent aluminum oxide (Al₂O₃) films*. *Applied Surface Science* 258, 1091– 1096, **2011**.
-

-
- [22]. KL. Chopra, S. Major, DK. Pandey; *Transparent Conductors - A Status Review*. Thin Solid Films, Volume 103, Issue 1, **1983**.
- [23]. Ji Ming Bian, Xiao Min Li, Tong Lai Chen, Xiang Dong Gao, Wei Dong Yu; *Preparation of high quality MgO thin films by ultrasonic spray pyrolysis*. Applied Surface Science 228, 297–301, **2004**.
- [24]. Samerkhay Jongthammanurak, Tinnaphob Cheawkul, Maetapa Witana; *Morphological differences in transparent conductive indium-doped zinc oxide thin films deposited by ultrasonic spray pyrolysis*. Thin Solid Films 571 114–120, **2014**.
- [25]. L. Castañeda, A. Maldonado, J. Vega Pérez, M. de la L. Olvera, C. Torres Torres; *Electrical and optical properties of nanostructured indium doped zinc oxide thin films deposited by ultrasonic chemical spray technique, starting from zinc acetylacetonate and indium chloride*. Materials Science in Semiconductor Processing 26, 288–293, **2014**.
- [26]. A. Nakaruk, D. Ragazzon, C.C. Sorrell; *Anatase thin films by ultrasonic spray pyrolysis*. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis 88, 98–101, **2010**.
- [27]. G. Juárez-López, R. Martínez-Martínez, E. Yescas-Mendoza, I. Vázquez-Báez, U. Caldiño y C. Falcony; *Photoluminescent films deposited by spray pyrolysis ultrasonic technique of Al₂O₃: Ce³⁺, Tb³⁺ and Ce-Mn on substrates black clay*. LACCOTAM2012 24-26, Caracas, Venezuela, **2012**.
- [28]. M. P. Groover; *Fundamentos de Manufactura Moderna*. 3er ed.; Mc Graw-Hill, México, pp.10-11, **2007**.
- [29]. M. P. Groover; *Fundamentos de Manufactura Moderna: Materiales, Procesos y Sistemas*. 1er ed.; Prentice-Hall, México, p.821, **1997**.
- [30]. C. M. Villar; *Recubrimientos Duros : Deposición Física en Fase Vapor (PVD)*. Met. Actual - Tratar S.A 32–37, ISSN-2011960-7, Colombia, pp. 32-33, **2012**.
- [31]. S. Kalpakjian, S. R. Schmid; *Manufactura, Ingeniería y Tecnología*. 5ta ed.; Pearson, México, p.1065, **2008**.
- [32]. P. Aguirre; B. Sánchez; *Diseño, construcción y automatización de un eléctrico para el calentamiento de prepolymer y polyol en la elaboración de calzado para*

- la empresa calzado CASS*. Escuela Politécnica del Ejército Extensión Latacunga; Cotopaxi, Ecuador. **2012**.
- [33]. D. Perednis; L.J. Gauckler; *Thin Film Deposition Using Spray Pyrolysis*. Journal of Electroceramics, 14, 103–111, **2005**.
- [34]. M. E. Yakinci; Z. D. Yakinci; M. A. Aksan; Y. Balci; *Improved superconducting properties of MgB₂ thin films fabricated by ultrasonic spray pyrolysis method at high temperature*. Science Direct Cryogenics 52 749–754, **2012**.
- [35]. D. Perednis; *Thin Film Deposition by Spray Pyrolysis and the Application in Solid Oxide Fuel Cells*. Int. J. Thin Film. Sci. Technol. **2003**.
- [36]. E. Nieto; F. Fernández; C. Moure; P. Duran; *Películas delgadas: fabricación y aplicaciones*. Boletín la Soc. Ceram. y Vidr., 33, 245–258, **1994**.
- [37]. Pramod S, P.; *Versatility of chemical spray pyrolysis technique*. Materials. Chem. Phys., 3, 185–198, **1999**.
- [38]. Mathew, X.; Mathews, N. R.; Sebastian, P. J.; Osvaldo Flores, C.; *Deep levels in the band gap of CdTe films electrodeposited from an acidic bath - PICTS analysis*. Sol. Energy Mater. Sol. Cells, 81, 397–405, **2004**.
- [39]. Hippolyte Amaveda; *Generación de gotas microscópicas y caracterización de aerosoles*. Universidad de Zaragoza, España, Tesis de doctorado, pp. 4 y 5, **2003**.
- [40]. E. Herrero, M. V. Cabañas, J. Alonso, F. Conde, J. M. González Calbet and M. Vallet Regí; *Influence of the Deposition Parameters on La – A – Mn - O (A = Ca, Sr) Films Grown by Low-Pressure Aerosol Pyrolysis*. Chem. Mater., 11, 3521-3527, **1999**.
- [41]. R. Martínez-Martínez, G. Juárez Lopéz, E. Yescas Mendoza, I. Vásquez Báez, U. Caldiño, C. Falcony; *Inducción luminiscente, caracterización fotoluminiscente y estructural en barro negro como valor agregado*. Temas de Ciencia y Tecnología vol. 15, número 48, pp 3 – 8, **2012**.
- [42]. J. R. Reyes Carcaño; *Estudio de factibilidad para la instalación de una planta recicladora de PET.*, 104, México, D.F., Tesis de licenciatura, pp. 3-5, **2009**.
- [43]. Bogovic, J.; Stopic, S.; Friedrich, B.; *Nanosized metallic oxide produced by Ultrasonic Spray Pyrolysis*. Proc. EMC, 1–12, **2011**.

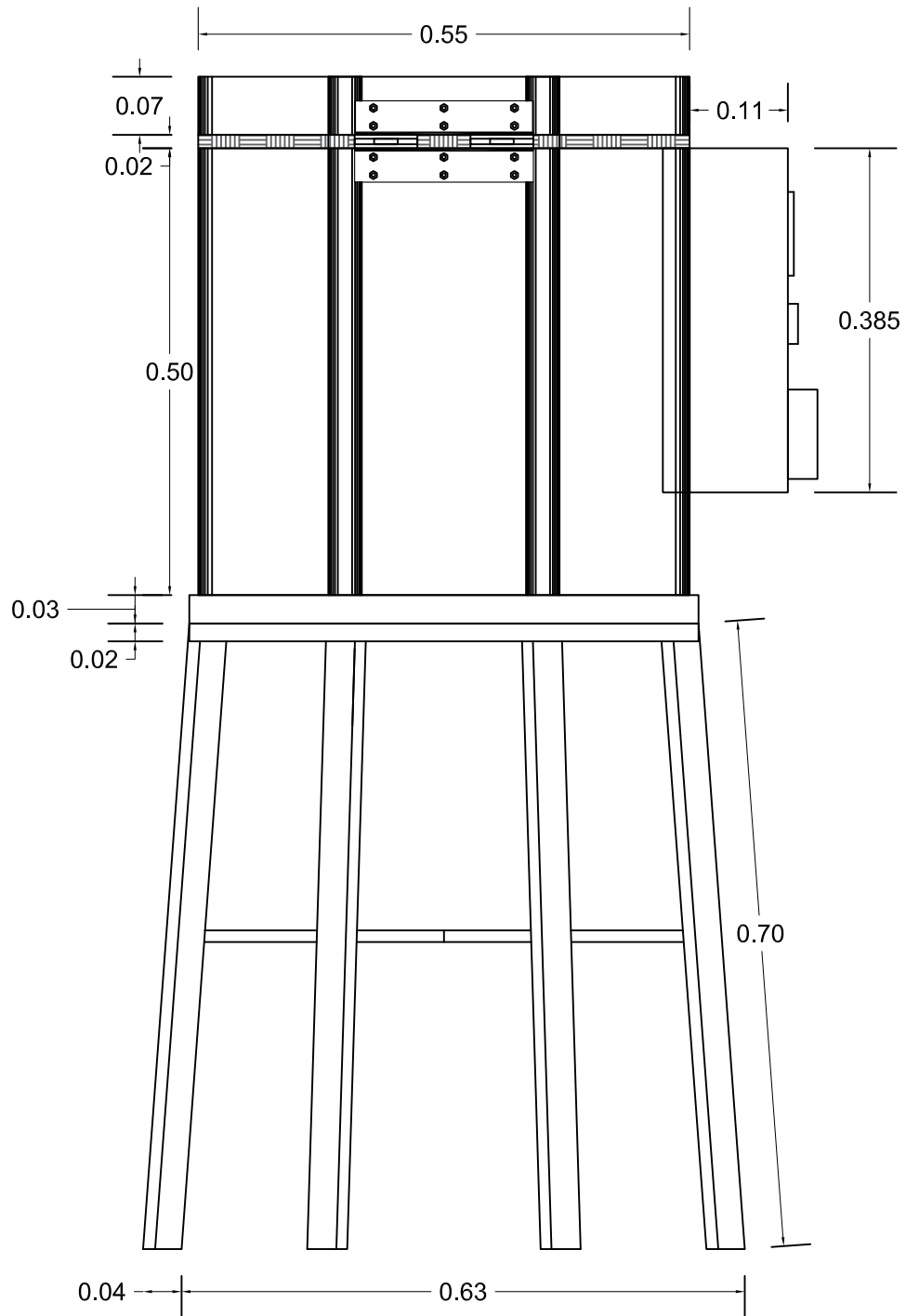
-
- [44]. Bian, J. M.; Li, X. M.; Chen, T. L.; Gao, X. D.; Yu, W. D.; *Preparation of high quality MgO thin films by ultrasonic spray pyrolysis*. Appl. Surf. Sci., 228, 297–301, **2004**.
- [45]. Ángela A. Ruiz; Hernán Álvarez; *Escalamiento de Procesos Químicos y Bioquímicos basado en un Modelo Fenomenológico*. Información Tecnológica Vol. 22 N° 6, **2011**.
- [46]. R. A. González Castellanos; *Principios Básicos de Escalado*. Ciudad de Matanzas: Editorial Universitaria, Cuba, pp. 4, **2000**.
- [47]. A. Anaya-durand; H. Pedroza-flores; F. De Química; Universitaria, C.; México, M. D. F.; España, P.; Condesa, C.; *Escalamiento, el arte de la ingeniería química: Plantas piloto, el paso entre el huevo y la gallina*. Tecnol. Cienc., 23, 31–39, **2008**.
- [48]. J. Bogovic; G. Matula; S. Stopic; R. Rudolf; B. Friedrich; *Scale Up of Ultrasonic Spray Pyrolysis - First Results for Synthesis of nanosized Particles*. Proceedings of EMC 1–6, **2013**.
- [49]. N. M. Davis; *It's in the Spray, Technology Transfer Yields Benefits*. National Glass Association, Glass Magazine, **2005**.
- [50]. J. I. Martínez Cortés, Alma Viridiana del Valle Giles; *Las tierras: raras un sector estratégico para el desarrollo tecnológico de China*. Universidad Nacional Autónoma de México, Número 16, pp. 4-7, **2014**.
- [51]. J. R. Hein, Kira Mizell, A. Koschinsky, T. A. Conrad; *Deep-ocean mineral deposits as a source of critical metals for high- and green-technology applications: Comparison with land-based resources*. Ore Geology Reviews 51, 1–14, **2013**.
- [52]. L. B. Monroy-J, J. J. Olaya, M. Rivera, A. Ortiz, G. Santana; *Growth Study of Y-BA-Cu-O on Buffer Layers and Different Substrates Made by Ultrasonic Spray Pyrolysis*. Rev. LatinAm. Metal. Mat.; 32 (1): 21-29, **2012**.
- [53]. W. D. Callister, Jr.; *Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales 2*. Editorial Reverté, S. A., España, p.734, **1996**.

- [54]. T. R. Rojas Durán; *Contribución al desarrollo de métodos de diagnóstico de cepas aflatoxigénicas en alimentos y piensos*. Universidad de Santiago de Compostela, Lugo España, Tesis de doctorado, pp. 48-49, **2005**.
- [55]. S. L. Rodríguez de Luna; *Diseño de sistemas moleculares: síntesis, caracterización estructural y estudio de propiedades fotoluminiscentes de complejos derivados de ligandos tipo polioxaaza con lantánidos*. Universidad autónoma de nuevo león, Tesis de doctorado, p.8, **2013**.
- [56]. Qiu Guanming, Li Xikun, Qiu Tai, Zhao Haitao, Yu Honghao, Ma Ruiting; *Application of Rare Earths in Advanced Ceramic Materials*. Journal of Rare Earths, Vol. 25, Suppl., Jun. **2007**.
- [57]. F. Hernández Cano, C. Foces Foces, M. Martínez Ripoll; *Cristalografía*. Consejo superior de investigaciones científicas, p. 61, **1995**.
- [58]. J. Morales Güeto; *Tecnología de los materiales cerámicos*. Editorial Díaz de Santos, Madrid, pp. 106–107, **2005**.
- [59]. J. Martínez Urreaga, A. Narros Sierra, Ma. del Mar de la Fuente García Soto, Frutos Pozas Requejo, Víctor Manuel Díaz Lorente; *Experimentación en química general*. Editorial Thomson, Madrid España, p. 135, **2006**.
- [60]. J. García Bermejo, F. Colom Valiente, J. A. Jaramillo Sánchez; *Manual del auxiliar de laboratorio*. Editorial MAD, S.L., Sevilla, España, p. 379, **2003**.
- [61]. H. Hernández Albañil, E. Espejo Mora; *Mecánica de fractura y análisis de falla*. Universidad Nacional de Colombia, Colombia, p. 238-239, **2002**.
- [62]. Ramos Soto y Simón Reyes; *San Bartolo Coyotepec, municipio conurbado de la ciudad de Oaxaca de Juárez*. Producción artesanal y su influencia en el Desarrollo Local en Observatorio de la Economía Latinoamericana, N° 100, ISSN 1696-8352, **2008**.
- [63]. José M. Albella; *Láminas delgadas y recubrimientos; preparación, propiedades y aplicaciones*. Editorial CSIC, p. 550, **2003**.
- [64]. R Martínez-Martínez, M García-Hipólito, F Ramos-Brito, J L Hernández-Pozos, U Caldiño and C Falcony; *Blue and red photoluminescence from $Al_2O_3:Ce^{3+}:Mn^{2+}$ films deposited by spray pyrolysis*. Journal of physics: condensed matter, 3647–3656, **2005**.

- [65]. R. C. Martínez, J. Guzmán, T. Rivera, P. Cerón, E. Montes, D. Guzmán, M. García-Hipólito, C. Falcony, J. Azorín; *Propiedades luminiscentes en películas de $ZrO_2:Dy$* . ISSSD, Cusco, Perú, **2014**.
- [66]. Flores-Carrasco G., Alcántara-Iniesta S., Sierra-Fernández A., Gomez-Villalba L.S., Rabanal M.E. y Milosevic O.; *Propiedades estructurales, ópticas y eléctricas de películas de SnO_2 y $SnO_2:F$ depositadas por rocío pirolítico ultrasónico*. *Superficies y Vacío* 27(4) 126-132, **2014**.

ANEXO A

**PLANOS DE DISEÑO DE
HORNO ELÉCTRICO CON
PLATO GIRATORIO**



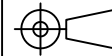
Título
Horno eléctrico con plato giratorio

Diseño
Martha Paola García Ramírez

Fecha: 16/02/16

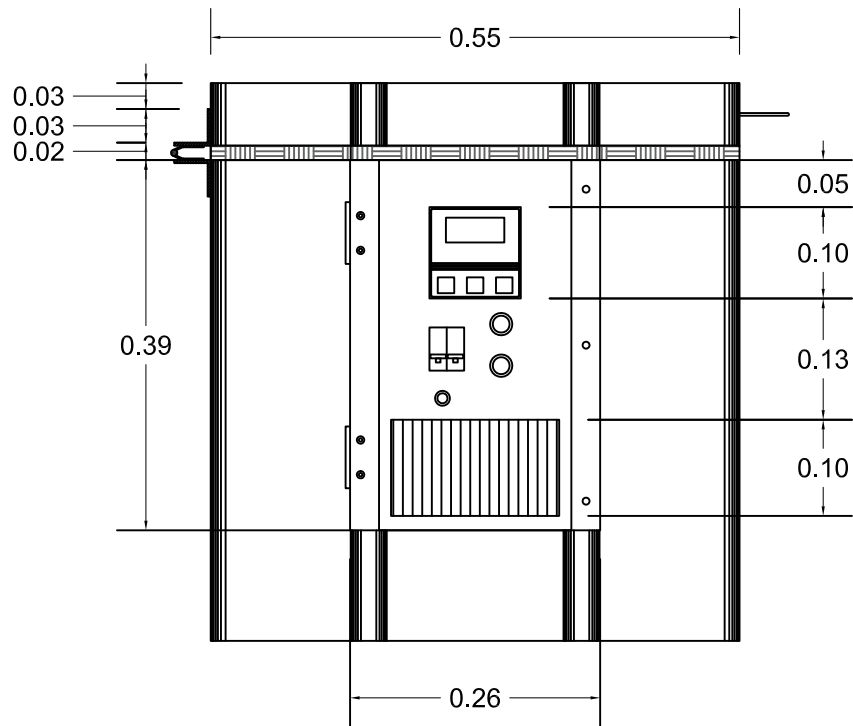
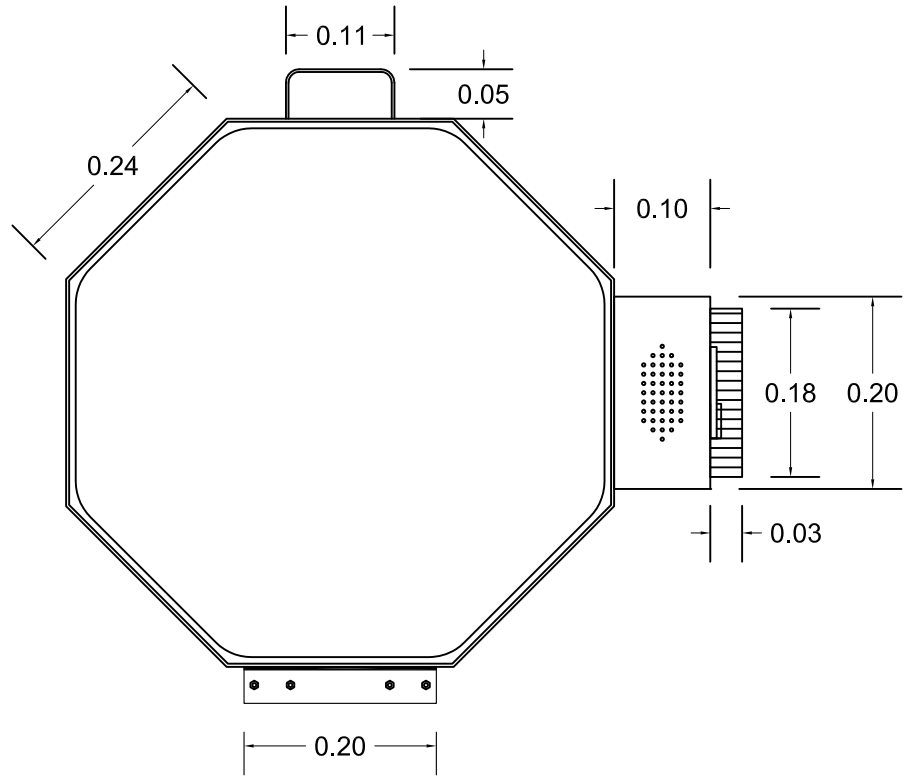
Esc.: S/E


Cota:
metros



No. Plano
1

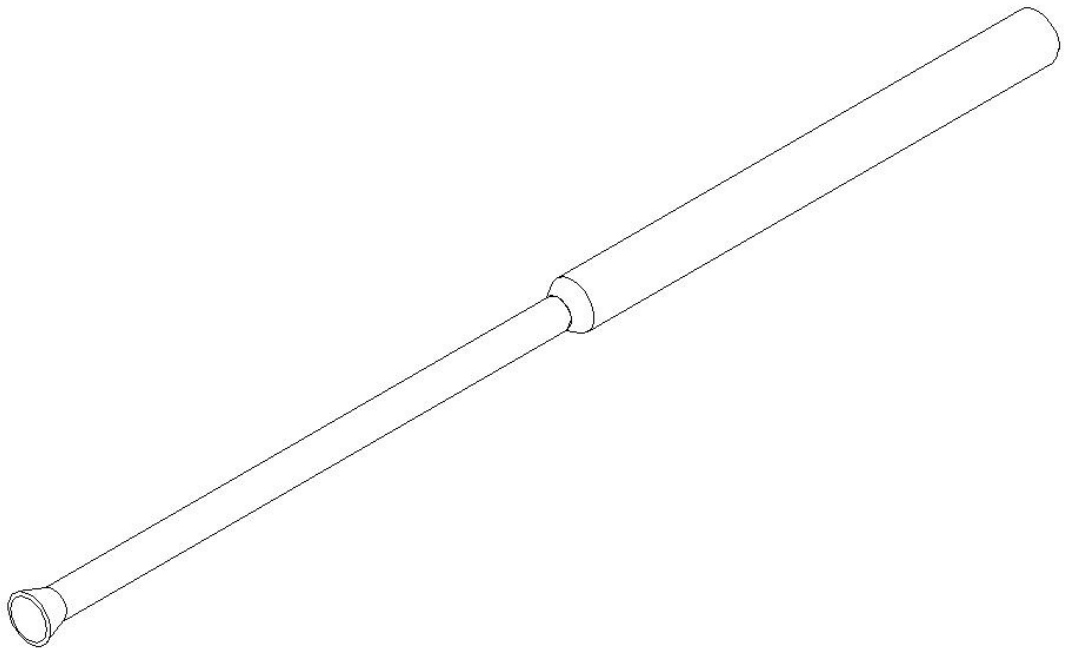
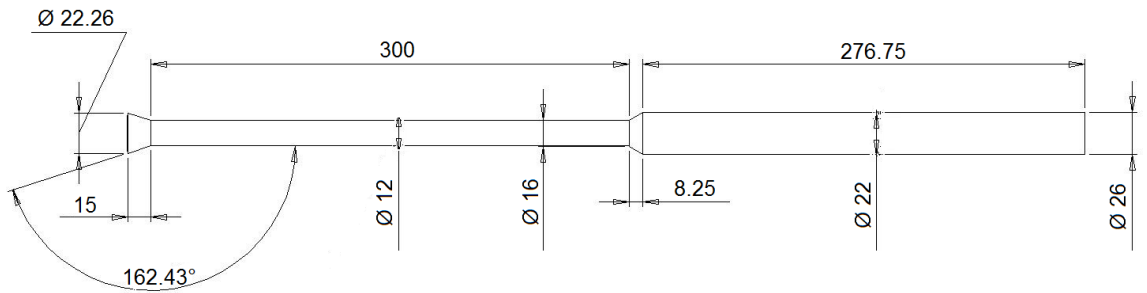
A4


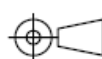


	Título Horno eléctrico con plato giratorio	Fecha: 16/02/16 Esc.: S/E	No. Plano 2
	Diseño Martha Paola García Ramírez	Cota: metros	
			A4

ANEXO B

**PLANO DE DISEÑO DE
BOQUILLA DE VIDRIO DE
BOROSILICATO DE DURAN**



	Título Boquilla	Fecha: 26/02/2016	No. Plano 3
	Diseño Martha Paola García Ramírez	Esc.: S/E	
	Cota: mm		A4

ANEXO C
CONSTRUCCIÓN DEL HORNO
ELÉCTRICO

El horno eléctrico se diseñó para operar como fuente de calor y se construyó de la siguiente forma.

Primeramente, se realizó el diseño del horno eléctrico mediante el software SolidWorks 2012, con el fin de construir un objeto físico en base al modelo propuesto; este programa fue la herramienta para el desarrollo y elaboración de los planos en 3D, donde se establecieron las dimensiones de los componentes del sistema durante la construcción del horno; los cuales se pueden observar en el Anexo B. Con el diseño de los planos, se comenzó a elaborar la base del horno, conformado de una estructura octagonal, 4 soportes verticales y 4 llantas locas.

La estructura octagonal, se construyó con la varilla de acero, utilizando 2 m de $1\frac{1}{2} \times 1/8$ ", para formar ocho ángulos, marcando las distancias 228.6 x 114.3 mm con un ángulo de 45° (Figura A.1). Los cortes con su respectivo ángulo, fueron cerrados manualmente para después soldarlos con electrodos de $1/8$ " 6013 y obtener la estructura del octágono (Figura A.2); para finalmente con la esmeriladora pulir los cordones de la soldadura para darle un buen acabado.



Fig. A.1 Trazo y corte de ángulo.



Fig. A.2 Base octagonal soldada.

El reforzamiento de la estructura, se logró cortando con segueta de arco 4 segmentos de 555 mm de solera de $3/4 \times 1/8$ ", posteriormente se soldaron con una estructura entre cruzada en cada uno de sus vértices (Figura A.3). El octágono se trazó y cortó la figura sobre la lámina de acero inoxidable C-22; finalmente, se realizó un orificio de 25.4 mm de diámetro con la intención de introducir el sistema que

realizara el giro del plato donde se colocara la pieza (Figura A.4) y se colocó encima de la estructura entre cruzada.

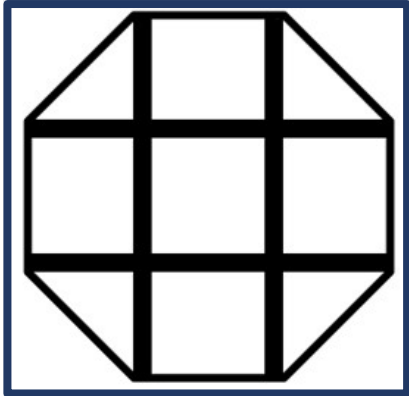


Fig. A.3 Estructura entre cruzada.

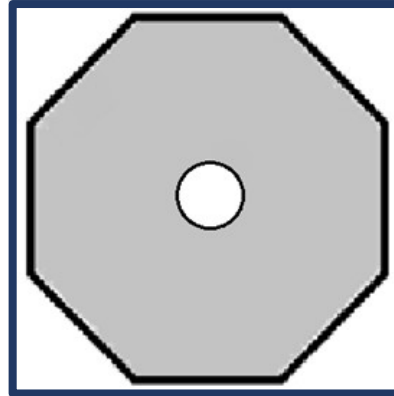


Fig. A.4 Lámina sobre estructura entre cruzada.

Para formar los cuatro soportes, se cortó manualmente ocho segmentos de 660 mm del ángulo 1 1/2" x 1/8"; soldando dos ángulos y así obtener la forma de un cuadrado, los cuales fueron soldados a un ángulo de 135° a las extremidades de la estructura, al igual tres tornillos sin fin de 3/8" para sostener el motor, después se soldaron cuatro llantas locas en cada soporte. Para finalizar la base, se soldó una estructura cruzada para proporcionar mayor soporte (Figura A.5). La construcción del cuerpo del horno, se requirieron 48 ladrillos refractarios, los cuales fueron trazados y cortados a un ángulo 67.5° (Figura A.6).



Fig. A.5 Base de horno pintada.



Fig. A.6 Ladrillos marcados y cortados.

Seguido de lo anterior, se colocaron los ladrillos sobre la base, dejando espacio al platillo giratorio; ajustando con una cinta de lámina, que sirvió como molde para facilitar el recubrimiento de los ladrillos con cemento refractario (Figura A.7). Concluyendo con el recubrimiento de la base, se dejó secar un día completo para después quitar el molde de la lámina.

Una vez que la superficie de la base se secó, se prosiguió a preparar el cuerpo del horno, iniciando con la colocación de 32 ladrillos refractarios, para confirmar que los cortes de los ángulos en cada ladrillo concordarán entre sí. Al tener el cuerpo de ladrillo, se cortaron dos rectángulos de 1850 x 485 mm, uno de lámina de acero inoxidable C-22 y otro de colcha térmica, después a la lámina se le puntearon 8 abrazaderas sin fin de 8". Por último, sobre el cuerpo del horno se trazó y cortó con disco de concreto un rectángulo de 79 x 335 mm, lo que conformaría la ventana del horno (Figura A.8).



Fig. A.7 Base con ladrillos y cemento refractario.



Fig. A.8 Cuerpo de horno con lámina, abrazaderas y ventana.

El plato giratorio, conformado por una placa de C-6 con 190 mm de diámetro, eje 12 mm de diámetro y con longitud de 185 mm, una tuerca de 7/16" y un balero de carga con diámetro interno de 12 mm, se cortó metal desplegado con un diámetro de 190 mm para refuerzo del concreto, el cual se punteó sobre la placa circular, después se hizo un molde con una cinta de lámina con el mismo diámetro y con un

grosor de 30 mm, colocándola sobre la placa y después rellenándola con cemento refractario. La construcción de la tapa de la ventana, fue trazada y cortada con lámina de acero inoxidable C-22 y metal desplegado de 79 x 335 mm con 20 mm de pestaña, doblando ambas pestañas de los diferentes materiales y la forma del metal desplegado se puntea sobre la forma de la lámina. Después, se construyó un molde con lámina para rellenarlo con cemento refractario de grosor 70 mm (Figura A.9).

Se cortaron dos placas de 100 x 115 mm después con una broca de 3/8" se realizaron tres orificios, introduciendo en cada uno tornillos sinfín de 3/16" con una longitud de 125 mm cada uno, los cuales fueron soldados sobre el ángulo de la base inferior del horno. Para sujetar las placas se colocaron doce tuercas de 3/8" cada una, también se hizo un cuarto orificio en ambas placas de 15.99 mm, colocando el eje del motorreductor y por último se colocó el eje central del plato giratorio fijándolo con 4 tornillos, rondana y tuercas de 3/8" (Figura A.10).



Fig. A.9 Base giratoria y tapón de ventana con cemento refractario.



Fig. A.10 Colocación de espárragos, placas, eje del motor y eje de la base giratoria sobre la parte inferior de la base del horno.

Una vez construida la base, así como el cuerpo del horno, se prosiguió con la tapa, la cual fue cortada a la medida del cuerpo del horno, sostenida por una cinta alrededor de la tapa y sujeta por dos abrazaderas con tornillo sinfín. Para abrir y cerrar el horno se añadieron dos bisagras de 3", colocadas sobre una lámina de aluminio de 1 1/2" x 1/8" formando un ángulo de 45° y sujetadas por tornillos y

tuercas de 3/16" a la tapa y cuerpo del horno (Figura A.11). Para controlar la abertura de la tapa, se colocó cable de acero de 1/16" sujeto a la tapa y cuerpo del horno y por último se colocó sobre la cinta de lámina una agarradera para facilitar abrir y cerrar el horno (Figura A.12).



Fig. A.11 Tapa de tabique refractario, cinta de sujeción de lámina de acero inoxidable y soportes con bisagras.



Fig. A.12 Cable de acero para el soporte de la tapa y agarradera para su manipulación.

La construcción del sistema que hará girar el plato, se logró añadiendo dos engranes colocados en el eje del motor y plato giratorio, después se incorporó una cadena de transmisión con una longitud de 590 mm sujetándola en ambos ejes con una tuerca de 3/8", posteriormente se instaló el motorreductor sobre el eje (Figura A.13).



Fig. A.13 Colocación de engranes, cadena de transmisión y motor sobre la parte inferior de la base del horno.



Fig. A.14 Colocación de colcha térmica en el cuerpo, tapa y parte inferior de la base del horno.

La colcha térmica se colocó entre la pared y la lámina del horno, con la finalidad de evitar pérdidas de calor por transferencia con el medio ambiente. Para reforzar el aislamiento, se añadió pasta refractaria entre las esquinas del tabique refractario, al igual se colocó en la tapa y en la parte superior del horno (Figura A.14).

Para quitar y poner la tapa de la ventana del horno, fue necesario colocar una agarradera con un diámetro de 8.20 mm y longitud de 200 mm, con una broca para concreto de 3/8" se realizaron cuatro orificios para introducirle a cada uno taquetes de expansión de 3/16". Para sujetar la agarradera a los taquetes se trazaron y cortaron en lámina dos piezas en forma de omega, uniendo con tornillos de 3/8". Por último, se realizó el seguro sujetándolo a la lámina del horno con remaches de 1/8" (Figura A.15).

El gabinete de control se construyó utilizando lámina calibre 22, trazando las medidas de cada uno de los elementos, para después cortarlos con la caladora y sacar bocados. Para ello, se realizaron los dobleces de las orillas con la dobladora, las tapas fueron marcadas y cortadas con tijeras para corte de lámina, los orificios de la tapa superior se realizaron con una broca 9/64"; ambas tapas fueron unidas al gabinete con remaches de 5/32", y por último se realizó la ventilación de las terminales de las resistencias con metal desplegado de 385 x 330 mm, formando una omega (Figura A.16).

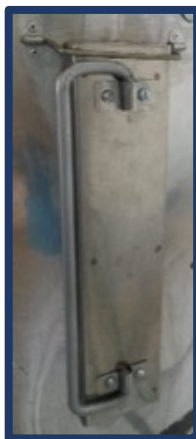


Fig. A.15 Seguro de ventana y agarradera.



Fig. A.16 Gabinete de control y ventilación.

En el interior del horno, se colocan cuatro resistencias con una longitud de 10.5 cm cada una, las cuales son colocadas en “u” para respetar la ventana, con una broca de 3/8 se realizaron ocho orificios para la salida de las resistencias y otro para el termopar, por la parte exterior del horno se amplió el orificio del termopar con una broca escalonada, con la finalidad de introducir una boquilla cerámica para que el termopar no tuviera contacto con la lámina (Figura A.17).

La colocación de la ventilación, se hizo por medio de dos bisagras de 1”, las cuales fueron sujetadas a la lámina del cuerpo del horno y al metal desplegado por medio de remaches de 1/8”. Para cerrar la ventilación, se realizaron tres orificios con broca de 1/8” y por medio de tres pijas con rondanas para sujetarla; para aislar el calor de las terminales de las resistencias hacia el gabinete de control se colocó colcha térmica. Sobre el metal desplegado se colocaron los dos interruptores termomagnéticos y el contactor magnético; el controlador de temperatura, los dos interruptores y fusible se añadieron dentro del gabinete de control, después se prosiguió con la instalación eléctrica, como puede observarse en el diagrama de conexiones eléctricas del horno en el Anexo D; que una vez realizadas, el gabinete se unió a la ventilación con machuelos de 1/8” (Figura A.18).



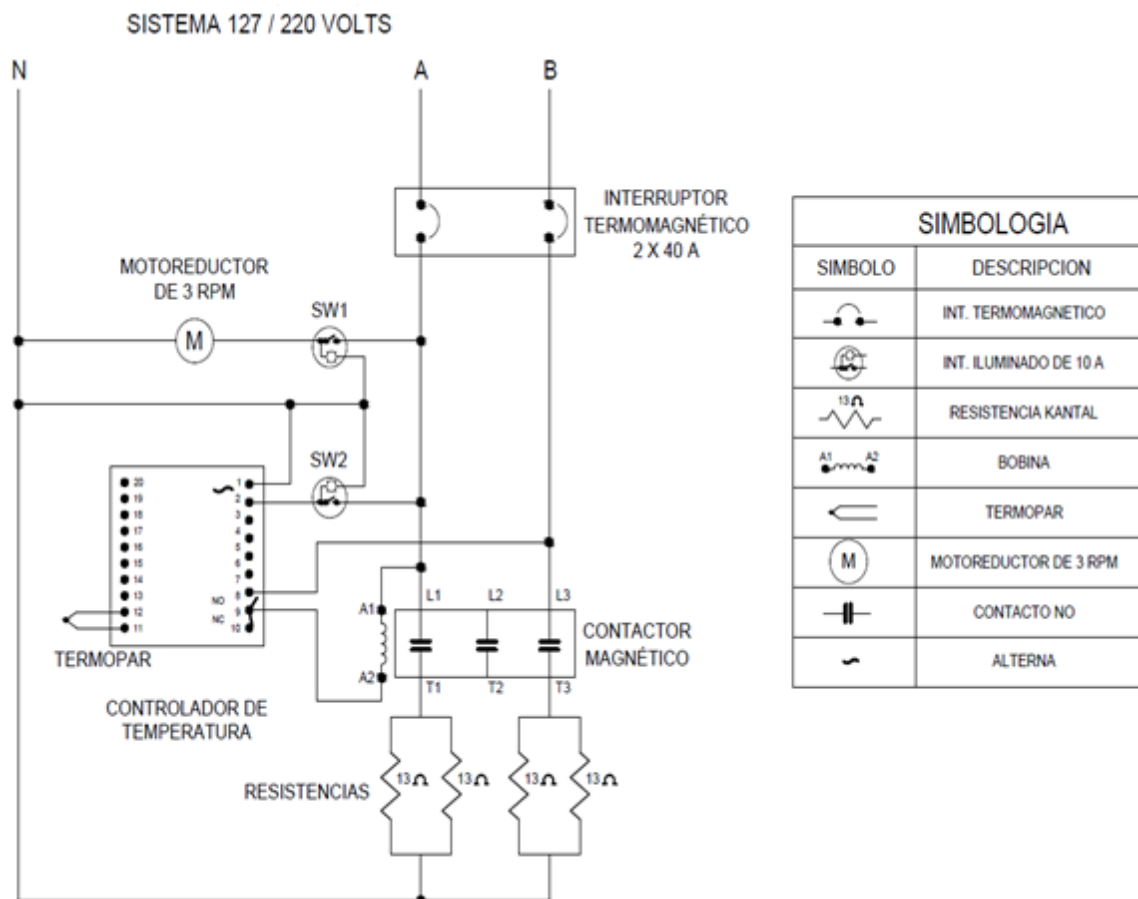
Fig. A.17 Colocación de resistencias y termopar en el interior del horno.



Fig. A.18 Colocación de ventilación, gabinete de control y conexión del sistema eléctrico.

ANEXO D
DIAGRAMA DE CONEXIONES
ELÉCTRICAS DEL HORNO

El sistema se compone por 4 resistencias de 13 ohm cada una, mismas que se encuentran conectadas en serie – paralelo, a una alimentación eléctrica de 220 volts con neutro en la parte central de la serie, dentro del mismo sistema se cuenta con un controlador de temperatura del tipo on-off con un voltaje de línea de 80-260 v 50/60 hz. para el control de las resistencias; contando con un termopar tipo J que se encarga de censar la temperatura en el interior del horno y enviar la señal al controlador, con el fin de controlar el encendido y apagado de la carga; dicho control se lleva a cabo a través un contactor magnético de 30 A, (etapa de potencia) que soporta la corriente total de las resistencias y por último el switch sw1 permite el encendido y apagado del controlador de temperatura y el switch sw2 realiza el control del motorreductor que se encarga del movimiento del plato giratorio localizado en el interior del horno (la simbología describe cada uno de los componentes del diagrama).



ANEXO E

CONSTANCIA DE PARTICIPACIÓN
“IV REUNIÓN DE USUARIOS
MEXICANOS DE RADIACIÓN
SINCROTÓN”



Huatulco 2014
27-28 Noviembre



**REUNIÓN DE USUARIOS MEXICANOS
DE RADIACIÓN SINCROTÓN**

EL COMITÉ ORGANIZADOR Y LA RED TEMÁTICA USUARIOS
DE LUZ SINCROTÓN REDTULS
OTORGAN EL PRESENTE RECONOCIMIENTO A:

MARTHA PAOLA GARCÍA RAMÍREZ

POR LA PRESENTACIÓN DEL TRABAJO TITULADO
"INDUSTRIAL UPGRADING OF ULTRASONIC SPRAY PYROLYSIS TECHNIQUE
APPLIED ON HANDICRAFTS OF BLACK CLAY"
DENTRO DE LA IV REUNIÓN DE USUARIOS MEXICANOS DE RADIACIÓN SINCROTÓN
(MESYRUM 2014).



DR. MATÍAS MORENO
LÍDER DEL PROYECTO SINCROTÓN
MORELOS



DRA. GUADALUPE DE LA ROSA
REDTULS, PRESIDENTE



DR. ERICKA JUAREZ-ARELLANO
COMITÉ ORGANIZADOR LOCAL















LA ASOCIACIÓN DE USUARIOS MEXICANOS DE RADIACIÓN SINCROTÓN Y LA REDTULS