



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO

INSTITUTO DE CIENCIAS BÁSICAS E INGENIERÍA
ÁREA ACADÉMICA CIENCIAS DE LA TIERRA Y MATERIALES

“Síntesis de un precursor para la obtención de alfa alúmina a partir de chatarra de aluminio y técnicas electroquímicas”

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERO EN CIENCIAS DE MATERIALES

P R E S E N T A :
ROLANDO SANTOYO HERRERA

ASESOR:

DR. GUSTAVO URBANO REYES





Mineral de la Reforma, Hgo., a 28 de enero de 2019

Número de control: ICBI-D/082/2019
 Asunto: Autorización de tesis.

M. EN C. JULIO CÉSAR LEINES MEDÉCIGO
DIRECTOR DE ADMINISTRACIÓN ESCOLAR DE LA UAEH


Por este conducto le comunico que el Jurado asignado al pasante de la Licenciatura en Ingeniería en Ciencia de los Materiales: **Rolando Santoyo Herrera**, quien presenta el trabajo de **“Síntesis de un precursor para la obtención de alfa alúmina a partir de chatarra de aluminio y técnicas electroquímicas”**, después de revisar el trabajo ha decidido autorizar la impresión del mismo, hechas las correcciones que fueron acordadas.

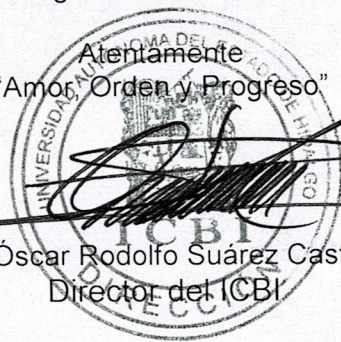
A continuación se anotan las firmas de conformidad de los integrantes del Jurado:

- PRESIDENTE: Dr. Felipe Legorreta García
- PRIMER VOCAL: Dr. Gustavo Urbano Reyes
- SEGUNDO VOCAL: Dra. Ana María Herrera González
- TERCER VOCAL: Dr. Victor Esteban Reyes Cruz
- SECRETARIO: Dr. Julio Cesar Juárez Tapia
- PRIMER SUPLENTE: Dra. María Aurora Veloz Rodríguez
- SEGUNDO SUPLENTE: Dr. José Ángel Cobos Murcia

Sin otro particular, le reitero a usted la seguridad de mi atenta consideración.

Atentamente
 “Amor, Orden y Progreso”


 Dr. Óscar Rodolfo Suárez Castillo
 Director del ICBI



ORSC/MMM



Ciudad del Conocimiento
 Carretera Pachuca-Tulancingo km 4.5 Colonia Carboneras
 Mineral de la Reforma, Hidalgo, México. C.P. 42184
 Teléfono: +52 (771) 71 720 00 ext. 2231 Fax 2109
 direccion_icbi@uaeh.edu.mx

www.uaeh.edu.mx

CONTENIDO

LISTA DE FIGURAS.....	V
LISTA DE TABLAS.....	VII
LISTAS DE ABREVIATURAS	VIII
AGRADECIMIENTOS	IX
RESUMEN	1
ABSTRACT	2
INTRODUCCIÓN	3
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	5
PREGUNTA DE INVESTIGACIÓN	6
Pregunta central	6
Preguntas específicas	6
JUSTIFICACIÓN.....	6
OBJETIVOS	9
Objetivo general.....	9
Objetivos específicos.....	9
DEFINICIÓN TEMPORAL Y ESPACIAL.....	10
CAPÍTULO I: MARCO TEÓRICO.....	11
1.1 Importancia del aluminio	11
1.1.2 Producción de aluminio en México	11
1.2 Propiedades del aluminio.....	12
1.3 Aplicaciones del aluminio.....	14
1.4 Ciclo de vida del aluminio.....	15
1.5 Reciclaje de aluminio	16
1.5.1 El reciclaje de aluminio en México.....	17
1.5.2 El aluminio como desecho urbano.....	18
1.6 Óxido de aluminio	19
1.6.1 Grados de alúmina	20

1.6.2 Corindón	21
1.6.3 Mineralogía	22
1.6.4 Propiedades ópticas y cristalográficas del corindón	23
1.6.5 Polimorfismo del óxido de aluminio	24
1.6.6 Hidróxidos y oxihidróxidos de aluminio	25
1.7 Técnicas electroquímicas	29
1.7.1. Voltamperometría cíclica	32
1.7.2 Cronoamperometría	35
1.8 Celda electroquímica	36
1.8.1 Celda electrolítica	38
1.8.2 Celda galvánica	38
1.9 Componentes de una celda electroquímica	38
1.9.1 Electrodo de referencia	39
1.9.2 Electrodo de trabajo	40
1.9.3 Electrodo auxiliar o contra electrodo	40
1.9.4 Electrolito	40
CAPÍTULO II: ANTECEDENTES	41
CAPÍTULO III: METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	48
3.1 Preparación de la solución	49
3.1.1 Recolección, limpieza y corte de las latas de aluminio	49
3.1.2 Preparación de solución de NaOH	49
3.1.3 Disolución de aluminio	50
3.1.4 Preparación de solución de ácido clorhídrico 8M	51
3.2 Preparación de la celda	52
3.2.1 Elaboración de la tapa	52
3.2.1 Preparación del electrodo de trabajo	53
3.2.2 Preparación del contra-electrodo	53

3.2.3 Electrodo de referencia.....	54
3.2.4 Recubrimiento de los caimanes.....	54
3.2.5 Montaje de la celda.....	54
3.3 Estudio electroquímico.....	55
3.3.1 Voltamperometría cíclica.....	56
3.3.2 Cronoamperometría.....	56
3.4 Caracterización.....	56
3.4.1 Difracción de rayos X.....	57
3.4.2 Calcinación.....	57
CAPÍTULO IV: RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	58
4.1 Solución de aluminio.....	58
4.1.2 Lavado del precipitado de aluminio.....	60
4.1.3 Disolución y ajuste de pH del precipitado de aluminio.....	61
4.1.4 Ajuste del pH de la solución con NaOH y NH ₄ OH.....	61
4.2.1 Estudio voltamperométrico de la solución ajustando el pH con NaOH.....	62
4.2 Estudio cronoamperométrico de la solución ajustando el pH con NaOH.....	63
4.2.1 Estudio voltamperométrico de la solución ajustando el pH con NH ₄ OH.....	67
4.3 Estudio cronoamperométrico de la solución ajustando el pH con NH ₄ OH...	68
4.4 Difracción de rayos X.....	71
4.4.1 Depósitos obtenidos con la solución de aluminio ajustando el pH con NaOH.....	71
4.4.2 Depósitos obtenidos con la solución de aluminio ajustando el pH con NH ₄ OH.....	72
4.4.3 Calcinación de depósitos obtenidos a partir de la solución de aluminio ajustando el pH con NaOH.....	73

4.4.4 Calcinación de precipitados obtenidos a partir de la solución de aluminio ajustando el pH con NH_4OH	75
CONCLUSIONES.....	77
REFERENCIAS.....	79

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Aplicaciones del aluminio a nivel mundial	14
Figura 2 Ciclo de vida del aluminio.....	15
Figura 3 Residuos sólidos urbanos en México (2010).....	17
Figura 4 Residuos sólidos urbanos generados contra los reciclados recuperados, 2008-2011	18
Figura 5 Esmeril o corindón.....	22
Figura 6 Cristales de corindón.....	23
Figura 7 Estructura cristalina del corindón.....	24
Figura 8 Fases cristalinas de la alúmina.....	25
Figura 9 <i>Estructura cristalina de la Gibbsita</i>	26
Figura 10 <i>Estructura cristalina de la bayerita</i>	27
Figura 11 <i>Estructura cristalina de la Norstandita</i>	28
Figura 12 <i>Estructura cristalina de la bohemita</i>	28
Figura 13 <i>Etapas generales para una reacción que ocurre en el electrodo</i>	30
Figura 14 <i>Clasificación de las técnicas electroquímicas</i>	31
Figura 15 <i>Programa de perturbación para voltamperometría de barrido triangular a n ciclos</i>	32
Figura 16 Magnitudes de un voltamperograma cíclico de acuerdo al convenio planteado por la IUPAC.....	33
Figura 17 <i>Voltamperograma de reducción de un compuesto Ox (a) sin reacción acoplada; (b) con reacción química acoplada.</i>	34
Figura 18 <i>Ejemplo de cronoamperometría</i>	35
Figura 19 <i>Esquema del cambio de los perfiles de concentración de la especie O.</i>	36
Figura 20 <i>Diagrama esquemático de una celda electrolítica (izquierda) y una galvánica (derecha)</i>	37
Figura 21 <i>Componentes de una celda electroquímica.</i>	39
Figura 22 Diagrama de la metodología aplicada	48
Figura 23 Filtrado de las soluciones	51

Figura 24 Electrodo de trabajo	53
Figura 25 Montaje de la celda	55
Figura 26 Potenciostato, galvanostato modelo PAR 263A	56
Figura 27 Difractómetro de rayos X marca Inel, modelo Equinox 2000.....	57
Figura 28 Solución durante el proceso de disolución de Al	58
Figura 29 Solubilidad del $Al(OH)_3$ en función del pH.....	59
Figura 30 Centrifuga cole-palmer 17250-10, 3400 rpm	60
Figura 31 Solución parcialmente disuelta	61
Figura 32 Solucion totalmente disuelta.....	61
Figura 33 Estudio voltamperométrico a la solución de NaOH	62
Figura 34 Transitorios potenciostáticos a pH ácido sobre electrodos de aluminio, intervalo de potenciales de -1.5 a -2.2 V	64
Figura 35 Transitorios potenciostáticos a pH ácido sobre electrodos de aluminio, intervalo de potenciales de -2.1 a -2.4 V	66
Figura 36 Estudio voltamperométrico a la solución de NH_4OH	68
Figura 37 Transitorios potenciostáticos a pH ácido sobre electrodos de aluminio, intervalo de potenciales de -1.5 a -2.2 V	69
Figura 38 Transitorios potenciostáticos a pH ácido sobre electrodos de aluminio, intervalo de potenciales de -2.1 a -2.4 V	71
Figura 39 Difractogramas de los depositos obtenidos sobre electrodos de aluminio en un medio acido ajustado a partir de NaOH.....	72
Figura 40 Difractogramas de los depositos obtenidos sobre electrodos de aluminio en un medio acido ajustado a partir de NH_4OH	73
Figura 41 Difractograma de los depositos calcinados a 400°C, 800°C y 1200°C	74
Figura 42 Difractograma de los precipitados calcinados a 400°C, 800°C y 1200°C	75

LISTA DE TABLAS

Tabla 1 Alúmina de alta ingeniería	20
Tabla 2 Alúmina de ingeniería	21
Tabla 3 Resultados del estudio cronoamperométrico	65
Tabla 4 Resultados del estudio cronoamperométrico	69

LISTAS DE ABREVIATURAS

PIB	Producto Interno Bruto
SEMARNAT	Secretaria de Medio Ambiente y Recursos Naturales
INEGI	Instituto Nacional de Geografía y Estadística
DRX	Difracción de Rayos X
TIG	Soldadura de Gas Inerte Tungsteno
MIG	Soldadura con Gas protector
TEM	Microscopio Electrónico de Transmisión
SEM	Microscopio Electrónico de Barrido
IR	Microscopia Infrarroja
TEAH	Trietanolamina
pH	Potencial de Hidrogeno
PM	Peso Molecular
RPM	Revoluciones por Minuto
RE	Electrodo de Referencia
WE	Electrodo de Trabajo
CE	Contra electrodo
SCE	Electrodo de Calomel Saturado
OCP	Potencial de Circuito Abierto

AGRADECIMIENTOS

Principalmente doy gracias a Dios por darme la oportunidad de haber llegado a este momento tan maravilloso de mi vida y darme una oportunidad de seguir en pie con mis sueños e ilusiones a pesar de las adversidades que he encontrado en el camino.

A mi mamá Consuelo por todo su amor y cariño, por ser un pilar fundamental en mi vida y estar conmigo incondicionalmente, gracias por creer en mí, por guiarme en el camino cuando me encontraba perdido y enseñarme a ser una mejor persona, todo lo que soy y lo que tengo te lo debo a ti, muchas gracias mami.

A mi papá Pedro por darme todo lo mejor posible para poder cumplir mis sueños y metas, por enseñarme a ser una persona responsable y comprometida con mis actividades, por todo el esfuerzo realizado durante una vida de trabajo para que pudiéramos tener una vida mejor. Espero tener un día la oportunidad de retribuir todo el cariño y la dedicación dedicada.

A mi mejor amigo, mi hermano Arturo, mi compañero incondicional, mi orgullo quien me ha enseñado a no rendirme, a cumplir mis sueños, aunque el mundo se oponga, a luchar para ser alguien en la vida, gracias por todo tu cariño, preocupación y tu apoyo incondicional.

A mis tíos Francisco, Leonardo, Tomas, Enrique, Margarita y Julia por su cariño y su apoyo incondicional que me alentaron a seguir adelante.

A mi tía Ana María por haberme enseñado el mundo de la ciencia de materiales, por todo su apoyo y cariño cuando más lo he necesitado, fue un orgullo ser su alumno y ayudarme a descubrir lo maravilloso que es la ciencia.

Al Dr. Gustavo Urbano, por darme la oportunidad de realizar este proyecto, por su apoyo, dedicación y por creer en mí. Gracias por la paciencia y por guiarme de una manera tan excepcional, gracias por ser un ejemplo de dedicación y rectitud.

A mis sinodales por dedicar su tiempo para la culminación de este trabajo.

A la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo por haberme brindado la oportunidad de cumplir mis sueños y convertirme en profesionista.

A PRODEP por la gestión para la beca otorgada mediante el proyecto PRODEP UAEH-PTC-746.

La ingeniería no se limita a pequeñas o grandes construcciones, va mucho más allá en el espacio y en el tiempo. La ingeniería trasciende.

Carlos Slim Helú

RESUMEN

La alfa-alúmina ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) o corindón es considerado un material cerámico avanzado que tiene diversas aplicaciones tecnológicas e industriales, debido a que presenta propiedades ideales tales como: alta dureza, resistencia al desgaste, buena estabilidad a altas temperaturas y es termodinámicamente estable. Algunas de sus aplicaciones son en la electrónica, optoelectrónica, equipo de protección, materiales refractarios, la catálisis (tanto como soportes catalíticos y como catalizadores) en la refinación de petróleo, control de emisiones del automóvil y la hidrogenación. La síntesis de α -alúmina, es un proceso complicado, debido a que se emplean altas temperaturas, procedimientos complejos y una gran variedad de reactivos químicos relativamente costosos. El propósito de este trabajo fue establecer si mediante la metodología implementada es posible obtener una especie precursora para la obtención de alfa alúmina ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) de alta pureza, a partir de latas de aluminio recicladas y la implementación de técnicas electroquímicas. Los resultados mostraron que la metodología usada en este trabajo, permitió obtener una especie precursora (bayerita) para la producción de polvos de alfa alúmina ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) con alta pureza, utilizando una solución de aluminio preparada a partir de residuos urbanos (latas de aluminio) y la implementación de técnicas electroquímicas. Lo cual es una alternativa viable ya que permite disminuir del uso de reactivos químicos y el ahorro de energía; así como la implementación de acciones que promueven el reciclaje y ayudan al medio ambiente.

ABSTRACT

The alpha-alumina ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) or corundum is considered an advanced ceramic material that has various technological and industrial applications, because it has ideal properties such as: high hardness, wear resistance, good stability at high temperatures and is thermodynamically stable. Some of its applications are in electronics, optoelectronics, protective equipment, refractory materials, catalysis (both as catalytic supports and as catalysts) in petroleum refining, automotive emissions control and hydrogenation. The synthesis of α -alumina is a complicated process, due to the use of high temperatures, complex procedures and a wide variety of relatively expensive chemical reagents. The purpose of this work was to establish if through the implemented methodology it is possible to obtain a precursor species for obtaining high purity alpha alumina ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$), from recycled aluminum cans and the implementation of electrochemical techniques. The results showed that the methodology used in this work, allowed to obtain a precursor species (bayerite) for the production of alpha alumina powders ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) with high purity, using an aluminum solution prepared from urban waste (cans of aluminum) and the implementation of electrochemical techniques. is a viable alternative because it allows to decrease the use of chemical reagents and energy savings; as well as the implementation of actions that promote recycling and help the environment.

INTRODUCCIÓN

El óxido de aluminio (Al_2O_3) o corindón, mejor conocido como alfa-alúmina ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$), es un material cerámico avanzado, debido a que tiene diversas aplicaciones tecnológicas e industriales. Este material está presente en la naturaleza en diversos minerales, tales como la gibbsita $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, bauxita, corindón Al_2O_3 , diáspora ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) entre otros. Debido a esto, se encuentran diferentes tipos de alúmina, algunos ejemplos son las fases: α -alúmina o corindón. La α -alúmina es un material termodinámicamente estable, con propiedades ideales tales como, alta dureza, resistencia al desgaste y buena estabilidad a altas temperaturas. La síntesis de α -alúmina tiene diversas aplicaciones en la electrónica, optoelectrónica, equipo de protección, materiales refractarios, la catálisis (tanto como soportes catalíticos y como catalizadores) en la refinación de petróleo, control de emisiones del automóvil, y la hidrogenación. La síntesis de α -alúmina, es un proceso complicado, debido a que se emplean altas temperaturas, procedimientos complejos y una gran variedad de reactivos químicos relativamente costosos. Las técnicas electroquímicas se plantean como una alternativa viable para reducir de manera considerable el consumo de energía y los reactivos empleados, de esta manera se considera la posibilidad de obtener α -alúmina disminuyendo la problemática ambiental y los costos que genera su producción. Además, el aluminio proveniente de los residuos urbanos puede ser reutilizado para obtener otro tipo de material como la α -alúmina, dándole así un mayor valor agregado. Por lo tanto, se consideró pertinente realizar un estudio sistemático, en el cual se emplearán técnicas electroquímicas y residuos urbanos para desarrollar un método que permita la obtención de la α -alúmina, el cual pretende tener como resultado generar un beneficio a la sociedad y al medio ambiente.

En este trabajo se realizaron estudios de voltamperometría y cronoamperometría con el fin de encontrar las condiciones necesarias para llevar a cabo los depósitos de una especie precursora para la obtención de α -alúmina. Para obtener la especie precursora con alta pureza, se preparó una solución de Al a partir de residuos urbanos, disuelta en Hidróxido de Sodio (NaOH) y precipitada con Ácido Clorhídrico

(HCl). La especie precursora obtenida se calcinó a diferentes temperaturas para observar su completa transformación hasta alfa-alúmina, que fue caracterizada por la técnica de difracción de rayos X (DRX).

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

En México se recupera el 97% de las latas de aluminio que se utilizan diariamente, las cuales se reciclan en productos como bebidas, alimentos, cables y piezas automotrices, por lo cual el negocio del reciclaje de aluminio puede crecer exponencialmente en los próximos años. Según datos de la SEMARNAT (Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales), en México diariamente se utilizan 15 millones 400 mil latas de aluminio aproximadamente, las cuales representan un volumen de 240 toneladas. Por lo cual en un año se utilizan 10 billones de latas las cuales tienen un peso 80 mil 640 toneladas. México es un país en donde la recolección y el reciclaje de aluminio se no realiza de manera eficiente, en comparación con otros países.(SEMARNAT, 2015) La baja inversión para el desarrollo tecnológico en materia de reciclaje, provoca que más del 50% del aluminio recolectado sea exportado a los Estados Unidos, de donde se importan productos terminados de aluminio. El uso de material reciclado en la industria del aluminio produce un ahorro significativo hasta del 95% en cuanto a costos de energía, lo cual produce materiales económicamente competitivos. (Arteaga, 2014)

México no es un país productor de aluminio, en comparación con China y los Estados Unidos, a pesar de esto, el reciclaje de este metal ha permitido que la industria comience a desarrollarse, y busque dar el siguiente paso que le permita a las empresas obtener grandes beneficios de diversos productos terminados, como en la industria automotriz, aeroespacial, entre otras. (A. Sánchez, 2014)

Por otro lado, el costo de la α -alúmina en el mercado se eleva considerablemente, esto debido a que su síntesis representa un alto costo energético por el empleo de altas temperaturas, procedimientos complejos y el uso de diversos reactivos químicos que generan una gran contaminación ambiental.

PREGUNTA DE INVESTIGACIÓN

Pregunta central

¿Es posible obtener polvos de α -alúmina con una alta pureza, a partir de la síntesis de una especie precursora obtenida mediante chatarra de aluminio proveniente de residuos urbanos y la implementación de técnicas electroquímicas?

Preguntas específicas

- ¿Es posible establecer las condiciones correctas para obtener aluminio en solución a partir de residuos urbanos?
- ¿Es posible desarrollar un método para la obtención de un precursor de α -alúmina a partir de la solución preparada de aluminio y mediante la implementación de técnicas electroquímicas?
- ¿Es posible la obtención de α -alúmina de alta pureza con el precursor preparado?

JUSTIFICACIÓN

El aluminio utilizado para el envase de alimentos, es un material idóneo para ser reciclado, debido a que su uso es relativamente corto, ya que cuando el alimento que se encuentra en el interior del envase se consume, el envase de aluminio es desechado inmediatamente, por lo cual se generan diariamente cientos de toneladas de aluminio en México. (M. Sánchez, 2013) El uso de residuos urbanos como materia prima para la obtención de α -alúmina, es más económico que la extracción de minerales. Debido que el aluminio desechado requiere solamente el 5% de la energía que se consumiría para producir aluminio primario.(Tierra, 2015)

La α -alúmina es considerada como un material cerámico avanzado, debido a su amplio campo de aplicación tanto industrial como tecnológica. Este material tiene diversas características, tales como: alta dureza, resistencia al desgaste, estabilidad termodinámica, alta cristalinidad, altos volúmenes de micro y macro poros en su preparación, entre otras.(Rodríguez Páes, 2000)

Las principales aplicaciones de la α -alúmina son: empaquetamiento electrónico, cerámicas traslúcidas, sensores, aislantes térmicos, entre otros.

Se han reportado diversos trabajos para la obtención y síntesis de α -alúmina, en los cuales se han encontrado diversas desventajas, tales como:

- Uso de altas temperaturas (superiores de los 1200°C).
- Empleo de diversos reactivos químicos.
- Procedimientos complejos.

Debido a la problemática mencionada anteriormente, con el desarrollo de este trabajo se busca implementar un procedimiento, el cual tenga como objetivo simplificar la obtención de α -alúmina, que sea relativamente económico; para poder así generar beneficios a la sociedad, a la comunidad universitaria, al país y al medio ambiente.

Otra alternativa para preparar polvos metálicos es trabajar con técnicas galvanostáticas, en donde se controla de manera externa una corriente, aplicando altas corrientes en las cuales obtienen partículas grandes y menos dendríticas, que las obtenidas potencioestáticamente. De igual manera es posible obtener depósitos metálicos pulverulentos de morfologías y tamaño de partículas controlados por la aplicación de sobre potenciales pulsantes y por inmersión o pulsación de corriente. (García-Mayorga et al., 2016)

En el año 2012 Vega aplicó corriente alterna (CA) a para obtener partículas pequeñas de polvos metálicos a bajas frecuencias debido que a altas frecuencias se observan formas y tamaños similares a los obtenidos en depósito galvanostático. Este efecto lo atribuyó a la influencia de la doble capa electroquímica sobre la corriente de Faraday. Así mismo, al aplicar grandes corrientes anódicas las partículas obtenidas son de menor tamaño, lo cual se atribuye a un efecto de quemado de la base de la dendrita debido a alta corriente y su desprendimiento del electrodo.

Los estudios para la síntesis de α -alúmina mediante técnicas electroquímicas son limitados, en el año 2016 García-Mayorga realizó un estudio en el cual obtuvo α -

alúmina a partir de técnicas electroquímicas, el cual da un amplio panorama para desarrollar y perfeccionar un método para su síntesis, mediante la implementación diversas técnicas electroquímicas tales como corriente alterna y corriente directa, utilizando una solución básica de aluminio obtenida a partir de residuos urbanos.

OBJETIVOS

Objetivo general

Sintetizar un precursor de α -alúmina, a partir de técnicas electroquímicas y una solución de aluminio, preparada de residuos urbanos (latas de aluminio), con la finalidad de obtener α -alúmina de alta pureza.

Objetivos específicos

1. Preparar la solución ácida de aluminio obtenida a partir de los residuos urbanos (chatarra de aluminio) y caracterizarla químicamente.
2. Determinar las condiciones adecuadas del proceso de electrólisis para obtener un precursor de α -Al₂O₃, mediante técnicas electroquímicas tales como voltamperometría cíclica y cronoamperometría.
3. Realizar la calcinación de los depósitos obtenidos a diferentes temperaturas para la obtención de α -alúmina.
4. Caracterizar los depósitos obtenidos sobre los electrodos para determinar las fases presentes utilizando la técnica de difracción de rayos X (DRX).

DEFINICIÓN TEMPORAL Y ESPACIAL

El presente trabajo, se llevó a cabo en la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, que, para obtener el título de Licenciatura en Ingeniería en Ciencia de Materiales, la cual forma parte del Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales, perteneciente al Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería.

Para el desarrollo del presente estudio se trabajó en conjunto con los profesores investigadores del cuerpo académico de metalurgia, obteniendo como resultado una tesis de licenciatura para obtener el título de Ingeniero en Ciencia de Materiales.

La duración de este trabajo fue de un año y 8 meses, a partir de marzo del 2017 y concluyendo en el mes de noviembre del 2018.

Este trabajo se desarrolló en el laboratorio de Procesos Electroquímicos, ubicado en el Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales, debido a que en dicho laboratorio se cuenta con los recursos y equipos necesarios para llevar a cabo la experimentación necesaria.

CAPÍTULO I: MARCO TEÓRICO

1.1 Importancia del aluminio

El aluminio se ha convertido en un material muy versátil, ya que, al ser aleado con otros metales, aumentan sus propiedades como maleabilidad, ligereza, resistencia a la corrosión entre otras; las cuales permiten que este material sea utilizado en un sinnúmero de aplicaciones en la vida diaria. Con un ciclo de vida sostenible de principio a fin, se puede afirmar que el aluminio es prácticamente 100% reciclable. Su tasa de recuperación en la industria de la construcción es de un 90%, y su reciclado ahorra el 95% de la energía usada en su producción inicial. (Silva, 2016)

1.1.2 Producción de aluminio en México

Después del acero, el aluminio es el segundo metal que más se utiliza en el mundo. Este metal representa un insumo esencial en diversas industrias, tales como la automotriz, construcción, alimentos, envases, entre otros. En 2014, la producción mundial de aluminio creció 3.8 por ciento. (Bancomext, 2018)

Según datos del INEGI (Instituto Nacional de Estadística y Geografía), una parte muy importante de la fabricación de envases metálicos se refiere a los botes y envases de aluminio que se utilizan para refrescos y cervezas, al representar prácticamente la mitad de toda la fabricación.

En México se separan y recolectan grandes cantidades de las latas de aluminio; sin embargo, no se cuenta con la capacidad instalada necesaria para transformar la totalidad del metal recolectado. De ahí la importancia de incrementar el número de plantas recicladoras e impulsar la innovación tecnológica de esta actividad. (INEGI, 2009)

1.2 Propiedades del aluminio

Las propiedades que presenta el aluminio, hacen de este material uno de los más versátiles, y económicos que se pueden encontrar hoy en día, el cual se utiliza para la fabricación de un amplio número de aplicaciones, entre las cuales se encuentra desde papel aluminio para uso doméstico, hasta aplicaciones automotrices, las cuales requieren ciertas especificaciones.(Maffia, 2012)

Después de los aceros, el aluminio y sus aleaciones son los materiales más importantes en usos estructurales, con una densidad de 2.7g/cm^3 , un tercio de la densidad del acero, (7.827g/cm^3), por lo cual un metro cúbico de aluminio tiene una densidad de 2700 kg/m^3 , comparado con un metro cúbico de acero 7750 kg/m^3 , el peso del aluminio es 3 veces inferior al del acero, pero cabe mencionar que algunas aleaciones de aluminio tienen propiedades mecánicas, económicas y de reciclabilidad, hacen de este material muy atractivo para diversas aplicaciones que requieren resistencia mecánica bajo costo y peso, como aviones, vehículos terrestres y náuticos.(Guillén, 2006)

Una de las propiedades del aluminio es que es resistente a la corrosión, que causa en los aceros una degradación progresiva. La superficie expuesta del aluminio se combina con el oxígeno del aire para formar una película de óxido de aluminio (inerte), de sólo unas diez millonésimas de pulgada de espesor, que bloquea la oxidación adicional. A diferencia del óxido de hierro, la película de óxido de aluminio no se desprende con lo cual no se expone ninguna parte de su superficie a la oxidación posterior. Si la capa protectora de aluminio se raya o se rompe mecánicamente, se sella y forma nuevamente al instante.

El aluminio es un metal ligero, dúctil y maleable, el cual al ser aleado con diversos metales puede aumentar su resistencia, alcanzando hasta 600 MPa a tracción. Es fácil de trabajar por lo cual se pueden fabricar delgadas láminas de aluminio, las cuales suelen tener hasta $0,004\text{ mm}$ de espesor. Este material es un excelente conductor del calor y de la electricidad, puede ser soldado mediante sistemas TIG / MIG, es altamente reflectante a las ondas electromagnéticas (gracias a lo cual se

utiliza como aislante en construcción y en envolventes de canalizaciones) y puede ser pulido, obteniendo el llamado “brillo espejo”.

El aluminio es no ferromagnético, una propiedad de importancia en la industria eléctrica y la electrónica. Es no-pirofórico, lo cual es importante en aplicaciones que impliquen la manipulación de materiales inflamables o explosivos. En su acabado natural, presenta un aspecto atractivo, que puede ser suave y brillante. Puede tomar prácticamente cualquier color o textura.

El aluminio es un metal no esencial para los seres humanos y su neurotoxicidad ha sido demostrada, encontrándose evidencias de su relación con varias enfermedades, entre ellas la enfermedad de Alzheimer. En el ser humano la principal exposición no ocupacional al aluminio proviene de los alimentos, aditivos, utensilios de cocina y empaques, el agua y ciertos medicamentos y cosméticos. Las tendencias actuales para el tratamiento del agua apuntan a la sustitución de las sales inorgánicas, particularmente las de aluminio, por agentes floculantes orgánicos que sean menos tóxicos a la salud y al ambiente. Se requiere una atención especial en la industria para minimizar los efectos de la exposición ocupacional al aluminio. La introducción de la nanotecnología en la industria, demanda profundizar las investigaciones para evaluar los riesgos ambientales y de salud ocupacional. (Hidalgo, 2012)

1.3 Aplicaciones del aluminio

El aluminio se utiliza rara vez 100 % puro, por lo general se fabrican aleaciones de aluminio, buscando mejorar sus propiedades mecánicas. El aluminio puro se emplea principalmente en la fabricación de espejos, tanto para uso doméstico como para telescopios reflectores. Entre las aplicaciones más relevantes del aluminio se encuentran: (Castillo, 2007)

- Bienes de uso doméstico; utensilios de cocina, herramientas, etc.
- Transporte, como material estructural en aviones, automóviles, tanques.
- Embalaje; Papel de aluminio, latas, tetrabriks, etc.
- Estructuras portantes de aluminio en edificios.
- Carpintería metálica; Puertas, ventanas, cierres, armarios, etc.

En la figura 1 se observa la distribución de las aplicaciones de aluminio a nivel mundial, de esta manera podemos observar que la fabricación de envases representa un 17% a nivel mundial, por lo cual el reciclaje del aluminio es un tema importante a la hora de reciclar.

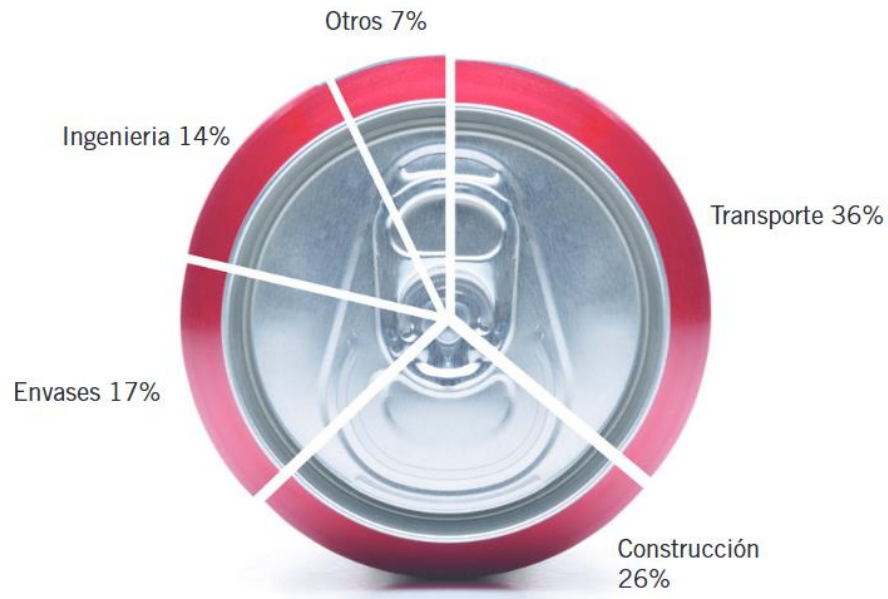


Figura 1 Aplicaciones del aluminio a nivel mundial

1.4 Ciclo de vida del aluminio

El ciclo de vida del aluminio consiste en una serie de etapas, las cuales se observan en la figura 2.

Extracción

El ciclo de vida del aluminio empieza por la extracción de bauxita, que es un mineral que contiene óxidos de aluminio. La bauxita es, por tanto, la materia prima de este metal, el cual es el tercer elemento químico más abundante de la corteza terrestre.

Procesamiento

Una vez se obtiene la alúmina a partir de la bauxita, se convierte en aluminio a través de un proceso llamado electrólisis. Así, se obtiene un aluminio puro en estado líquido.

Transformación

Cuando el aluminio se encuentra ya solidificado, pasa por un proceso de transformación para adaptarlo a las distintas aplicaciones para las que se va a utilizar. Existen varios procesos. Así, por ejemplo, si se lamina el aluminio, se obtiene material para fabricar latas; pero también se pueden fabricar cables, o incluso fundirlo y forjarlo para construir vehículos.



Figura 2 Ciclo de vida del aluminio

Aluminio primario

El aluminio primario es aquel que proviene de la extracción y procesamiento de la bauxita. El aluminio metálico se obtiene por reducción electrolítica de la alúmina pura en un baño de criolita fundida. El hidrato de alúmina se precipita del filtrado por adición de gas carbónico y, después de filtrar y lavar, el hidrato se calcina para convertirlo en alúmina.

Aluminio secundario

Dentro de la producción secundaria de aluminio hay que destacar dos procesos diferenciados claramente por el tipo de horno empleado (rotativos y otros). La diferencia entre ambos radica en el empleo o no de sales fundentes para la fusión de las chatarras. Mediante el empleo de sales se obtiene un mayor grado de recuperación del aluminio, ya que éstas disminuyen el grado de oxidación del metal durante la fusión (las sales forman una capa fundida sobre el aluminio y ayudan a prevenir la oxidación), con el consecuente aumento de la producción de escorias salinas, principal problema medio ambiental.

1.5 Reciclaje de aluminio

Después de cumplir con su vida útil, la demanda creciente de aluminio ha generado una explotación mayor de bauxita, la cual tiene un costo de obtención elevado en comparación del reciclaje de aluminio, por lo cual el reciclaje se ha considerado como una fuente alternativa de obtención de aluminio. Debido a esto el aluminio se ha clasificado según su fuente de obtención en primario y secundario. (Tierra, 2015) El reciclaje de aluminio es una práctica que se realiza desde hace aproximadamente 38 años y se ha fortalecido con el paso de los años gracias a la capacidad del material de conservar sus propiedades físicas y químicas originales, sin importar el número de veces que sea recuperado.

Esta fuente de obtención de aluminio es de gran ayuda para la industria y la sociedad en general, ya que genera beneficios económicos tanto para los empresarios dedicados al reciclaje y producción de aluminio secundario, como para

el consumidor final. También se disminuye la energía consumida durante la etapa de producción al pasar de 45 kWh/kg a 2,8 kWh/kg, por lo cual el proceso de producción de aluminio secundario se vuelve más económico y disminuye la huella de carbono, debido a que al producir este material se genera un 5% del monóxido de carbono (CO) resultante de la producción de aluminio primario. Debido a estos beneficios, países como Brasil y Estados Unidos han optado por disminuir la explotación y consumo de bauxita e incrementar la tasa de reciclaje y los niveles de producción de aluminio secundario a través de la implementación de procesos de separación y clasificación de residuos para la remoción de impurezas, como plástico o metales ferrosos, y así obtener un metal de calidad semejante a la del primario.(IMER, 2015)

1.5.1 El reciclaje de aluminio en México

Al desarrollar sus actividades cotidianas la población desecha residuos sólidos de manera involuntaria, ya que es resultado del consumo de algún producto. Los residuos sólidos más comunes son: la basura de comida, jardines y materiales orgánicos, ya que se estima según fuentes del INEGI y de la SEMARNAT que anualmente estos residuos son de 243 kilogramos por persona; el cartón, papel y productos de papel 64 kilogramos por persona y otro tipo de basura (residuos finos, hules, pañal desechable, etcétera) alcanzan los 56 kilogramos por persona, en la figura 3 podemos observar que el aluminio es uno de los principales elementos que constituyen los residuos urbanos en México.

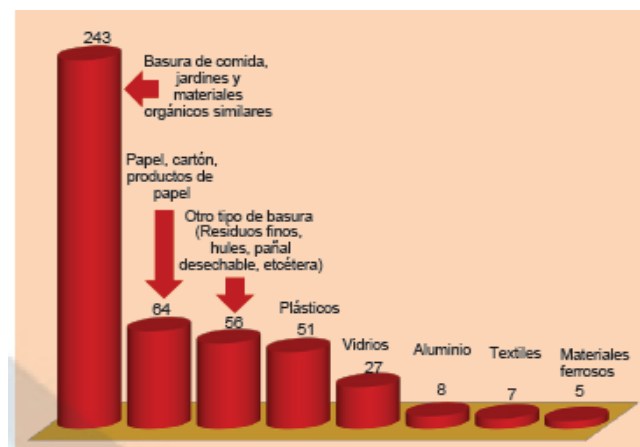


Figura 3 Residuos sólidos urbanos en México (2010)

Por su parte, los residuos de aluminio y de metales ferrosos, que son de los principales insumos en la fabricación de envases metálicos, se generan 8 y 5 kilogramos por persona anualmente, respectivamente. (INEGI, 2009)

Sin embargo, al comparar los residuos con los volúmenes de reciclado se observa aún una brecha significativa como se puede observar en la figura 4:

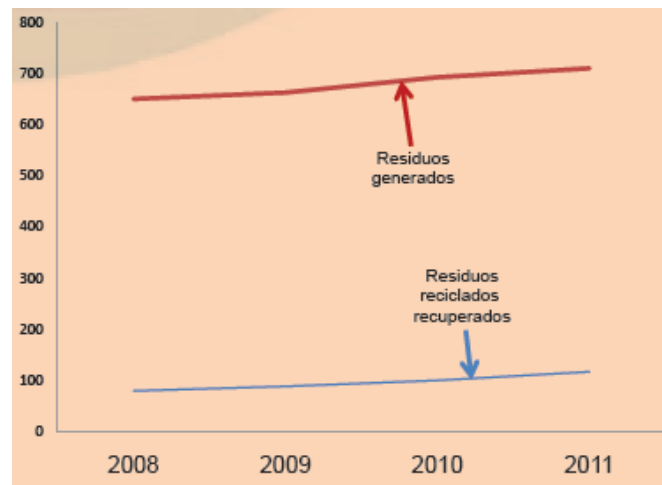


Figura 4 Residuos sólidos urbanos generados contra los reciclados recuperados, 2008-2011

Como se observa en la figura 4 los residuos reciclados de aluminio son inferiores a los residuos generados, por lo cual la demanda de aluminio tiene que cubrirse con importaciones; debido a esto el reciclaje de aluminio se considera una opción viable para reducir la huella de carbono y generar beneficios económicos en la sociedad.

1.5.2 El aluminio como desecho urbano

Consumir algún producto y desecharlo es una práctica común que realizamos los seres humanos hoy en día, debido a esto se generan diariamente cientos de toneladas de aluminio en México. (SEMARNAT, 2016) Al reciclar aluminio se puede recuperar el 100% del producto, sin disminuir su calidad, el reciclaje de aluminio tiene ciertas ventajas tales como:

- La materia prima para su producción se reduce de manera considerable, para producir 1 tonelada de aluminio se requieren 4 toneladas de bauxita.

- Los costos económicos se reducen, debido al reciclaje del aluminio, no es necesario considerar gastos del procesamiento de la bauxita.
- La energía necesaria para el reciclaje del aluminio es solamente de un 5% de la energía que se necesita para la producción de aluminio a partir de la bauxita.

La composición química presente en las latas de aluminio es relativamente uniforme, una lata de una gaseosa comercial está fabricada a partir de una aleación de aluminio denominada “grupo 3004” en donde el manganeso es el principal elemento maleante, esta aleación tiene propiedades mecánicas medias. En el desarrollo del presente trabajo solo se trabaja con el recipiente, por lo cual no se utilizan las tapas y el anillo de apertura, las cuales están fabricadas con aleaciones de aluminio 5280 y 5154, estas aleaciones tienen diferentes elementos aleantes y por lo consiguiente buenas propiedades mecánicas. (Millán Delgado, 2016)

1.6 Óxido de aluminio

El óxido de aluminio (Al_2O_3), comúnmente conocido como alúmina, es utilizado como una cerámica de ingeniería. Debido a sus propiedades la alúmina es uno de los óxidos cerámicos con una gran versatilidad de aplicaciones, las cuales van desde la industria alimentaria, hasta aplicaciones en exploración espacial.

Las propiedades mencionadas anteriormente hacen del óxido de aluminio (Al_2O_3) o alúmina un material atractivo para aplicaciones de ingeniería, ya que las aplicaciones convencionales que se le dan a este óxido es como material refractario el cual se puede utilizar en hornos y/o calderas. (Gosález Pastor & López, 2010)

De manera natural podemos encontrarlo como corindón y esmeril (Al_2O_3); el corindón es teóricamente alúmina pura cristalizada con un contenido de 52.09% de Al y 47.01% de Oxígeno (O_2). El esmeril no es un mineral puro, debido a que presenta ciertas impurezas tales como, óxidos de hierro (FeO), oligisto (Fe_2O_3) y magnetita (Fe_3O_4), la cantidad de corindón no suele exceder del 50%. (Castañeda, 2002)

El corindón es el único óxido de aluminio termodinámicamente estable, este óxido esta comúnmente asociado con rocas ígneas y metamórficas, es el principal componente del esmeril abrasivo, el color rojo y azul que se presentan en los cristales de corindón son respectivamente rubí y zafiro; el color del rubí es debido a la presencia de cromo y el zafiro azul es debido a la presencia de hierro y titanio.(Maffia, 2012)

1.6.1 Grados de alúmina

La alúmina se clasifica en dos grupos principales, el primero con alto contenido de alúmina con al menos 99% de Al_2O_3 . En las tablas 1 y 2 se observan distintos tipos de alúmina, sus características y aplicaciones; el segundo grupo con un contenido de alúmina entre 80% y 99% de Al_2O_3 . Estos grupos principales se pueden dividir en subclases según el tipo, la pureza y el proceso de obtención y purificación del mineral.(Auerkari, 1996)

Tabla 1 Alúmina de alta ingeniería

Grado	Porcentaje	Tipo	Porosidad %	Densidad g/cm ³	Aplicaciones
A1	99.6	Estructural	0.2 - 3	3.75 - 3.95	Dispositivos electrónicos
A2	99.8	Translucida	< 1	3.97 - 3.99	Lámparas de alta presión
A3	99.5	Prensado en caliente	< 1	3.90 - 3.99	Herramientas
A4	99.6	Sinterizado	3 - 6	3.75 - 3.85	Refractarios
A5	99.0	Baja pérdida dieléctrica	1 - 5	3.76 - 3.94	Refractarios

Nota: Recuperado de Mechanical and physical properties of engineering alumina ceramics, Auerkari, Pertti. 1996.

Tabla 2 Alúmina de ingeniería

Grado	Porcentaje	Tipo	Porosidad %	Densidad g/mm ³	Aplicaciones
A6	96.5-99.0	Eléctrica e ingeniería	1 - 5	3.71 - 3.92	Mecánicas y eléctricas
A7	94.5-96.5	Eléctrica e ingeniería	2 - 5	3.60 - 3.90	Aislantes, piezas de desgaste
A8	86.0-94.5	Eléctrica e ingeniería	2 - 5	3.40 - 3.90	Aislantes, refractarios
A9	80.0-86.0	Eléctrica e ingeniería	3 - 6	3.30 - 3.60	Aislantes, piezas de desgaste,

Nota: Recuperado de Mechanical and physical properties of engineering alumina ceramics, Auerkari, Pertti. 1996.

La diferencia entre los grados se debe principalmente a la cantidad de impurezas y algunos agentes deliberadamente aleantes, como los adyuvantes de sinterización. La aleación con otros óxidos no perjudica necesariamente las propiedades mecánicas; pero las mejores propiedades se observan en la alúmina de alta pureza. El primer grupo de la Tabla 1 generalmente se caracteriza por una alta densidad (> 3.75 g / cm³), altas temperaturas de sinterización (1500 – 1900°C) y un rendimiento mecánico relativamente bueno. Las alúminas de menor grado de la tabla 2 son más baratas de producir y, por lo tanto, atractivas para fines en los que las propiedades son suficientes.

1.6.2 Corindón

El corindón es teóricamente alúmina (Al₂O₃), la cual contiene un 52.9% de aluminio y un 47,1% de oxígeno.

1.6.3 Mineralogía

El esmeril o corindón tiene diversas impurezas tales como óxidos de hierro, oligisto, magnetita, espinela, cuarzo, etc. La cantidad de corindón no suele exceder del 50% y comúnmente es más baja. El porcentaje de alúmina en el esmeril comercial puede variar entre un 40% y un 78%. (IGEME, 1976)



Figura 5 Esmeril o corindón

Desde el punto de vista mineralógico el esmeril está compuesto por tres variedades.

- **Esmeril verdadero:**
Compuesto por una mezcla de corindón y magnetita, que suele contener entre un 60-70% de Al_2O_3
- **Esmeril espinela:**
Es una mezcla de espinela (ceilanita-hercinita), corindón y magnetita, el corindón está presente en proporciones variables.
- **Esmeril feldespático:**
Es una mezcla similar al esmeril espinela, pero con un contenido de 30-50% en feldespato plagioclasas en lugar de espinela.

1.6.4 Propiedades ópticas y cristalográficas del corindón

La estructura central del corindón fue investigada Pauling y Hendricks (1925) siguiendo el Trabajo de Emlier de Bragg. De igual manera han sido publicados trabajos más recientes por Newnham y DeHaan en el año de 1962 y posteriormente se realizaron trabajos por Cox et al, en 1979 (Wefers & Misra, 1987)

El óxido de aluminio puede presentar varias estructuras cristalinas, de igual manera encontramos diferencias en el grado de hidratación e impurezas, siendo las de mayor uso cerámico la α -alúmina, la γ -alúmina y el hidróxido de aluminio γ -Al(OH)₃.

El corindón cristaliza en el sistema hexagonal, como se puede ver en la figura 6, formando cristales hexagonales prismáticos, tabulares, bipirámides o toneliformes (con forma de tonel). Los cristales son de tamaño considerable, incluido o suelto. En el corindón se puede encontrar de manera frecuente la existencia simultánea de pirámides agudas de segundo orden, lo que origina cristales con estriación fuerte horizontal.



Figura 6 Cristales de corindón

Los cristales presentes en la estructura del corindón, por lo general tienen caras desiguales y ásperas, con una dirección cristalográfica (1,0,1), frecuentemente en laminillas polisintéticas que producen estriación característica, que se pueden observar en la figura 7.

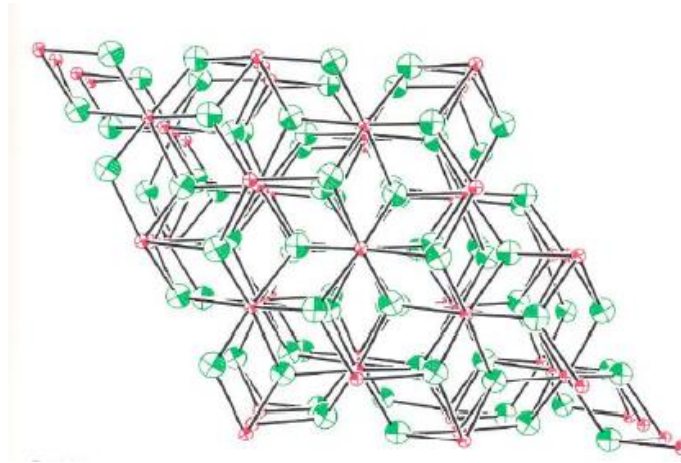


Figura 7 Estructura cristalina del corindón

La estructura del corindón forma cristales hexagonales prismáticos, por ello su tenacidad, es decir, la energía que absorbe un material antes de alcanzar la rotura, por acumulación de dislocaciones, es baja y apenas tiene exfoliación, es decir, apenas se rompe a lo largo de planos. Su estructura consiste en un empaquetamiento hexagonal compacto distorsionado, en el que el aluminio ocupa 2/3 de los huecos octaédricos. Se comparten vértices, aristas y caras de los octaedros.

Los cristales muy puros de corindón se consideran piedras preciosas, distinguiéndose entre ellas, el rubí (rojo), zafiro (azul); esmeralda oriental (verde) y el topacio (amarillo). (Paniagua Serrano, 2007)

1.6.5 Polimorfismo del óxido de aluminio

El óxido de aluminio se obtiene mediante la deshidratación térmica del tri-hidróxido de aluminio ($\text{Al}(\text{OH})_3$) u oxi-hidróxidos de aluminio $\text{AlO}(\text{OH})$, en un intervalo de temperatura de los 400 a 1200 °C. Durante el proceso de deshidratación se forman alúminas de transición, las cuales se conocen como: alfa (α), teta (θ), kappa (κ), eta (η), gamma (γ), delta (δ), chi (χ) estas transformaciones se observan en la figura 8.

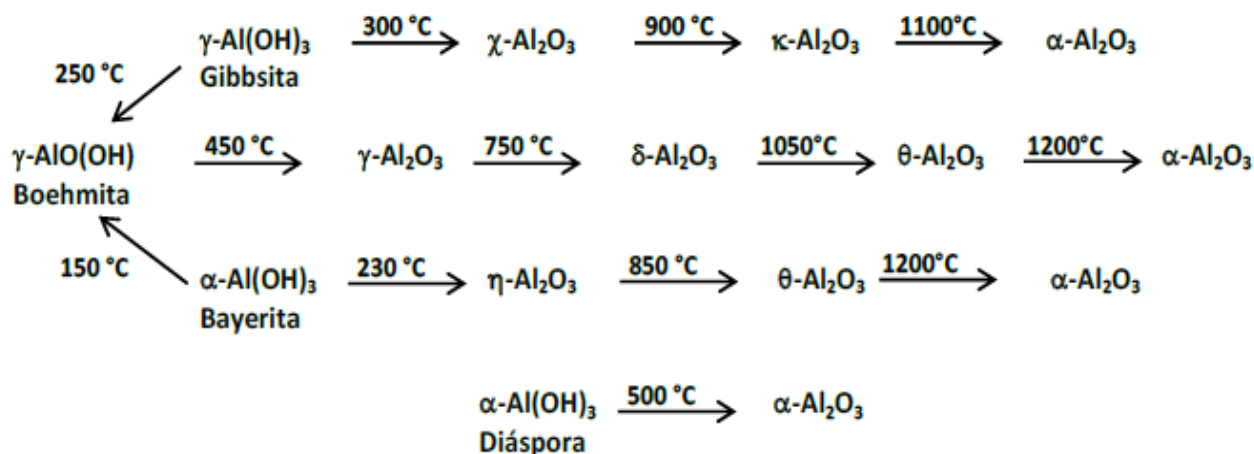


Figura 8 Fases cristalinas de la alúmina

1.6.6 Hidróxidos y oxihidróxidos de aluminio

El Aluminio es capaz de formar diversos tipos de compuestos en presencia de hidrógeno y oxígeno. Algunos de ellos son cristalinos, mientras que otros son amorfos. Los trihidróxidos más comunes son la gibbsita, bayerita y nordstradita, mientras que las formas más comunes de oxihidróxido son la bohemita y la diáspora. El hidróxido de aluminio tiene una amplia gama de usos, tales como retardantes de llama en plásticos y caucho, cargas y extendedores de papel, relleno de pasta de dientes, antiácidos, recubrimiento de Titania y como materia prima para la fabricación de productos químicos de aluminio. (Ginting & Bukit, 2015)

1.6.6.1 Gibbsita

La gibbsita (hidróxido de aluminio), se considera como el producto final y consecuencia de la desbasificación y desilicación por meteorización de aluminosilicatos como plagioclasas y piroxenos, y la acumulación de hidróxidos de aluminio. (Alvarado, Mata, & Chinchilla, 2014)

Este material fue descubierto en Massachusetts, EE.UU. inicialmente fue descrita por Dewey en 1820 bajo el nombre de *wavellite*. , en el año de 1822 John Torrey le

asignó su actual nombre en honor al geólogo y mineralogista estadounidense George Gibbs. El elemento estructural básico está formado con capas dobles de iones OH con iones de aluminio, los cuales ocupan dos terceras partes de los intersticios octaédricos dentro de sus capas.

Los hidroxilos de capas adyacentes están situados directamente en oposición uno del otro en un empaquetamiento cúbico. Así, la secuencia de iones OH en la dirección perpendicular a los planos es A-A-B-B como se observa en la figura 9. Esta superposición de capas y del arreglo hexagonal de iones de aluminio conduce a canales a través de la red paralela al eje *c*. El hidrógeno unifica grupos OH de capas dobles adyacentes. (Shirai, Watanabe, Fuji, & Takahashi, 2009)

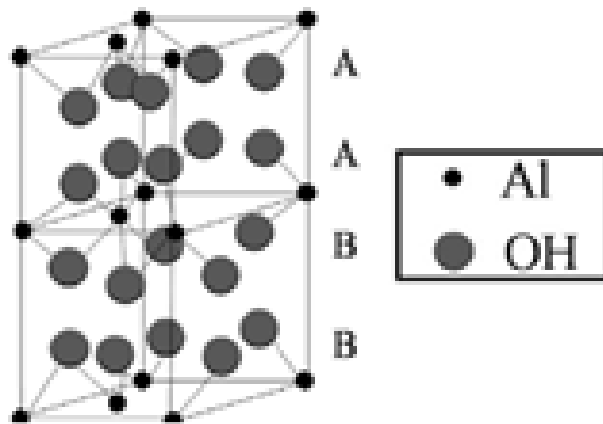


Figura 9 Estructura cristalina de la Gibbsita

1.6.6.2 Bayerita

La bayerita rara vez se encuentra en la naturaleza y se produce comercialmente para catalizadores u otras aplicaciones donde se requiere un óxido de alta calidad para ciertas aplicaciones de ingeniería. En el laboratorio se puede preparar trihidróxidos de aluminio por tratamiento de aluminio con una solución de cloruro con hidróxido de amonio frío, seguido de envejecimiento a temperatura ambiente. La bayerita se obtiene hidrolizando alcoholatos de aluminio a temperaturas inferiores a 40 ° C.

La estructura de la bayerita es similar a de la gibbsita, la cual se construye por capas básicas de Al-OH octaedros. Las capas son arreglos en una secuencia A-B-A-B-A-B, como se puede observar en la figura 10.

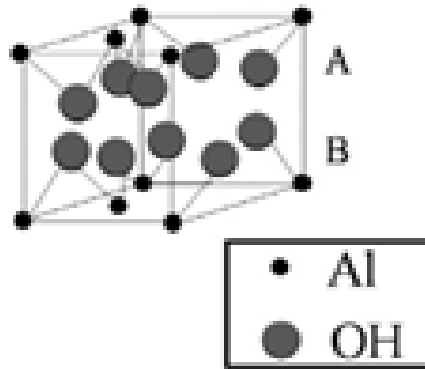


Figura 10 Estructura cristalina de la bayerita

1.6.6.3 Norstrandita

La nordstrandita es una de las formas minerales del hidróxido de aluminio, $\text{Al}(\text{OH})_3$. Recibe su nombre en honor a Robert A. Van Nordstrand, quien sintetizó este compuesto en 1956; dicho compuesto fue posteriormente llamado nordstrandita, denominación que pasó luego al mineral cuando este fue descubierto en la naturaleza en 1962. Cristaliza en el sistema triclinico. Su contenido en aluminio, expresado como Al_2O_3 , es del 64 - 66%, siendo sus impurezas más habituales hierro y silicio. Es polimorfo de la gibbsita, bayerita y doyleíta: la gibbsita y la bayerita cristalizan en el sistema monoclinico, mientras que la doyleíta, al igual que la nordstrandita, lo hace en el triclinico.

La nordstrandita suele presentarse como gruesos cristales tabulares, rómbicos o en bloques, de hasta 2 mm. Hay dos tipos de arreglos para el Al-OH, los cuales están formados por una capa de octaedros, como se muestra en la figura 11.

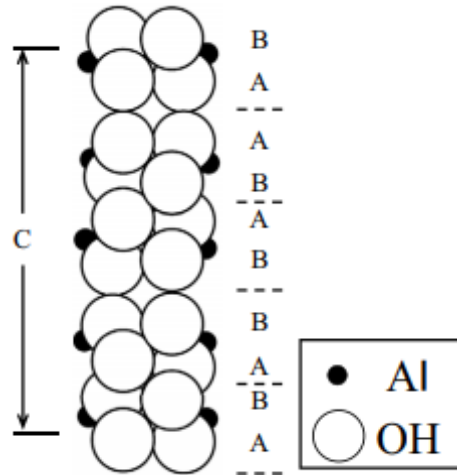


Figura 11 Estructura cristalina de la Norstandita

1.6.6.4 Bohemita

La estructura de la bohemita consiste en capas dobles en las que iones de oxígeno están en empaquetamiento cúbico. Estas capas están compuestas de cadenas formadas por moléculas dobles de AlOOH . Las capas dobles están unidas por enlaces de hidrógeno entre iones hidroxilo. La distancia aproximada O-O de los enlaces hidrógeno es de 0.27 nm, si el exceso de agua es muy alto (contenidos comúnmente $> 15\%$ en peso de exceso de agua) las distancias a, b, c en direcciones tridimensionales cristalográficas se hacen más largas y producen pseudo-bohemita. Los patrones de difracción de pseudo-bohemita son similares a los de la bohemita con un pico ancho.

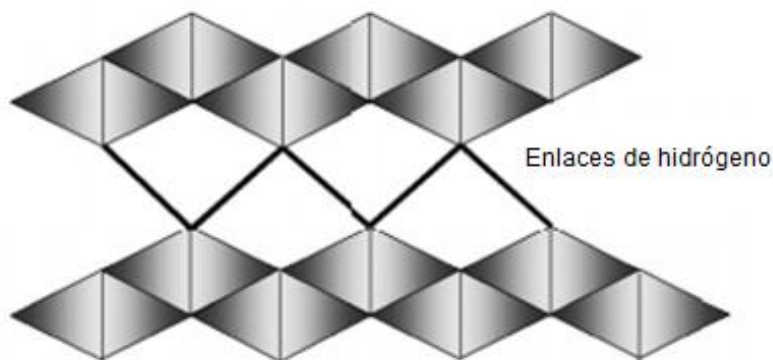


Figura 12 Estructura cristalina de la bohemita

1.6.6.5 Diáspora

Descubierto en 1801 en el Ural de Rusia, su nombre viene del griego "diáspora" que significa "dispersar", porque cuando se lo calienta con un soplete, explota y se dispersa en pequeñas partículas. La diáspora, como la bohemita es ortorrómbica. Su estructura está compuesta de dobles cadenas de AlOOH que están arregladas en una configuración aproximadamente hexagonal compacta. Este mineral tiene una densidad más alta (3.44 g/cm^3) y una mayor dureza (dureza de Mohs 6.5-7) que la bohemita. La diáspora es difícil de sintetizar, puede ser preparada hidrotermalmente a partir de la gibbsita o la bohemita, pero requiere condiciones de más altas temperaturas y presión en comparación con la bohemita.

1.7 Técnicas electroquímicas

La electroquímica es una rama de la química que estudia la transformación entre la energía eléctrica y la energía química. Los procesos electroquímicos son reacciones oxido-reducción en donde la energía liberada por una reacción espontánea se transforma en electricidad, o la electricidad se utiliza para inducir una reacción química no espontánea, por lo cual a este proceso se le conoce como electrólisis. En cambio, la diferencia de potencial eléctrico es creada como consecuencia de la reacción química, se conoce como un "acumulador de energía eléctrica", también llamado batería o celda galvánica. (Chang, 2002)

El término electroquímica es muy amplio, ya que abarca fenómenos físicos y químicos; pero todo proceso químico implica una reorganización de partículas cargadas, núcleos atómicos y electrones, debido a esto los fenómenos físicos y químicos constituyen en rigor un todo único. De esta manera la noción de electroquímica como una rama de las ciencias químicas es menos amplia de lo que podría deducirse de su propia denominación. Para poder explicar el área de todos los fenómenos que estudia la electroquímica es necesario tomar en cuenta todas las diferencias que existen entre las reacciones químicas y electroquímicas. (O.A & DAMASKÍN, 1981).

La mayoría de las reacciones electroquímicas aparecen como combinación de tres fenómenos básicos, las cuales se aprecian en la figura 13.

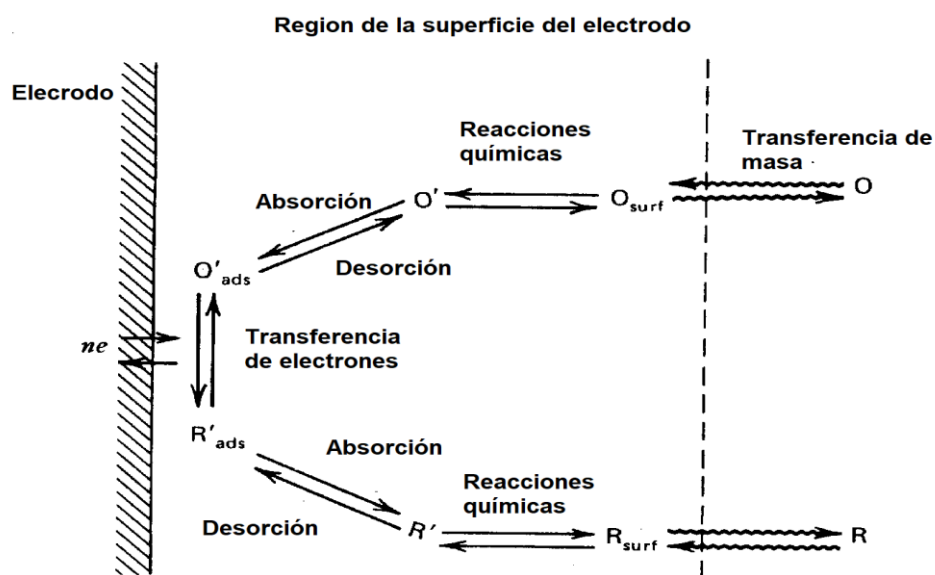


Figura 13 Etapas generales para una reacción que ocurre en el electrodo

- Transferencia electrónica entre la superficie del electrodo y los reactivos en disolución o adsorbidos.
- Reacciones químicas asociadas.
- Transporte de los reactivos a la superficie del electrodo.

Si el potencial es tal que la velocidad de transferencia de carga es muy rápida, el control cinético es por transporte de materia. Dado que las condiciones experimentales son tales que la concentración de la especie electroactiva (analito) es pequeña (de 10 a 0.1M) en el seno de la disolución, y que ésta contiene un electrolito de fondo (0.1 y 1M) será la difusión la responsable del transporte de materia (asociada a la convección en algunos casos).

Los métodos electroquímicos se dividen en dos grandes grupos: métodos electroquímicos estacionarios y transitorios.

Métodos electroquímicos estacionarios:

Se caracterizan porque el transporte de materia al electrodo es por difusión y convección forzada. De forma que, a un potencial determinado la intensidad de corriente alcanza un valor independiente del tiempo.

Métodos electroquímicos transitorios

Se caracterizan porque el transporte al electrodo se efectúa sólo por difusión. La intensidad de corriente es función del tiempo. Además, estos métodos se dividen en dos grandes grupos:

- Métodos potencioestáticos: Se aplica un potencial y se mide la corriente en función del tiempo.
- Métodos galvanostáticos: Se controla la corriente como función del tiempo y se mide el potencial en función del tiempo.

Las técnicas electroquímicas pueden dividirse de acuerdo a la manera en que realizan mediciones y la perturbación del sistema de acuerdo a la figura 14.

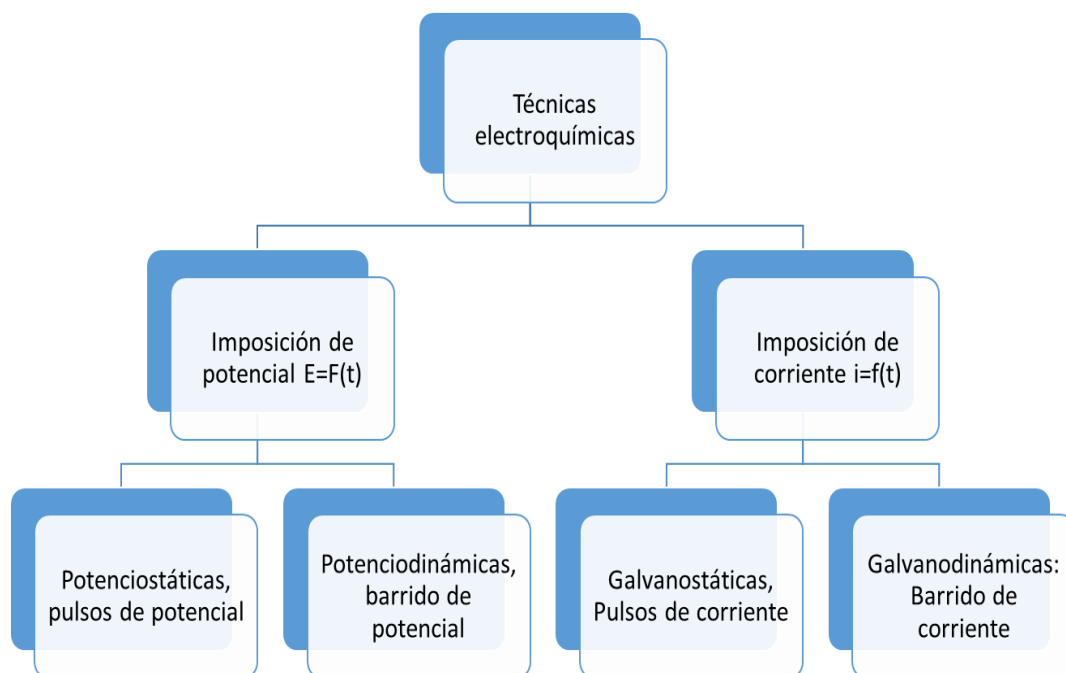


Figura 14 Clasificación de las técnicas electroquímicas

Los métodos electroquímicos forman un pilar importante en el análisis rutinario y permiten explicar fenómenos que, hasta su concepción, habían resultado indescifrables.

1.7.1. Voltamperometría cíclica

Una de las técnicas que más se emplea para estudiar mecanismos de reacción es la voltamperometría cíclica. Ya que aporta información rápida acerca del comportamiento oxido-reducción de las especies, de las reacciones químicas en que participan (mecanismos de reacción, reacciones químicas acopladas) y en la determinación de parámetros termodinámicos. Como se muestra en la figura 15, la señal es de tipo triangular, es decir, a un número n de ciclos, sobre un electrodo estacionario, estático y en régimen de difusión pura (sin agitar). En la figura 15 se observa un programa de perturbación para voltamperometría de barrido triangular a n ciclos.

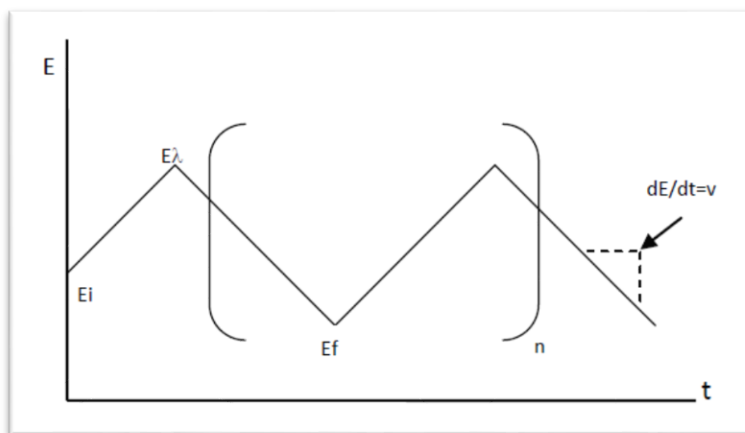


Figura 15 Programa de perturbación para voltamperometría de barrido triangular a n ciclos

El ciclo suele darse varias veces, y los potenciales en los que acontece el cambio de la dirección de barrido reciben el nombre de potenciales de inversión (E_λ). Los intervalos de potencial se escogen teniendo en cuenta los valores en los que se produce la oxidación o la reducción controladas por difusión de uno o varios analitos. La respuesta consecuente se llama voltamperograma cíclico y se obtiene al graficar la corriente leída al potencial asociado, en una curva del tiempo $E=(i)$. En la figura 16 se muestra un ejemplo de un voltamperograma en donde se señalan las magnitudes físicas de este patrón de respuesta, en el ejemplo, una electrooxidación.

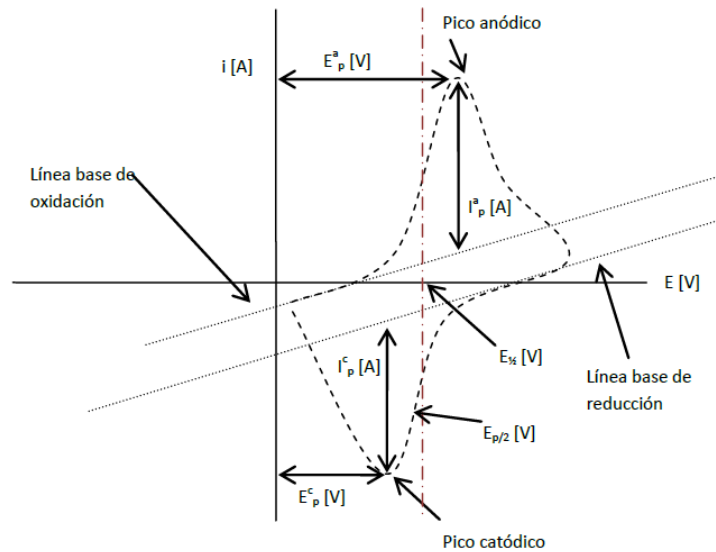


Figura 16 Magnitudes de un voltamperograma cíclico de acuerdo al convenio planteado por la IUPAC

En la figura 16 se observan los siguientes puntos.

- E_p^c = potencial de pico catódico
- E_p^a = potencial de pico anódico
- i_p^c = intensidad de corriente de pico catódico
- i_p^a = intensidad de corriente de pico anódico

Esta técnica permite electrolizar una especie e invertir el potencial para comprobar la formación de su par óxido-reducción, de esta forma es posible dilucidar mecanismos de reacción. Al variar la velocidad de barrido se puede estudiar la cinética de las reacciones o bien, detectar la aparición de especies intermedias en procesos óxido-reducción. Si se analiza una muestra con dos o más analitos presentes, su comportamiento es particular, por lo que el voltamperograma resultante no es necesariamente la suma de los voltamperogramas individuales de cada analito.

Reacciones químicas acopladas

Una reacción química acoplada es una reacción química en la que uno de los pares óxido reducción (REDOX) participa en el proceso global que acompañan a un proceso electroquímico.

En la ecuación 1 se ilustra una ecuación electroquímica reversible que parece con un equilibrio con una reacción química acoplada irreversible donde Red reacciona con L (Mecanismo electroquímico reversible – Químico irreversible, E_rC_i).



En la figura 17a se presenta el voltamperograma de un sistema irreversible, donde la intensidad de picos $i_a^p/i_c^p = 1$, independientemente de la velocidad de barrido de potencial. El voltamperograma de la figura 17b muestra el perfil de una reacción química acoplada a la reacción electroquímica anterior. Se presenta la reducción en el electrodo; sin embargo, al intervenir el barrido de potencial no se observa señal alguna asociada, esto implica que algo le sucedió al producto, en efecto, éste reacciona con alguna especie presente en el medio por lo que el par redox ya no está presente. Así, al realizar el barrido de regreso al valor de potencial de inicio, no se observa señal alguna o se presenta muy separada de la primera señal ocasionando que el cociente $i_a^p/i_c^p < 1$. Para deducir el posible mecanismo asociado, se utiliza el cociente de intensidad de corrientes de pico.

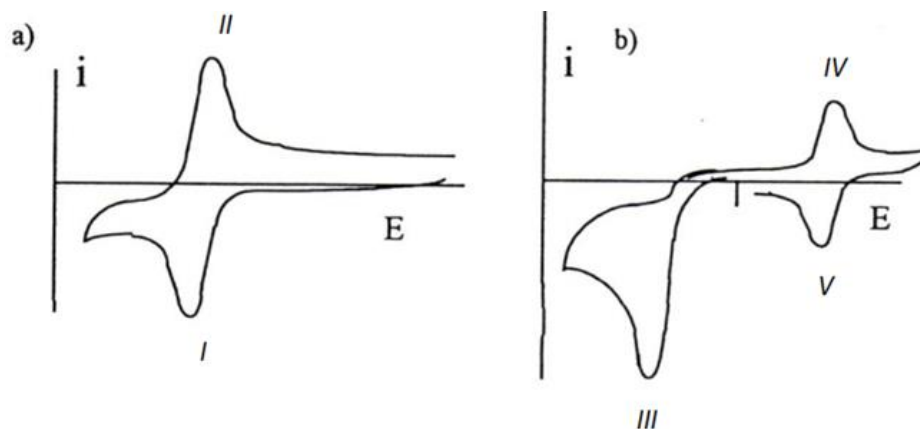


Figura 17 Voltamperograma de reducción de un compuesto Ox (a) sin reacción acoplada; (b) con reacción química acoplada.

Las reacciones que acontecen son:





En conclusión, el producto A es electroactivo y presenta una señal reversible. (Reyes Baeza & Garcia Mendoza, 2011)

1.7.2 Cronoamperometría

La cronoamperometría es una técnica potencioestática, en la cual se establece un pulso de potencial constante durante cierto tiempo y se registra el cambio de la corriente con respecto al tiempo, como se muestra en la figura 18.

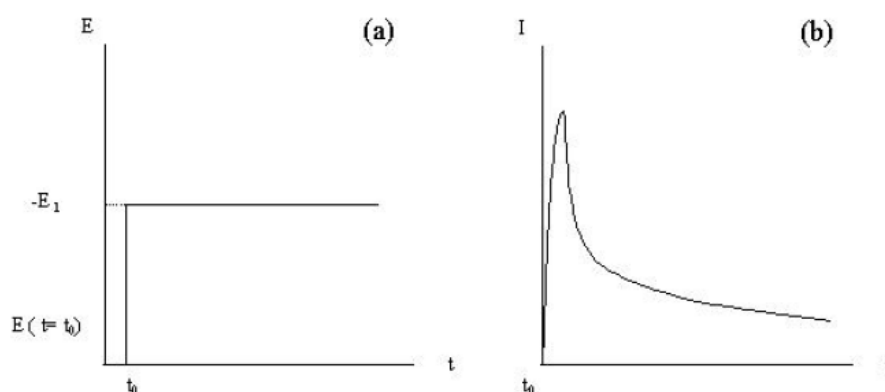
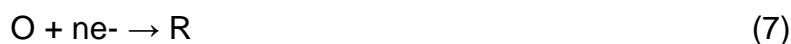


Figura 18 Ejemplo de cronoamperometría

(a) Esquema del pulso en potencial aplicado a la interfase de la solución durante un tiempo t . (b) Respuesta obtenida en el cambio de corriente con respecto al tiempo.

Considerando la reacción química:



Al establecerse un potencial constante en la interfase metal – solución, se está estableciendo la relación de concentraciones de las especies O y R en dicha interface, y el parámetro que cambia con respecto al tiempo es la forma de los perfiles de concentración de la especie O, como se observa en la figura 19, donde x es la distancia medida a partir de la interface. De esta manera, si se aplica un potencial tal que permita disminuir la concentración de O hasta un valor cercano a

cero, entonces, toda la especie O que se reduzca en la interface tendría que llegar por difusión desde el seno de la solución, con lo que se tendría un proceso limitado por transferencia de masa (corriente límite de difusión). En este punto, la imposición de pulsos de potencial más negativos no tendría efecto sobre las corrientes registradas. Por otro lado, si el potencial aplicado no es lo suficientemente negativo como para disminuir la concentración de O en la interface, hasta un valor cercano a cero, la diferencia entre las concentraciones de O en la interfase metal solución y el seno de la solución, sería menor que en el caso limitado por transferencia de masa; es decir, que llega menos O a la interfase por unidad de tiempo; por lo que al aplicar un pulso de potencial más negativo, la corriente registrada sería mayor, hasta llegar a que el proceso se encuentre limitado por transferencia de masa del potencial E1 y C_{O^b} es la concentración de O en el seno de la solución: Con esta técnica es posible determinar, entre otras aplicaciones, la naturaleza de los procesos de nucleación, así como el coeficiente de difusión de las especies electroactivas.

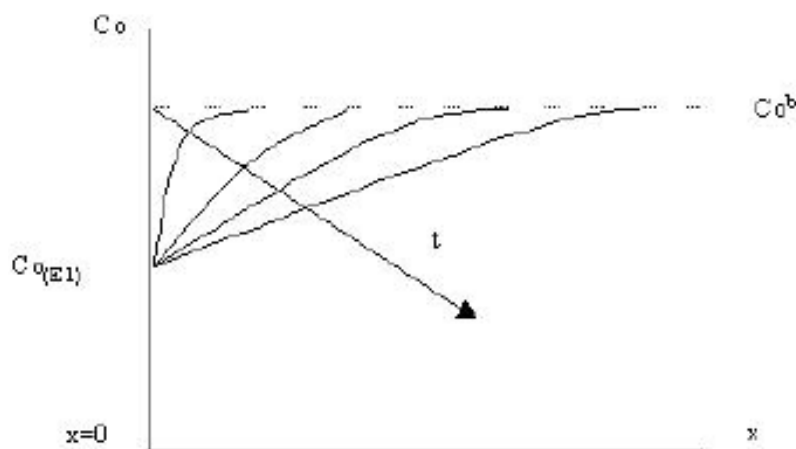


Figura 19 Esquema del cambio de los perfiles de concentración de la especie O.

Para poder determinar el coeficiente de difusión mediante esta técnica es necesario llegar al límite de corriente de difusión y esto dependerá de cómo se lleve a cabo la transferencia o transporte de masa.

1.8 Celda electroquímica

Una celda electroquímica, es un sistema heterogéneo en el cual existe una diferencia de potencial eléctrico entre dos o más fases. Se pueden utilizar distintas soluciones para caracterizar un sistema electroquímico debido a que se puede establecer una diferencia de fases entre dos electrodos metálicos (ya sea cobre, zinc, grafito, platino, óxido de rutenio, aluminio etc.) que se ionizan en un determinado medio transportando iones debido a las reacciones oxido-reducción, obteniendo de esta forma una diferencia de potencial que generará una corriente eléctrica. (Farrera G, 2001)

Las celdas electroquímicas redox en las que interviene una corriente de electrólisis se pueden clasificar como galvánicas o electrolíticas como se ilustra en la figura 20.

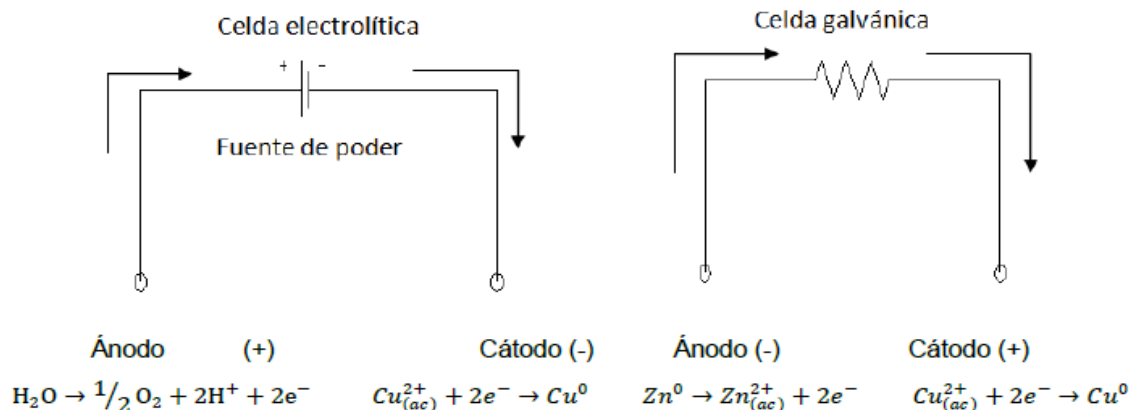


Figura 20 Diagrama esquemático de una celda electrolítica (izquierda) y una galvánica (derecha).

En ambas celdas, el electrodo en el que ocurre la reducción se llama cátodo; mientras que el electrodo en el que ocurre la oxidación se llama ánodo. Por tanto, para que se lleve a cabo la reacción electroquímica se debe provocar una perturbación de carácter eléctrico y como consecuencia se obtiene una respuesta de tipo eléctrico, de donde se obtiene información del compuesto analizado y los procesos.

Las celdas electroquímicas se pueden clasificar, en tres tipos muy generales: celdas galvánicas o voltaicas, celdas electrolíticas y celdas de combustible.

1.8.1 Celda electrolítica

En una celda electrolítica la reacción electroquímica se lleva a cabo por la imposición externa de un voltaje mayor al del potencial reversible de celda. También es posible la imposición de una corriente de electrólisis que permita la transformación electroquímica de los analitos en el medio. Este tipo de celdas se utilizan en la electrosíntesis de diversos compuestos, en el análisis de parámetros fisicoquímicos o bien, en la dilucidación de mecanismos de reacción.

1.8.2 Celda galvánica

En una celda galvánica, la reacción electroquímica acontece de manera espontánea y la energía química se transforma en energía eléctrica. Esto se debe a que uno de los analitos es un reductor (un donador redox) con un pK_r menor al que tendrá el otro analito que es un oxidante (un aceptor redox) con un pK_r mayor comparativamente, sobre una escala de pe .

Electrólisis

La electrólisis es uno de los principales métodos químicos de separación. Una de las principales ventajas de la electrólisis consiste en que no es necesario aumentar la temperatura para que la reacción tenga lugar, por lo cual se reduce el consumo de energía y se evita la generación de reacciones secundarias. La electrólisis a nivel industrial es uno de los procesos más empleados en diferentes áreas, como por ejemplo en la obtención de moléculas a partir de compuestos (cloro, hidrógeno, oxígeno), la purificación de metales (el mineral metálico se disuelve en ácido, obteniéndose por electrólisis el metal puro) o la realización de recubrimientos metálicos protectores y/o con fines decorativos como lo es el niquelado. (Rodríguez Castillo, 2008)

1.9 Componentes de una celda electroquímica

Los componentes de una celda electroquímica se observan en la figura 21. (INQU, 2012)

- Electrodo de referencia
- Electrodo de trabajo
- Electrodo auxiliar o contra electrodo
- Electrolito
- Conectores

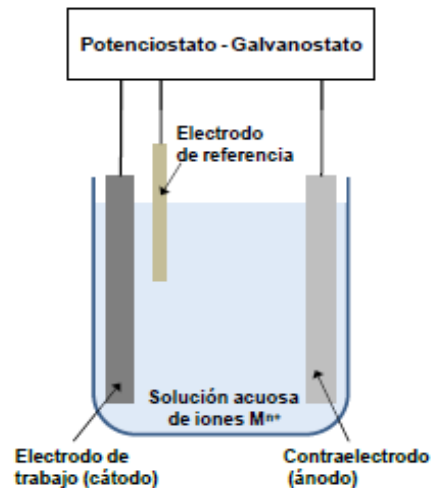


Figura 21 Componentes de una celda electroquímica.

1.9.1 Electrodo de referencia

El electrodo de referencia tiene la tarea de proporcionar un potencial de referencia constante. Cada electrodo de referencia consta de un elemento de referencia que está colocado en una solución electrolítica definida. Este electrolito debe tener contacto con el medio a medir. En los electrodos de referencia corrientes la conexión se realiza usando el llamado diafragma que garantiza flujo de iones

Normalmente se utiliza como electrolito de referencia una solución 3 M de cloruro potásico (KCl). El elemento de referencia está compuesto, normalmente, por un hilo de plata clorado

1.9.2 Electrodo de trabajo

El electrodo de trabajo es el electrodo en un sistema electroquímico en el que está ocurriendo la reacción de interés. Dependiendo de si la reacción en el electrodo es una reducción o una oxidación, el electrodo de trabajo puede ser contemplado como catódico o anódico. La mayoría de los electrodos de trabajo consisten en metales inertes, como oro, plata o platino, carbón inerte como carbón vítreo o carbón pirolítico, electrodos de gota de mercurio y electrodos de película.

1.9.3 Electrodo auxiliar o contra electrodo

Es un electrodo que se emplea en celdas de tres electrodos, que se emplea solamente para hacer conexión eléctrica al electrolito, para de esta manera poder aplicar una corriente al electrodo de trabajo. Dado que el proceso que ocurre sobre este electrodo no es de importancia, suele emplearse un material inerte (metal noble o grafito) para evitar su disolución. También se lo conoce como electrodo auxiliar.

1.9.4 Electrolito

Un electrolito es cualquier sustancia que contiene en su composición iones libres, que hacen que se comporte como un conductor eléctrico. Debido a que generalmente se encuentran iones en una disolución, los electrolitos también son conocidos como soluciones iónicas, pero también son posibles electrolitos fundidos y electrolitos sólidos.

CAPÍTULO II: ANTECEDENTES

Annal Therese y Vishnu Kamath, en el año 2000 reportaron alternativas electroquímicas emergentes como electrogeneración de bases, oxidación anódica y síntesis por corriente alterna para la obtención de películas cerámicas delgadas, recubrimientos, materiales nanoparticulados y polvos policristalinos.

Hernandez y Gonzalez sintetizaron en el año 2002 α -alúmina mediante un método polimérico basado en el proceso Pechini; en donde prepararon diferentes resinas a partir de nitrato de aluminio $[Al(NO_3)_3]$, ácido cítrico ($C_6H_8O_7$) y etilenglicol ($C_2H_6O_2$); para comparar el efecto de la fuente de calentamiento (microondas o radiación IR convencional). El precursor de resina y los polvos de producto se caracterizaron completamente para investigar la descomposición del polímero y las características de la alúmina resultante, en donde encontraron que es importante controlar la proporción de etilenglicol y ácido cítrico para obtener partículas aglomeradas débiles, que se requieren para lograr precursores porosos blandos. El mejor polvo final de alúmina se sintetizó aplicando la radiación de microondas a una resina precursora obtenida de la reacción térmica del lactato de aluminio con pequeñas cantidades de etilenglicol como agente polimerizante.

El Hajjaji et al en el año 2005 obtuvieron depósitos de α -alúmina a partir de la síntesis catódica de óxidos e hidróxidos de aluminio depositados sobre la superficie de acero inoxidable y calcinándose a una temperatura de 1000 °C. El depósito electroquímico se realizó en un baño de una sal de aluminio ($Al_2SO_4 \cdot 14H_2O$) modificando la superficie del sustrato a partir de una solución ácida con ácido sulfúrico (H_2SO_4) al 20% y variando la corriente y el tiempo de imposición, encontrando las mejores condiciones a 12 °C, -30 mA/cm² y 30 minutos. Las películas obtenidas presentaron un tamaño de grano de aproximadamente 1 μ m.

Wojciech L. obtuvo α -alúmina en el año 2009 mediante síntesis hidrotermal en condiciones alcalinas en un rango de temperatura de 3801°C hasta 4351°C durante 1-10 días, bajo una presión de 6.9-14.5 MPa, mediante el uso de precursores concentrados de diversos tipos de hidróxidos de aluminio, la preparación de los

precursores se obtuvo mediante la mezcla de diferentes tipos de hidróxidos de aluminio con agua, y opcionalmente con semillas de α -alúmina, peróxido de hidrógeno (H_2O_2), ácido sulfúrico (H_2SO_4), dopantes (es decir, KMnO_4) y / u otros aditivos. Estos experimentos se realizaron a gran escala, en donde utilizaron grandes autoclaves de producción. Se lograron sintetizar polvos de α -alúmina con una pureza de fase del 100% y una pureza química del 99.98%, morfología equiaxial, bajos niveles de agregación, con un tamaño con tamaño de partícula primaria que oscila entre 100 μm y 40 μm , y alta reproducibilidad.

Paucar Álvarez y colaboradores realizaron en el año 2010 la síntesis de partículas nanométricas de alúmina a partir de química coloidal, utilizando como precursores de hidróxido de aluminio [$\text{Al}(\text{OH})_3$], ácido fórmico (CH_2O_2) y etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) como solvente. Estudiaron el efecto del medio de reacción, tiempo de maduración, modificador superficial. De igual manera determinaron que la combinación de un pH de $2,40 \pm 1$, y la presencia de semillas de α -alúmina asistidas con modificadores superficiales. Facilitaron la obtención de partículas nanométricas, las cuales se aglomeraron en forma de xerogel que posteriormente se sinterizaron. Mediante un análisis de microscopía electrónica de transmisión (TEM) se encontraron tamaños de partícula de un rango de 7.5nm a 200nm. Mediante un análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM) se encontró que el resultado de la sinterizaron fue un tamaño de partícula de 2mm. Finalmente mediante difracción de rayos X (DRX) y espectroscopía infrarroja (IR), se determinó la presencia de α -alúmina a partir de 1000°C, lo cual permitió determinar que el método utilizado es óptimo para la obtención de α -alúmina. La cual tiene una resistencia a la flexión 2.6 veces mayor que las cerámicas utilizadas comúnmente en aplicaciones dentales.

Estrada-Flores y Reza-San Germán, en el año 2010 obtuvieron películas nanoporosas de óxido de aluminio mediante diferentes condiciones de síntesis, en donde variaron la concentración del electrolito y voltaje aplicado, buscando obtener películas con diversas morfologías entre ellas. Estas partículas nanoporosas fueron obtenidas aplicando el método de oxidación anódica, mediante el cual obtuvieron películas de alúmina con mezcla de fases (α , θ , γ - Al_2O_3). Estas películas de alúmina

sintetizadas resultaron con tamaños nominales de poro de 7-10nm y espesores de 2 μm en un tiempo de síntesis de 6h. El tamaño de poro, el espesor de la película, y la dureza dependen de la concentración del electrolito, voltaje aplicado, temperatura de trabajo y tiempo de crecimiento.

López Delgado, y colaboradores en el año 2010 lograron obtener α -alúmina a partir de residuos peligrosos, generados en el proceso de molienda de la industria del aluminio. La síntesis consistió en un proceso de dos etapas, en la primera etapa obtuvieron un precursor de alúmina, bohemita, γ -AlOOH por el método de sol-gel. Posteriormente en la segunda etapa mediante calcinación obtuvieron alúmina al calcinar bohemita, a diferentes temperaturas. Mediante un análisis de Difracción de rayos X (DRX) y Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM), observaron la presencia mayoritaria de corindón y alúminas de transición a 1300°C. Posteriormente aumentaron la temperatura de la calcinación hasta 1400°C, donde se obtuvo un polvo de corindón monofásico.

Perera y colaboradores obtuvieron en el año 2012 alfa alúmina empleando el método de Sol-Gel, en el cual utilizaron diversos precursores tales como nitrato de aluminio nonahidratado $[\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$, cloruro de aluminio hexahidratado $(\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$ y sulfato de aluminio decaoctahidratado $(\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O})$. En cada sistema obtuvieron xerogeles del hidróxido de aluminio identificado como pseudo-bohemita (γ -AlOOH). Los xerogeles obtenidos por este método fueron tratados térmicamente, para poder generar transformaciones en estado sólido obtener alúminas de transición, hasta alcanzar la transición final de la alfa alúmina a 1200°C. Los polvos obtenidos a partir de los tres sistemas en estudio, mostraron alta cristalinidad de la fase alfa final y consistieron de agregados de partículas con morfologías vermiculares.

Matori y colaboradores en el año 2012 propusieron una nueva forma de síntesis de α -alúmina, mediante molienda de alta energía de latas de aluminio, buscando una opción diferente para el reciclaje de aluminio, ahorrando energía. Los materiales se prepararon por técnicas de precipitación, en las cuales los polvos de aluminio

reaccionaron con ácido clorhídrico, dando cloruro de aluminio, que posteriormente se transformó en hidróxido de aluminio por reacción con hidróxido de amonio o hidróxido de sodio como agentes precipitantes, y finalmente en γ -alúmina por calcinación.

Ghanizadeh y colaboradores obtuvieron en el año 2013 α -alúmina mediante los métodos de precipitación y tratamiento hidrotermal; a partir de cloruro de aluminio, solución de amoníaco y TEAH (hidróxido de tetraetil amonio) como precursores. Los resultados obtenidos del método de precipitación demostraron que el efecto de combinar semillas de alúmina y los surfactantes de la solución precursora podría reducir la temperatura de transformación de 1200°C, hasta 800°C, además de disminuir el nivel de aglomeración en los polvos de alúmina. La disminución en la temperatura de transformación se debió a la adición de semillas de alúmina ya que modifican la energía de activación en el proceso de nucleación.

Martínez Sánchez planteó en el año 2013 una metodología para obtener alúmina como catalizador, partiendo de desechos de latas de aluminio en un medio ácido, en donde utilizó una solución ácido clorhídrico (HCl), de igual manera realizó una comparación de efectividad en un medio ácido, en donde utilizó hidróxido de sodio (NaOH). Martínez Sánchez propuso un tratamiento para las latas, en donde busca obtener alúmina como catalizador, logrando así una alternativa al reciclaje de latas de aluminio, las cuales al ser recicladas se les procesa para convertirse en pellets de aluminio. Al realizar un análisis de espectrofotometría, se observó que el producto obtenido mediante el proceso planteado fue la alúmina gamma, en donde se concluyó que para obtener otro tipo de alúmina se necesita modificar la temperatura de calcinación del precipitado obtenido.

Tatsuya Masuda y colaboradores sintetizaron en el año 2015 membranas de α -alúmina nanoporosa y monofásica, mediante el método de anodización. Al aplicar este método observaron que el diámetro de poro aumentó y el diámetro de la celda se contrajo al cristalizar en α -alúmina en aproximadamente 20% y 3%, respectivamente, de acuerdo con la contracción del 23% del volumen resultante del

cambio en la densidad asociado con la transformación del estado amorfo a α -alúmina. Sin embargo, obtuvieron membranas de α -alúmina planas, cada una con un diámetro de 25 mm y un espesor de 50 μm , sin deformación térmica. Las membranas de α -alúmina exhibieron una alta resistencia química en varias soluciones ácidas y alcalinas concentradas, así como cuando se exponen a vapor a alta temperatura bajo presión. (Tatsuya, Hidetaka, Satoshi, & Sachiko, 2015)

Ginting y Bukit, en el año 2015 sintetizaron precursores de alúmina en una solución electrolítica de agua destilada con pH ajustado a partir de ácido nítrico (HNO_3) y empleando un ánodo como fuente de aluminio. La electrólisis se llevó a cabo durante dos horas a un potencial impuesto de 10 V. Los precursores obtenidos (bayerita y bohemita) fueron calcinados a una temperatura de 1200 $^\circ\text{C}$ para producir α -alúmina.

García-Mayorga y colaboradores realizaron en el año 2016 un estudio electroquímico en donde lograron obtener obtención de α -alúmina, en el cual utilizaron electrodos de diferentes materiales tales como: aluminio, carbón vítreo, plata, titanio y tungsteno) utilizando desechos de aluminio como materia prima. Al disolver chatarra de aluminio disuelto en una solución 2.8 M de NaOH en forma de $[\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3]$ obtuvieron un electrolito con iones Al_3^+ . Se realizaron estudios de voltamperometría, en donde observaron una respuesta electroactiva, la cual se limitó por la reacción de evolución de hidrógeno en los diferentes electrodos de trabajo, de igual manera identificaron reacciones de óxido-reducción en el electrodo de aluminio. También se realizó un estudio de cronoamperometría, en donde utilizaron un electrodo de aluminio como electrodo de trabajo y obtuvieron como resultado un depósito con una tonalidad blanca y una morfología que evoluciona de formas irregulares a formas esféricas, por lo cual reportan presencia de óxido de aluminio.

Xuan Wang y colaboradores en el año 2016, obtuvieron α -alúmina partir de la transformación del caolín $[\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4]$ a meta caolín; los polvos de alfa alúmina se sintetizaron mediante la extracción de alúmina de meta caolín a través de las reacciones de Ácido sulfúrico (H_2SO_4) y meta caolín y, en consecuencia, de la

precipitación en etanol, lo que condujo a formar sulfato de aluminio, finalmente secaron el sulfato de aluminio a 900°C durante dos horas, lo que les dio como resultado la formación de α -alúmina. (Yan, Guo, Zhang, Wang, & Shi, 2016)

Ahmed y colaboradores, sintetizaron en el año 2016 polvos de α -alúmina mediante co-precipitación a partir de hidróxido de aluminio obtenido de la disolución de chatarra de aluminio y agua regia precipitada a partir de la adición de hidróxido de amonio (NH_4OH). La temperatura empleada para la calcinación del hidróxido de aluminio $[\text{Al}(\text{OH})_3]$ para obtener únicamente la forma alfa fue de 1100 °C con un tamaño de partícula de entre 36 y 40 μm .

Yamamura y colaboradores, en el año 2017 sintetizaron α -alúmina a bajas temperaturas mediante el uso de un proceso hidrotermico utilizando un precipitado de hidróxido de aluminio $[\text{Al}(\text{OH})_3]$, el cual fue preparado mediante un método de precipitación homogénea a partir de nitrato de aluminio $[\text{Al}(\text{NO}_3)_3]$, urea $[\text{CO}(\text{NH}_2)_2]$ y ácido fórmico (CH_2O_2), el cual se peptizó a temperatura ambiente para poder transformarlo en un sol de alúmina. Después de que el sol fue tratado hidrotermalmente. Se añadieron semillas de nanopartículas de α -alúmina al sol. El sol que contiene las nanopartículas de α -alúmina se transformó en un gel de alúmina sembrado con $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ por secado a temperatura ambiente. Esta siembra de α -alúmina promovió la cristalización del gel de alúmina en α -alúmina, por lo cual se notó una notable cristalinidad de α -alúmina con un aumento en α -alúmina. Incluso con un contenido tan bajo como 1%, el gel de alúmina sembrado se cristalizó parcialmente en α -alúmina a una temperatura tan baja como 400°C.

En el presente estudio se buscó obtener un precursor para la obtención de α -alúmina debido al gran interés que se ha demostrado y a las amplias aplicaciones que presenta este material, por lo cual se considera pertinente realizar un método eficiente y amigable con el medio ambiente, para ello se utilizó como materia prima chatarra de aluminio proveniente de residuos urbanos con la que se prepara una solución básica de aluminio para formar una celda electroquímica junto con electrodos de bajo costo y alta estabilidad en la solución empleada. Los

experimentos de voltamperometría cíclica realizados permiten determinar el rango de potenciales en los cuales se deposita una especie precursora en el electrodo de trabajo, estos análisis son precursores para realizar el estudio de cronoamperometría en el cual al imponer un potencial durante un determinado tiempo se observa la presencia de un depósito blanco sobre el electrodo de trabajo, que al ser calcinado durante un determinado tiempo se transforma en α -alúmina; de esta manera se puede obtener una cerámica avanzada sin la implementación de técnicas de síntesis complejas y la disminución de reactivos empleados, generando beneficios para la electroquímica

CAPÍTULO III: METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En la figura 22 se muestra de manera esquemática la metodología experimental aplicada durante el desarrollo de este trabajo.

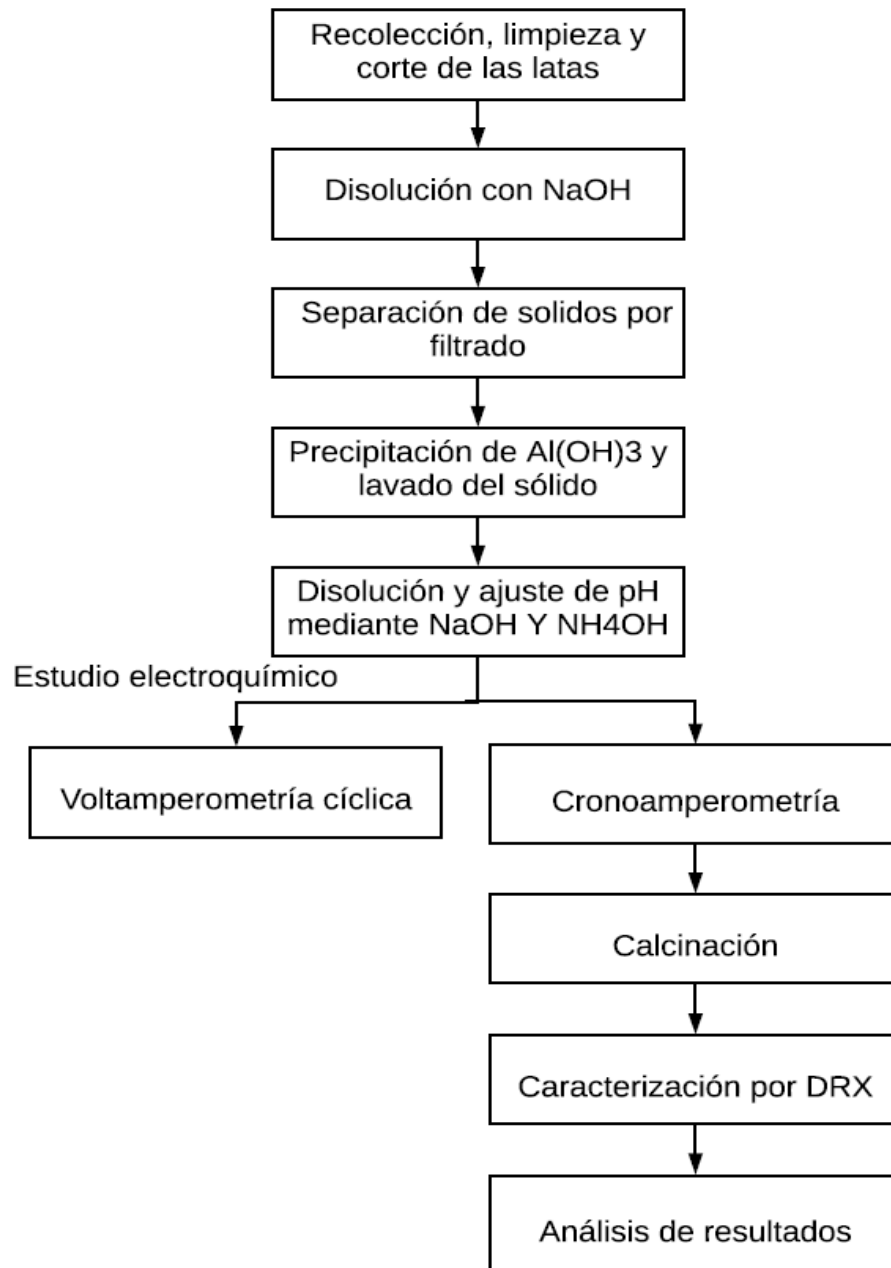


Figura 22 Diagrama de la metodología aplicada

3.1 Preparación de la solución

Para la realización del presente estudio se llevaron a cabo una serie de procedimientos experimentales, los cuales se describen a continuación.

3.1.1 Recolección, limpieza y corte de las latas de aluminio

Se recuperaron latas de aluminio provenientes de desechos urbanos, las cuales fueron recortadas, buscando así obtener una lámina de aluminio, desechando la tapa y el fondo del cuerpo de la lata. Posteriormente, las láminas fueron lavadas con jabón comercial para eliminar restos de desechos de las sustancias que podían contener. Una vez que el cuerpo de las latas se encontraba limpio, se lijaron con diversas lijas 120, 240 y 400, para eliminar la capa de pintura que se encuentra en la parte exterior de la lata y la película polimérica que se encuentra en la parte interior de la lata, la cual tiene como función evitar que los alimentos se contaminen. Se utilizó únicamente el cuerpo de la lata, la cual se encuentra constituida por una aleación de aluminio (97%), además de una composición de 1% de Magnesio, 1% de Manganeso, y 1% entre Hierro, Cobre y Silicio (aproximadamente 0.4%, 0.4% y 0.2%, respectivamente).

Finalmente, cada lámina se recortó en secciones de 1 cm x 1 cm, buscando así facilitar la solubilidad del aluminio al obtener secciones pequeñas de aluminio.

3.1.2 Preparación de solución de NaOH

Para disolver el aluminio descrito anteriormente se preparó una solución de NaOH 2.8M. Para disolver 1g de aluminio se utilizaron 25 mL de NaOH, los cálculos necesarios se muestran a continuación.

Para preparar 25 mL de NaOH 2.8M:

Utilizando la ecuación de molaridad, la cual nos dice:

$$M = \frac{\text{Número de moles (n)}}{\text{Litros de solución (L)}} \quad (8)$$

Al despejar en la ecuación anterior el número de moles obtenemos

$$\text{Numero de moles (n)} = \text{Molaridad (M)} \times \text{Litros de solución (8)}$$

Al sustituir en la ecuación anterior se tiene:

$$n = 2.8\text{M} \times 0.025\text{L} \quad (9)$$

$$n = 0.07$$

Al multiplicar lo obtenido en la ecuación anterior por el peso molecular del hidróxido de sodio se obtiene:

$$0.07n \times \frac{39.997\text{g}}{\text{mol}} = 2.7997\text{g} \quad (10)$$

Por lo cual se agregaron 2.7997g de NaOH, a 25mL de H₂O, para preparar una solución 2.8M.

3.1.3 Disolución de aluminio

Se introdujo 1g de Al en un vaso de precipitado de 100mL, posteriormente se le agregaron 25mL de NaOH 2.8M, el vaso de precipitado se colocó en una parrilla de calentamiento, sometiéndolo a una agitación de 400 RPM, en donde al estar en contacto el aluminio con la solución de NaOH, se llevó a cabo una reacción exotérmica, por lo cual no fue necesario aplicar calor a la solución, hasta disolver en su totalidad el aluminio, durante aproximadamente 10 minutos, finalmente se obtuvo una solución de color negro.

Una vez enfriada la solución obtenida anteriormente, se filtró en un papel filtro del número 1, hasta obtener una solución transparente la cual se muestra en la figura 23, eliminando así las impurezas contenidas en la lata, provenientes de la aleación de aluminio disuelta anteriormente, para posteriormente ajustarle el pH.



Figura 23 Filtrado de las soluciones

En la figura 23 se pueden observar las impurezas contenidas en el papel filtro, el cual permite obtener una solución transparente y totalmente libre de impurezas.

3.1.4 Preparación de solución de ácido clorhídrico 8M

Para ajustar el pH de la solución de aluminio, es necesario preparar una solución 8M de HCl, para preparar 100mL de dicha solución se necesitan hacer los siguientes cálculos.

$$M = \frac{\text{Número de moles (n)}}{\text{Litros de solución (L)}} \quad (11)$$

$$M = \frac{\frac{g}{PM}}{L} \quad (12)$$

Al despejar (g) de la ecuación anterior se obtiene

$$M = \frac{g}{PM \times L} \quad (13)$$

$$g = M \times PM \times L \quad (14)$$

Al sustituir los datos en la ecuación anterior

$$g = 8M \times 36.46g/mol \times 0.1 L \quad (15)$$

$$g = 29.168g$$

Debido a que el HCl se encuentra al 37%, es necesario hacer una relación entre el porcentaje del HCl y la disolución.

$$\frac{29.168\text{g}}{x} = \frac{37\%}{100\%} \quad (17)$$

$$x = 78.3\text{g}$$

$$x = 78.3\text{g} - 29.168\text{g} \quad (18)$$

$$x = 49.132$$

En un matraz volumétrico se agregan 49.10 mL de HCl y se afora, posteriormente se agita el matraz durante 2 minutos procurando que la agitación sea constante para poder disolver el HCl de manera correcta.

La solución de aluminio preparada anteriormente tiene un pH de 12.8, esta solución se coloca en una parrilla de agitación, a 650 RPM, mediante un potencióstato se observa el cambio de pH y de esta manera se agregan mediante el uso de una bureta 11.2 mL para ajustar el pH de solución hasta 3.5, mientras se le agregó el HCl, la solución comenzó a precipitar, formando un gel de color blanco espeso, el cual se lavó posteriormente.

3.2 Preparación de la celda

Para montar la celda de trabajo es necesario tener listas las partes que componen a la celda:

3.2.1 Elaboración de la tapa

Se realizó el diseño de la tapa, la cual tiene como función principal detener los electrodos de trabajo, referencia y contra electrodo, por lo cual se maquinó dicha tapa a partir de un cilindro de nylamid con un diámetro de 18 cm, al cual se le realizaron 3 circunferencias internas con un diámetro de 4 cm.

3.2.1 Preparación del electrodo de trabajo

El electrodo que se utiliza en esta investigación es un electrodo de aluminio en el cual se espera observar la evolución de diversos óxidos.

Para preparar el electrodo de trabajo se corta una lámina de aluminio grado reactivo, la cual debe tener un área de contacto con la solución de 0.5 y 1.0cm² de contacto con el caimán; posteriormente la lámina se lija con lijas de los siguientes grosores 150, 220 y 300 respectivamente; posteriormente el electrodo se introduce en una solución de H₂SO₄*H₃PO₄*NHO₃, durante 10 minutos, en la cual se busca eliminar restantes en la lámina: finalmente el electrodo se introduce a un baño de ultrasonido durante 10 minutos. En la figura 24 se observa el electrodo de trabajo después de ser preparado para su uso en la celda.



Figura 24 *Electrodo de trabajo*

3.2.2 Preparación del contra-electrodo

Para el estudio del presente trabajo se utiliza un electrodo de platino de 1 mm de diámetro, que se somete a un baño de ultrasonido durante 10 minutos, este electrodo se muestra en la figura, el cual es adaptado a las dimensiones de la celda.

3.2.3 Electrodo de referencia

El electrodo que se utiliza en el presente trabajo es un electrodo de calomel, el cual tiene una solución saturada de KCl. El electrodo de referencia se encuentra sumergido en una solución sobresaturada de KCl, que se prepara al agregar 20mL de H₂O en un vaso de precipitado, se somete a agitación y se le agregan 15g de KCl.

3.2.4 Recubrimiento de los caimanes

Para evitar que se oxiden los caimanes que se introducen en la celda, se recubren los caimanes con barniz transparente, posteriormente se dejan reposar por 15 minutos, se aplica una capa posterior, finalmente se recubren los caimanes con parafilm.

3.2.5 Montaje de la celda

En un vaso de precipitado se agregan 35 mL de solución de NH₄OH o NaOH respectivamente, posteriormente se le agrega un agitador magnético, este vaso de precipitados se coloca a 20 cm del plato de una parrilla de agitación para evitar interferencias en el equipo provocadas por la agitación. Se sujetan los caimanes a los alambres de acero que se encuentran fijos en la tapa de nylamid, presionando la punta del caimán con la ayuda de un par de pinzas; el electrodo de referencia y el contra electrodo se sujetan a los caimanes, la superficie de trabajo de 1cm² del electrodo de trabajo tiene que estar totalmente sumergida en la solución, de igual manera el contra electrodo debe de estar sumergido en la solución. En la figura 25 se muestra la celda completa, con los elementos que la componen en su lugar. Es necesario realizar el correcto acomodo para que el electrodo de trabajo no tenga contacto con el electrodo de referencia; finalmente se introduce en la celda el electrodo de referencia.



Figura 25 *Montaje de la celda*

3.3 Estudio electroquímico

Los experimentos electroquímicos se llevaron a cabo en una celda típica de tres electrodos, que se observa en la figura 25, la cual estuvo compuesta por un electrodo de referencia (RE) de Calomel saturado (SCE por sus siglas en inglés), como contra electrodo (CE) se empleó un filamento de platino y para el electrodo de trabajo (WE) se utilizó aluminio.

El pretratamiento de los electrodos de platino consistió en un lavado en una tina de ultrasonido durante un tiempo de 10 minutos, mientras que para los electrodos de aluminio (aluminio lámina; Meyer, 99.99%), se empleó un baño en una solución de $\text{H}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4 \cdot \text{NHO}_3$, durante 10 minutos, en la cual se busca eliminar restantes en la lámina, posteriormente los electrodos se limpiaron con agua desionizada para retirar la solución en la cual se introdujeron los electrodos. finalmente, el electrodo se introduce a un baño de ultrasonido durante 10 minutos.

3.3.1 Voltamperometría cíclica

Se realizaron diversos experimentos de voltamperometría, en los cuales se analizó un rango de potenciales de -1.5 V a -2.4 V, utilizando NaOH y NH_4OH . Estos medios se analizaron en ambas direcciones (oxidación – reducción, y reducción oxidación), a los cuales se les aplicó una velocidad de barrido de 15 Mv/s. Este estudio se realizó en un Potenciostato/Galvanostato modelo PAR 263A el cual se muestra en la figura 26.



Figura 26 Potenciostato, galvanostato modelo PAR 263A

3.3.2 Cronoamperometría

Los resultados obtenidos en los diferentes voltamperogramas se utilizaron como un parámetro para poder identificar los potenciales en los cuales se presentaron diversos procesos, mediante la identificación de picos, los cuales indican la presencia de un proceso, que puede ser de oxidación o reducción.

Los potenciales en los cuales se encontró algún proceso, se analizaron mediante un estudio cronoamperométrico, el cual se realizó utilizando NaOH y NH_4OH , estos experimentos se realizaron en un rango de potenciales de -2.0 a 2.4V, debido a que en los resultados del estudio de cronoamperometría se encontraron procesos en dichos potenciales. El estudio de cronoamperometría se realizó en un potenciostato, galvanostato PAR 263A (figura 26), que ya se describió en el punto anterior.

3.4 Caracterización

3.4.1 Difracción de rayos X

Los polvos en el electrodo de trabajo obtenidos en los estudios de voltamperometría y cronoamperometría se analizaron mediante la técnica de difracción de Rayos X, utilizando un equipo Equinox 2000 de la marca Inel (figura 27) con una fuente de radiación de Cobalto $K\alpha_1$ ($\lambda = 1.789 \text{ \AA}$) la cual trabaja a 20 mA y 30 kV.



Figura 27 Difractómetro de rayos X marca Inel, modelo Equinox 2000

3.4.2 Calcinación.

Los polvos obtenidos mediante el análisis de cronoamperometría cíclica se sometieron a un proceso de calcinación a 240°C, 480°C, 820°C y 1240°C, utilizando una rampa de calentamiento de 10°C/min, la cual al llegar a la temperatura determinada se mantuvo durante un lapso de 2 horas.

CAPÍTULO IV: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Solución de aluminio

La solución utilizada para el estudio electroquímico se preparó a partir residuos sólidos de aluminio (latas de aluminio) e hidróxido de sodio al 2.8 M; generando una reacción exotérmica que evitó utilizar temperatura para la disolución del aluminio. En la ecuación 20 se observa la reacción que se llevó a cabo durante este proceso se muestra a continuación. Una vez terminada la reacción, la solución resultante presentó un color gris oscuro (ver Figura 28) debido a la presencia de los elementos aleantes, tales como: manganeso, magnesio, cobre y hierro.

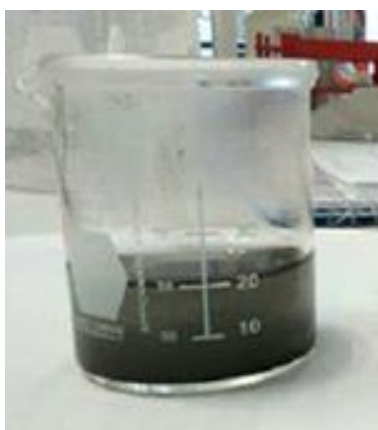
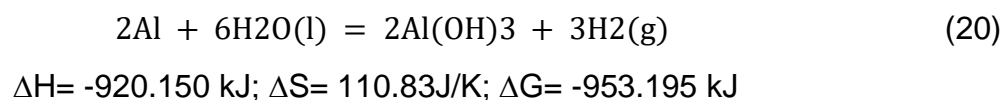
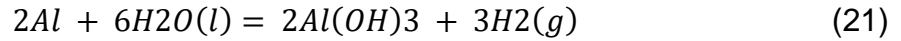


Figura 28 Solución durante el proceso de disolución de Al

Bajo condiciones normales el aluminio no reacciona con el agua, debido a que en su superficie se forma una capa impermeable compuesta por hidróxido de aluminio $[\text{Al}(\text{OH})_3]$ como se muestra en la siguiente reacción:



Al adicionar hidróxido de sodio (NaOH) se generan aluminatos $[Al(OH)_4^-]$, ya que el hidróxido de sodio actúa como anfotérico (en este caso actúa como ácido) y disuelve la capa protectora de hidróxido de aluminio $[Al(OH)_3]$.



$$\Delta H = -41.44 \text{ kJ}; \Delta S = 26.40 \text{ J/K}; \Delta G = -49.31 \text{ kJ}$$

Posteriormente se filtra la solución para retirar impurezas de los elementos aleantes (Mn, Mg, Cu, Fe) usando el papel filtro (Figura 23). La solución resultante es totalmente transparente y tiene un pH aproximado de 13.5. A esta solución se le adicionó ácido clorhídrico (HCl) hasta un pH cercano a 3.5, con el propósito de precipitar $Al_2(OH)_3$. Esto ocurre debido a que la solubilidad de la especie del $Al(OH)_4^-$ se ve disminuida por la formación de la especie de $Al_2(OH)_3$, de acuerdo al diagrama que se muestra en la figura 29.

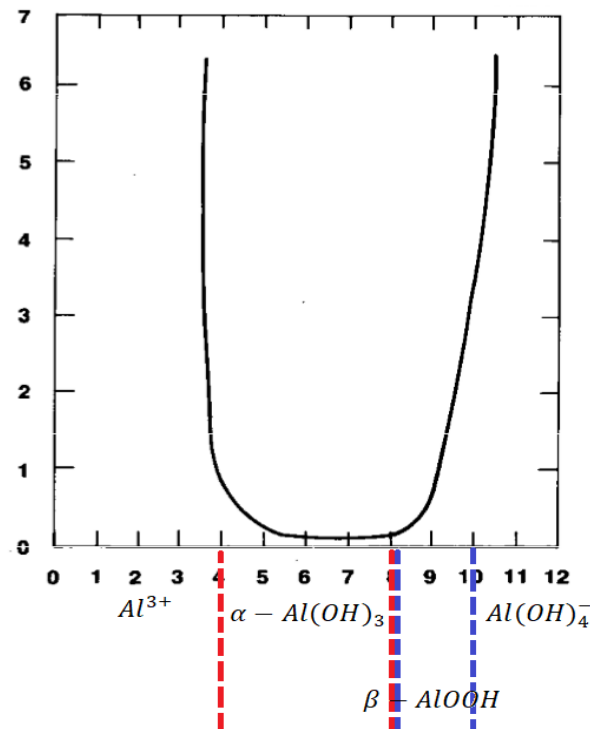
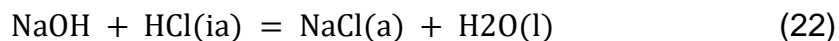
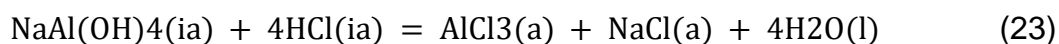


Figura 29 Solubilidad del $Al(OH)_3$ en función del pH

Al agregar ácido clorhídrico (HCl) también ocurre una reacción de neutralización (ecuación 22) con el hidróxido en exceso (ecuación 23), el cual se encuentra en la solución y produce cloruro de aluminio, cloruro de sodio y agua.



$$\Delta H = -95.171; \Delta S = 66.146 \text{ J/K}; \Delta G = -114.892 \text{ KJ}$$



$$\Delta H = -167.193 \text{ kJ}; \Delta S = -143.370 \text{ J/K}; \Delta G = -124.44 \text{ kJ}$$

4.1.2 Lavado del precipitado de aluminio

El precipitado que se obtuvo al bajar el pH a 3.5, se separa y lava mediante centrifugado, introduciendo dicho precipitado en tubos para centrifuga. El precipitado se distribuyó de manera homogénea en 6 tubos, necesarios para el correcto funcionamiento de la centrifuga (Fig. 30). Para el lavado del precipitado de aluminio se utilizó una centrifuga marca cole-palmer



Figura 30 Centrifuga cole-palmer 17250-10, 3400 rpm

Se realizan lavados con una duración de 10 min, posteriormente se retira el agua excedente en el tubo, ya que el propósito del lavado es eliminar el exceso de hidróxido de sodio y las impurezas de los elementos contaminantes (Mn, Mg, Cu,

Fe). Para cada muestra se realizan 3 lavados, con una duración total de 30 minutos, posteriormente se retira el precipitado de los tubos.

4.1.3 Disolución y ajuste de pH del precipitado de aluminio

El precipitado obtenido anteriormente se coloca en un vaso de precipitado de 150 mL y mediante goteo se le agrega 15mL de HCl 8M, utilizando una bureta. El vaso se coloca en una parrilla de calentamiento, aplicando únicamente agitación a 300 RPM, hasta que se disuelva completamente el precipitado de aluminio (Fig. 31 y 32). Se mide el pH de la solución, que es cercano a cero y la solución se deja reposar 24 horas.



Figura 31 Solución parcialmente disuelta



Figura 32 Solución totalmente disuelta

4.1.4 Ajuste del pH de la solución con NaOH y NH₄OH.

Después de disolver en su totalidad la solución de aluminio, la solución se divide en dos partes. Posteriormente la solución se somete a agitación en una parrilla de calentamiento a 300 RPM, y se le agregan 15ml de NaOH, para ajustar el pH en 3.5, se realiza el mismo procedimiento para la otra parte de la solución, en la cual el pH se ajusta con NH₄OH. Finalmente, ambas soluciones se dejan reposar por 24 horas para poderlas utilizar posteriormente en los estudios electroquímicos.

4.2.1 Estudio voltamperométrico de la solución ajustando el pH con NaOH

Con el propósito de identificar los potenciales apropiados para la electrodeposición, se realizaron exploraciones con la técnica de voltamperometría cíclica (CV) durante la aplicación de un barrido de voltaje en la zona catódica (entre el OCP y -2.0 V). La Fig. 33 muestra el CV obtenido en la dirección catódica, que comenzó y finalizó en el OCP (-0.46 V) a una velocidad de barrido de 15 mV / s. El CV proporciona evidencia de un proceso de reducción C1 que apareció a partir de -1.5 V versus SCE (ver un recuadro), lo que podría deberse tanto al depósito de una especie de aluminio como a la evolución del hidrógeno. Sin embargo, la figura no revela la polarización de voltaje adecuada donde se ubicó el depósito porque el proceso C1 fue muy amplio (entre -1.5 V y -2.0 V vs. SCE) y además estuvo acompañado por la evolución del hidrógeno, que aumenta a potenciales más catódicos. Se observa también cuando se realizó el barrido en dirección anódica la corriente obtenida en la rama catódica fue mayor que cuando se tiene el barrido hacia la dirección catódica

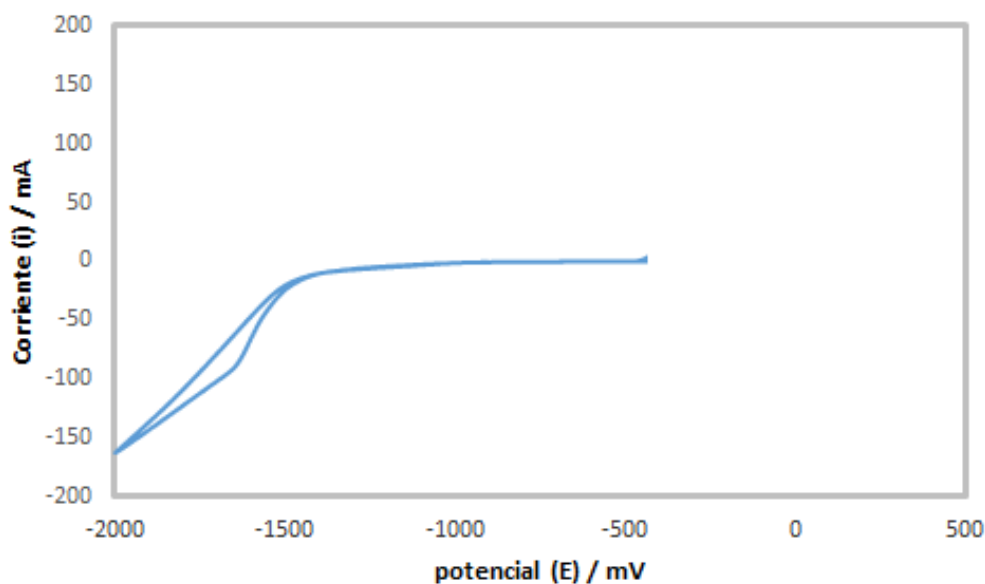


Figura 33 Estudio voltamperométrico a la solución de NaOH

Este comportamiento probablemente se deba a la caída del potencial óhmico debido a una película depositada de alta resistencia (24) que no permite continuar con el electrodepósito. Por lo tanto, para identificar la polarización de voltaje adecuada donde se produce la electrodeposición de las especies de aluminio, se realizó un estudio cronoamperométrico que impone un potencial catódico (entre -1.5 a -2.4 V) durante 3 h.

4.2 Estudio cronoamperométrico de la solución ajustando el pH con NaOH

El estudio cronoamperométrico se realizó utilizando aluminio como electrodo de trabajo, debido a que en trabajos previos se utilizaron electrodos de platino y carbón vítreo y no se generó ningún depósito sobre ellos. Por otra parte, con el aluminio se ha demostrado que se genera la formación de algunos depósitos en los experimentos reportados.

Para estudiar con más detalle los depósitos generados sobre el electrodo de aluminio se realizó un estudio cronoamperométrico con una duración de 3600s, observando los procesos que se generaron durante los tiempos de imposición de potencial.

En la figura 34 se muestran los transitorios potencioestáticos desde -1.5 V hasta -2.4 V con una duración de 3600s, las pruebas se llevaron a cabo en un pH ácido ajustado a 3.5 con hidróxido de sodio.

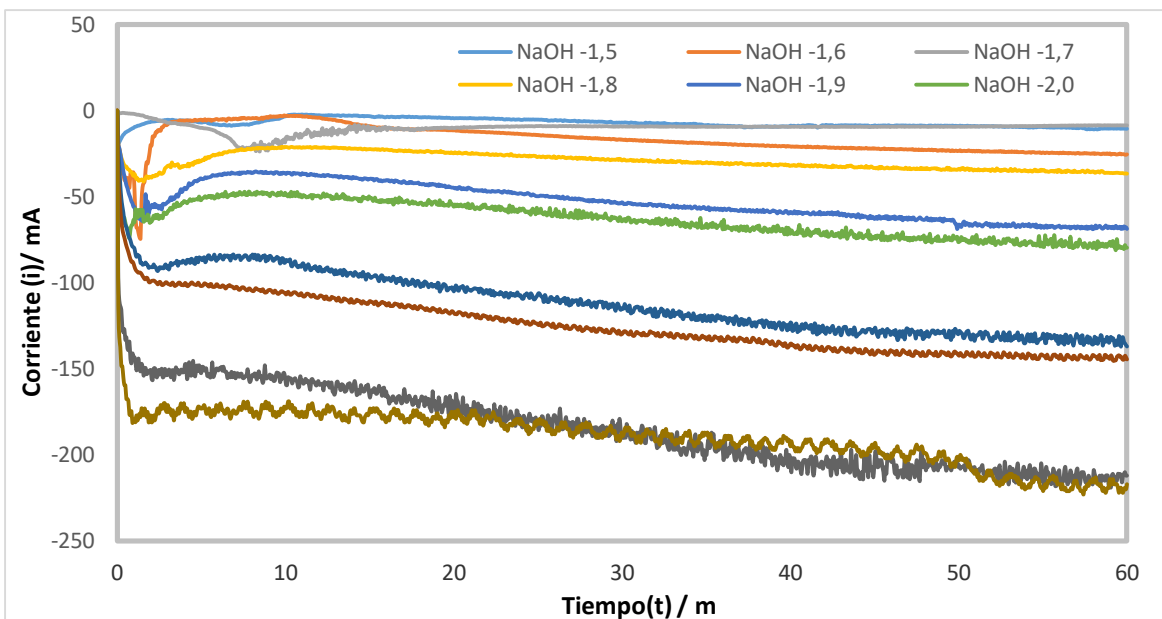


Figura 34 Transitorios potencioestáticos a pH ácido sobre electrodos de aluminio, intervalo de potenciales de -1,5 a -2,2 V

En la Figura 34 se observa que a medida que se incrementa el potencial catódico impuesto, incrementa la corriente registrada durante el experimento. Los experimentos realizados a los potenciales de -1,5 V, -1,6V, -1,7 V y -1,8 V, demuestran que al aplicar bajos potenciales no se presentan cambios significativos en la cinética de las reacciones. Al aumentar gradualmente el potencial catódico aplicado en -1,9 y -2,0 V se observa un incremento ligero en la corriente. Este incremento de corriente corresponde a una cantidad insignificante o nula de especie depositada sobre el electrodo de trabajo

En los experimentos cuando se aplicó un potencial de -2,1 V y -2,2 V se observa un incremento de corriente considerable respecto a los experimentos anteriores donde se les impuso un potencial menor. Este comportamiento tuvo como resultado la presencia de manera considerable de la especie precursora depositada sobre el electrodo de trabajo.

Al imponer mayores potenciales sobre el electrodo de trabajo promovió la formación de cloro en el medio, lo cual provoco la oxidación de los caimanes, los cuales contaminaban la solución, por lo cual dichos caimanes se recubrieron con un barniz,

buscando así disminuir la oxidación de los mismos debido a la atmosfera corrosiva que provocaron los gases de cloro.

Los experimentos a los cuales se les aplicó un potencial desde -1.5 hasta -2.1 V, se realizaron utilizando un contra electrodo de óxido de rutenio (RuO), el cual al pasar 1800s contaminaba la solución, produciendo una solución de color gris oscuro, lo cual se atribuye al desprendimiento de la capa superficial del contra electrodo, de igual manera contaminaba el electrodo de trabajo, recubriéndolo de óxido de rutenio (RuO), por lo cual no se apreciaba ningún depósito sobre el electrodo, este contra electrodo fue reemplazado por un electrodo de platino que se utilizó para todos los experimentos restantes sin generar alteraciones en la celda.

Mientras que en los experimentos donde se aplicaron potenciales de -2.3 V y -2.4 V, se observó un incremento de corriente mayor respecto a los experimentos anteriores. Este incremento fue originado como resultado de una reacción acoplada en la cual se redujo agua acompañada de la presencia de un depósito sobre la superficie del electrodo. Además, en estos potenciales se generaron precipitados de forma masiva, los cuales se atribuyen al cambio de pH interfacial.

En la tabla 3 se presentan los resultados observados durante los experimentos cronoamperométricos realizados durante 3600 segundos.

Tabla 3 Resultados del estudio cronoamperométrico

NaOH, pH 3.6, t 3600s			
Potencial (V)	Depósito	Precipitado	Observaciones
-1.5	No	No	-----
-1.6	No	No	-----
-1.7	No	No	----
-1.8	No	No	Solución turbia
-1.9	No	Mínimo	Solución turbia
-2.0	Si	Mínimo	Formación mínima de depósito sobre el electrodo

-2.1	Si	Mínimo	Formación de depósito sobre el electrodo
-2.2	Si	Si	Depósito blanco irregular
-2.3	Si	Si	Depósito blanco
-2.4	Si	Si	Depósito blanco

Los resultados mostrados en la Tabla 3, demuestran la presencia de depósitos sobre los electrodos de trabajo cuando se impuso un potencial mayor a 2.0 V. Por lo tanto, con la finalidad de producir una mayor cantidad de depósitos sobre la superficie del electrodo de trabajo (cátodo), se realizaron experimentos imponiendo potenciales entre -2.1 V y -2.4 V durante un tiempo más prolongado (10800 segundos). En la figura 35 se observan los transitorios potenciostáticos obtenidos con un tiempo de 10800s sobre electrodos de aluminio, bajo las mismas condiciones de trabajo que en el estudio anterior llevado a cabo a 3600 segundos.

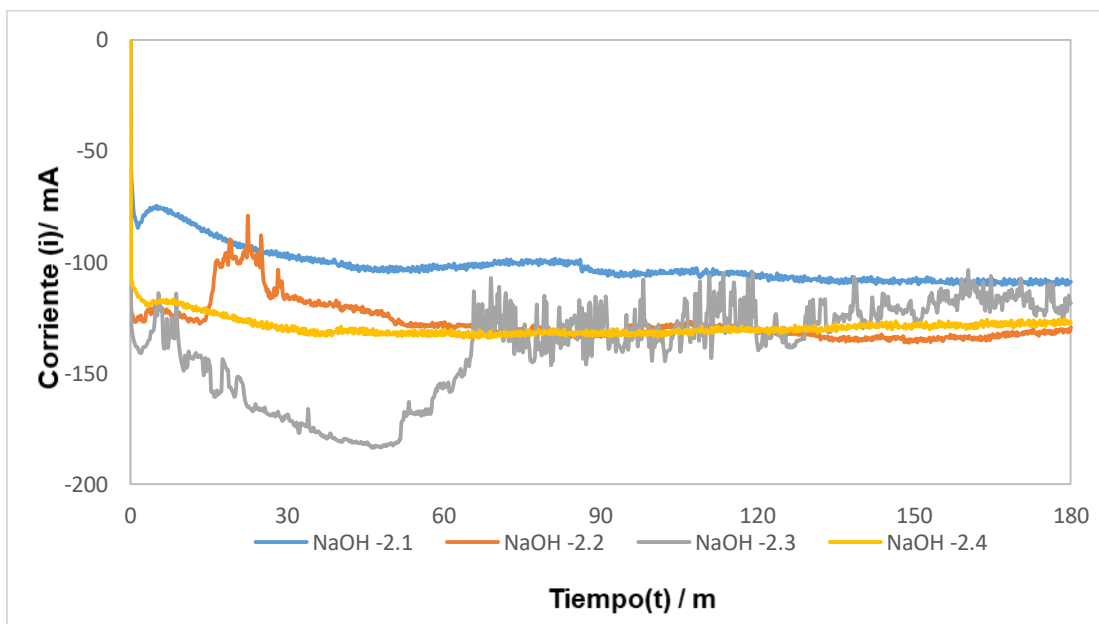


Figura 35 Transitorios potenciostáticos a pH ácido sobre electrodos de aluminio, intervalo de potenciales de -2.1 a -2.4 V

En la Figura 35 se observa que al iniciar el experimento la corriente incrementa y posteriormente se mantiene estable durante todo el tiempo que dura el experimento. Sin embargo, a potenciales ≥ 2.2 V, inmediatamente después de que la corriente incrementa (debido al comienzo del proceso de depósito), la corriente muestra un comportamiento alterado de disminución o incremento. Este comportamiento se debe a que está acoplada la reacción de reducción del agua, como se mencionó anteriormente, lo que origina un desprendimiento del depósito de la superficie del electrodo de trabajo (cátodo), al mismo tiempo que se produce un precipitado por el cambio de pH interfacial. Este hecho fue corroborado al observarse que en el potencial de -2.3 V, además del depósito blanco sobre la superficie del cátodo, también se observa una cantidad considerable de precipitado, los cuales se aglomeraban al fondo de la celda. Sin embargo, también es muy probable que el depósito forme una capa sobre el electrodo, la cual es muy resistiva, lo que ocasiona que al generarse esta capa la generación del depósito sobre el electrodo de trabajo disminuya. Por lo cual el tiempo restante del experimento la corriente se mantiene estable. En los potenciales -2.1 , -2.2 y -2.4 V se observó una presencia mínima de depósitos sobre el electrodo de trabajo y una presencia mayor de precipitado, esto se atribuye a la capa resistiva que se forma sobre el electrodo. El precipitado se aprecia en el fondo de la celda electrolítica.

4.2.1 Estudio voltamperométrico de la solución ajustando el pH con NH_4OH

Con el propósito de identificar los potenciales apropiados para el electrodeposición al utilizar NH_4OH para ajustar el pH de la solución, se utilizó la técnica de voltamperometría cíclica (CV) aplicando un barrido de voltaje en la zona catódica (entre el OCP y -2.0 V). La Figura 36 muestra el CV obtenido en la dirección catódica, que comenzó y finalizó en el OCP (-0.76 V) a una velocidad de barrido de 15 mV / s. El CV proporciona evidencia de un proceso de reducción C1 que apareció a partir de -1.0 V versus SCE, lo que podría deberse tanto al depósito de una especie de aluminio como a la evolución del hidrógeno. Una indicación de que se estaba depositando una especie de aluminio sobre el electrodo fue la aparición de un pico de oxidación O1, probablemente debido a la oxidación de una especie de

aluminio reducida electroquímicamente en el proceso C1. Sin embargo, se observó también que la corriente catódica de reducción en la dirección catódica y más aún en la dirección anódica fue más baja, comparada con la obtenida cuando se usó NaOH para ajustar el pH.

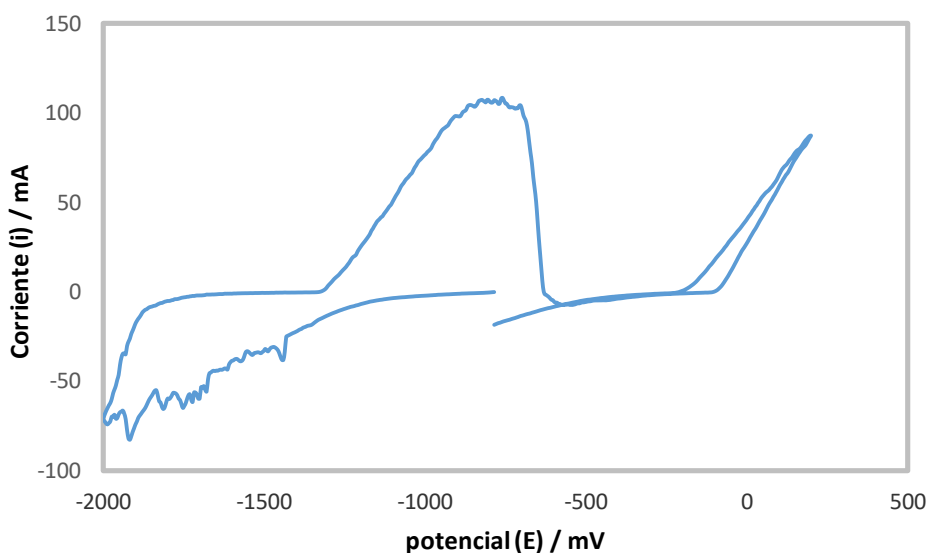


Figura 36 Estudio voltamperométrico a la solución de NH_4OH

Este comportamiento se debe probablemente a la caída del potencial óhmico debido a una película depositada de alta resistencia (24) y más estable que no permite continuar con el electrodeposición. Por lo tanto, para identificar la polarización de voltaje adecuada donde se produce el depósito electroquímico de las especies de aluminio, se realizó un estudio cronoamperométrico que impone un potencial catódico (entre -1.5 a -2.4 V) durante 3 h.

4.3 Estudio cronoamperométrico de la solución ajustando el pH con NH_4OH

Para realizar el estudio cronoamperométrico a esta solución se mantuvieron las condiciones establecidas, en un intervalo de potenciales catódicos de -1.5 hasta -2.4 V durante 3600 segundos y posteriormente a los 10800 segundos.

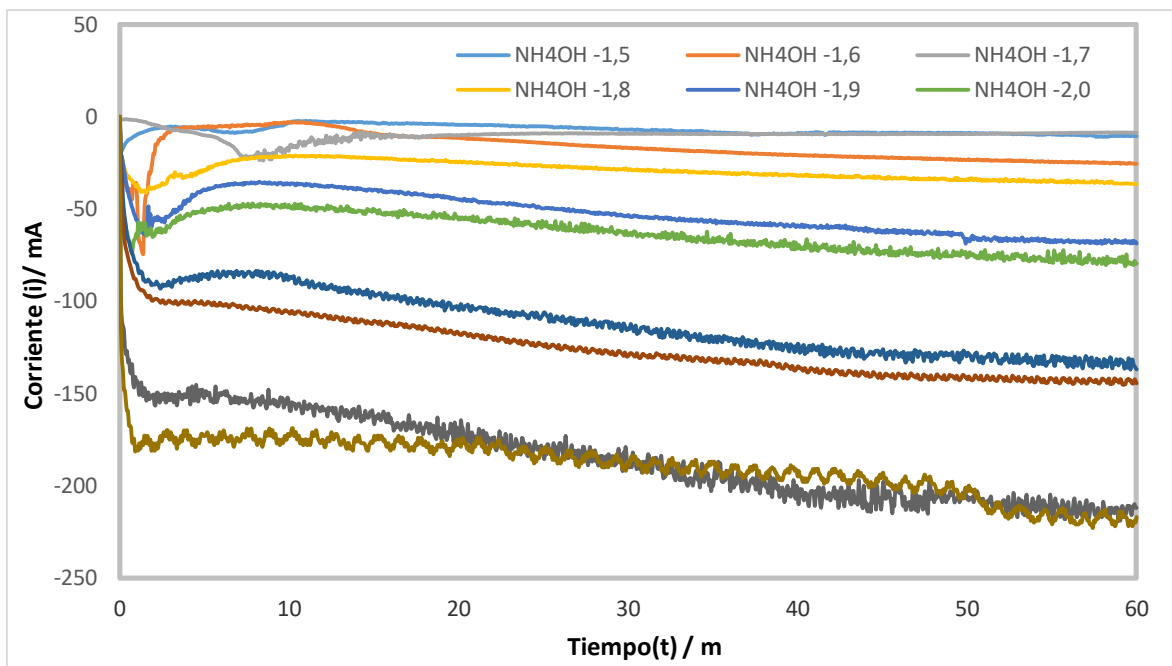


Figura 37 Transitorios potenciostáticos a pH ácido sobre electrodos de aluminio, intervalo de potenciales de -1.5 a -2.2 V

Los transitorios potenciostáticos de la Figura 37, muestra que a un potencial de -1.5 V y -1.6 la corriente no incrementa y permanece estable casi sin ningún cambio, lo que indica la presencia de ningún depósito ni precipitado. A medida que el potencial impuesto aumenta por arriba de -1.6 V, se observa un aumento mínimo de corriente, lo cual indica la posibilidad de la generación de depósitos en el electrodo y algunos precipitados en la solución. Sin embargo, se determinó que sólo cuando se aplica un potencial de 2.1 V o mayor, hay la presencia de una mínima cantidad de depósito sobre el electrodo y un precipitado en el fondo de la solución (ver Tabla 4).

Tabla 4 Resultados del estudio cronoamperométrico

NH ₄ OH, pH 3.6, t 3600s			
Potencial (V)	Depósito	Precipitado	Observaciones
-1.5	No	No	-----
-1.6	No	No	-----
-1.7	No	No	Solución turbia
-1.8	No	Si	Solución turbia

-1.9	No	Si	Solución turbia
-2.0	No	Si	Solución turbia
-2.1	Si	Si	Formación de depósito en el electrodo
-2.2	Si	Si	Formación de depósito en el electrodo
-2.3	Si	Si	Depósito blanco
-2.4	Si	Si	Depósito blanco

Los resultados obtenidos demostraron un comportamiento similar a los experimentos realizados con la solución ajustando pH con NaOH, donde fue evidente la generación de una especie blanca insoluble que satura la superficie del electrodo en estos potenciales (-2.1 V a -2.4 V). A esta capa formada se le atribuye una baja conductividad eléctrica que disminuye el proceso de depósito y provoca una estabilidad de la corriente catódica, casi sin cambio.

En la figura 38 se muestran los transitorios potencioestáticos de los experimentos llevados a cabo durante 10600 segundos a un pH ajustado en 3.5 con NH₄OH. En los cuatro potenciales analizados se observa un comportamiento inicial similar, donde la corriente incrementa ligeramente, que se relaciona con el comienzo de la generación de un depósito sobre el electrodo. Sin embargo, a los 4000s se observó una disminución en la corriente en todos los experimentos, lo cual indica que el proceso de depósito se ve disminuido debido a la formación una capa resistiva originada por el depósito. Sin embargo, también se observó la generación de una cantidad considerable de precipitado que se aglomera en el fondo de la celda.

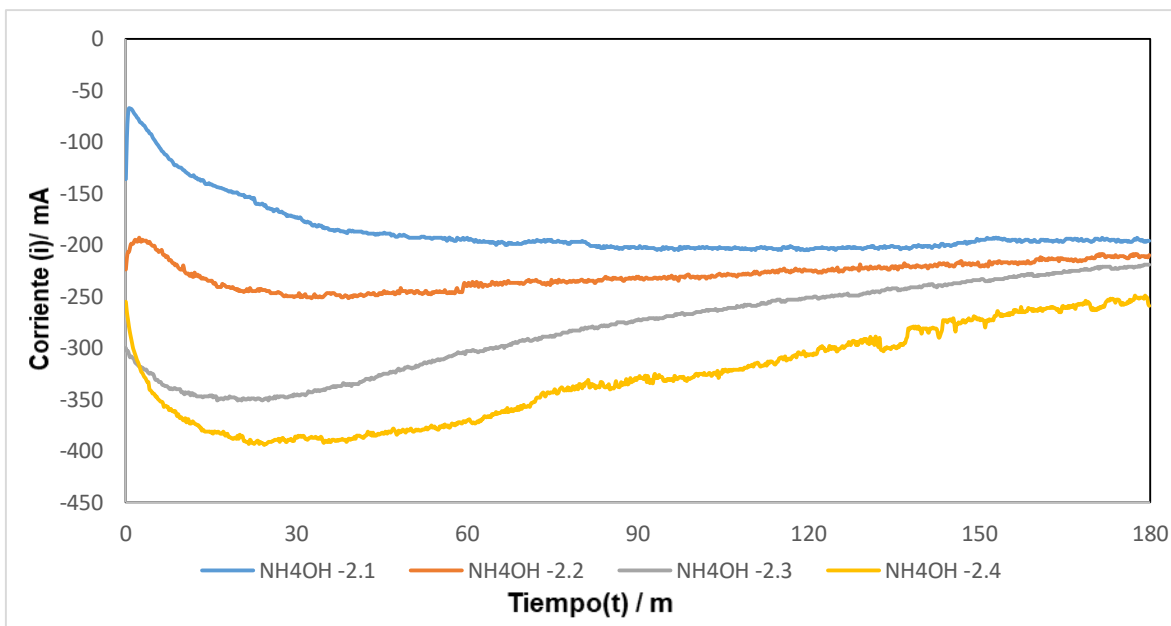


Figura 38 Transitorios potencioestáticos a pH ácido sobre electrodos de aluminio, intervalo de potenciales de -2.1 a -2.4 V

4.4 Difracción de rayos X

4.4.1 Depósitos obtenidos con la solución de aluminio ajustando el pH con NaOH

En la figura 39 se muestran los patrones de Difracción de rayos X correspondientes a los depósitos generados durante el estudio cronoamperométrico sobre los electrodos de aluminio, en un intervalo de potenciales de -2.1 V hasta -2.4 V. Es importante señalar, que en los potenciales menos catódicos que corresponden al intervalo de -1.5 V hasta -2.0 V, no se generó suficiente especie depositada en el electrodo como para ser analizados por DRX.

En los potenciales de -2.1 V, -2.2 V y -2.4 V, el patrón de DRX que se observa corresponde al patrón característico del aluminio fichado con el PDF 96-431-3215. Esto fue atribuido a que los depósitos generados sobre los electrodos no son uniformes y la respuesta del haz incidente corresponde solamente al sustrato de aluminio del electrodo. Sin embargo, en el potencial de -2.3 V se pudo identificar en el patrón de difracción de DRX, además del sustrato de aluminio, una especie

identificada como un trihidróxido de aluminio o alúmina trihidratada (Auerkari, 1996), que corresponde a la especie de Bayerita ($\text{Al}(\text{OH})_3$). Este mineral está asociado al potencial de -2.3 V y es identificado por sus principales señales emplazadas con los ángulos 21.78° , 23.61° , 44.61° , 47.44° y 62.49° (2θ), identificada con la ficha PDF 96-901-6647.

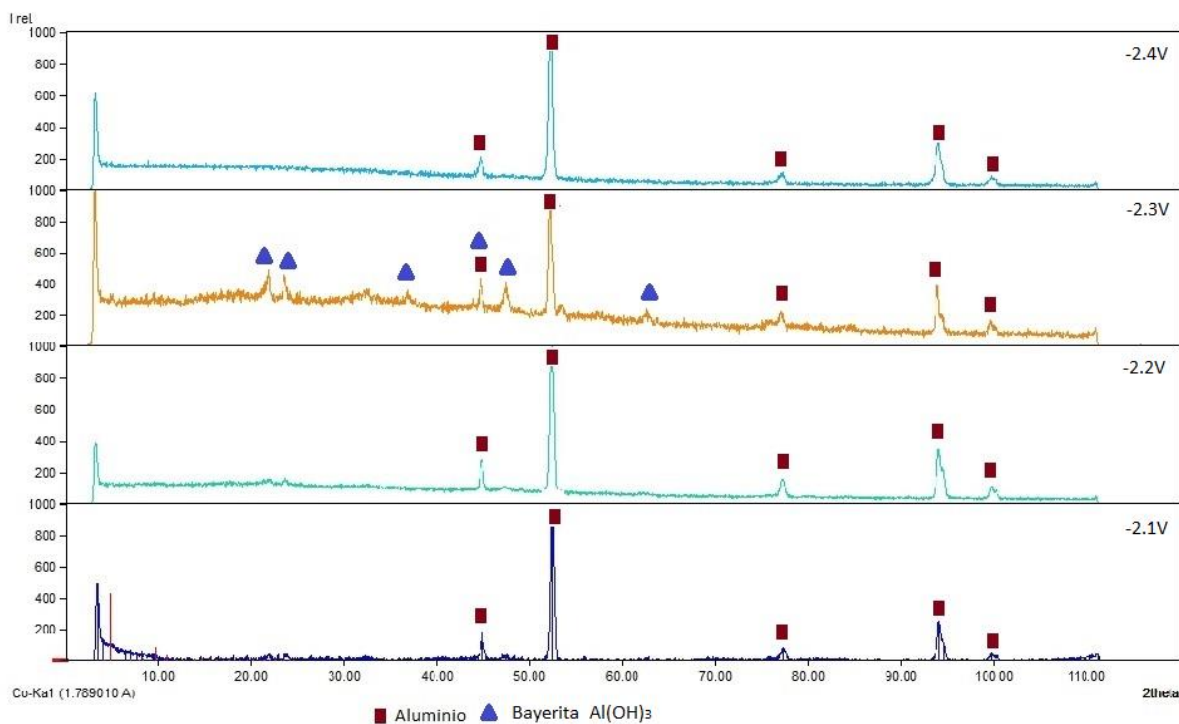


Figura 39 Difractogramas de los depósitos obtenidos sobre electrodos de aluminio en un medio ácido ajustado a partir de NaOH

4.4.2 Depósitos obtenidos con la solución de aluminio ajustando el pH con NH_4OH

La figura 40 muestra los difractogramas obtenidos por DRX de los depósitos generados durante el estudio cronoamperométrico en un intervalo de potenciales entre -2.1 V y -2.4 V, realizado sobre los electrodos de aluminio. En donde, a los potenciales menos catódicos que corresponden al intervalo de -1.5 V hasta -2.0 V, no se generó suficiente especie depositada en el electrodo como para ser analizados por DRX.

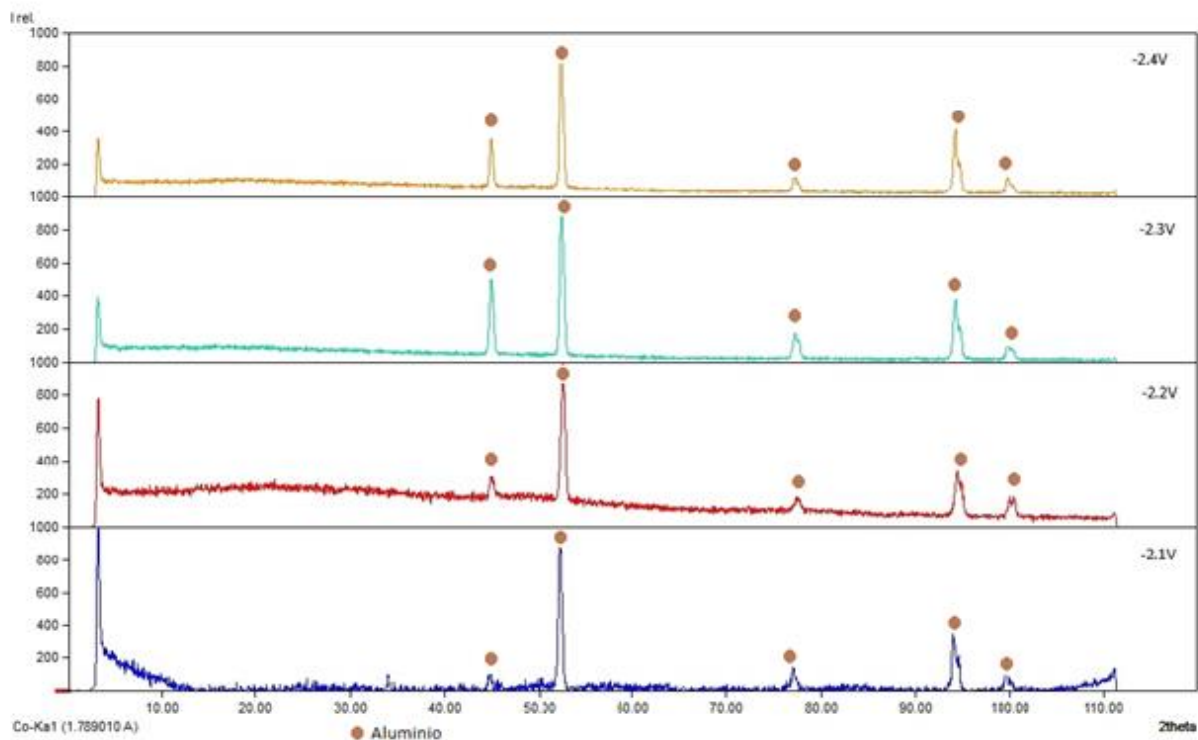


Figura 40 Difractogramas de los depósitos obtenidos sobre electrodos de aluminio en un medio ácido ajustado a partir de NH_4OH

Como se puede observar, los difractogramas obtenidos en estos potenciales (-2.1 V y -2.4 V) corresponden principalmente al sustrato de aluminio, debido a que nuevamente aparece el patrón característico del aluminio fichado con el PDF 96-431-3215. Como se mencionó anteriormente, esto se debe a que los depósitos generados sobre los electrodos no son abundantes y uniformes, por lo que la respuesta del haz incidente corresponde solamente al sustrato de aluminio del electrodo.

4.4.3 Calcinación de depósitos obtenidos a partir de la solución de aluminio ajustando el pH con NaOH.

La figura 41 muestra los difractogramas de las muestras calcinadas a diferentes temperaturas (400°C, 800°C y 1200°C) de los depósitos obtenidos sobre el electrodo en el estudio cronoamperométrico, realizado a -2.3 V con una solución de aluminio. En la figura 41 se observa que los depósitos corresponden a la fase de bayerita, debido a que las señales (picos) identificadas en los ángulos (2θ) 33.06°,

56.69°, 68.14°, 80.56°, 91.86° y 103.22°, coinciden con los de la ficha PDF 96-901-6647.

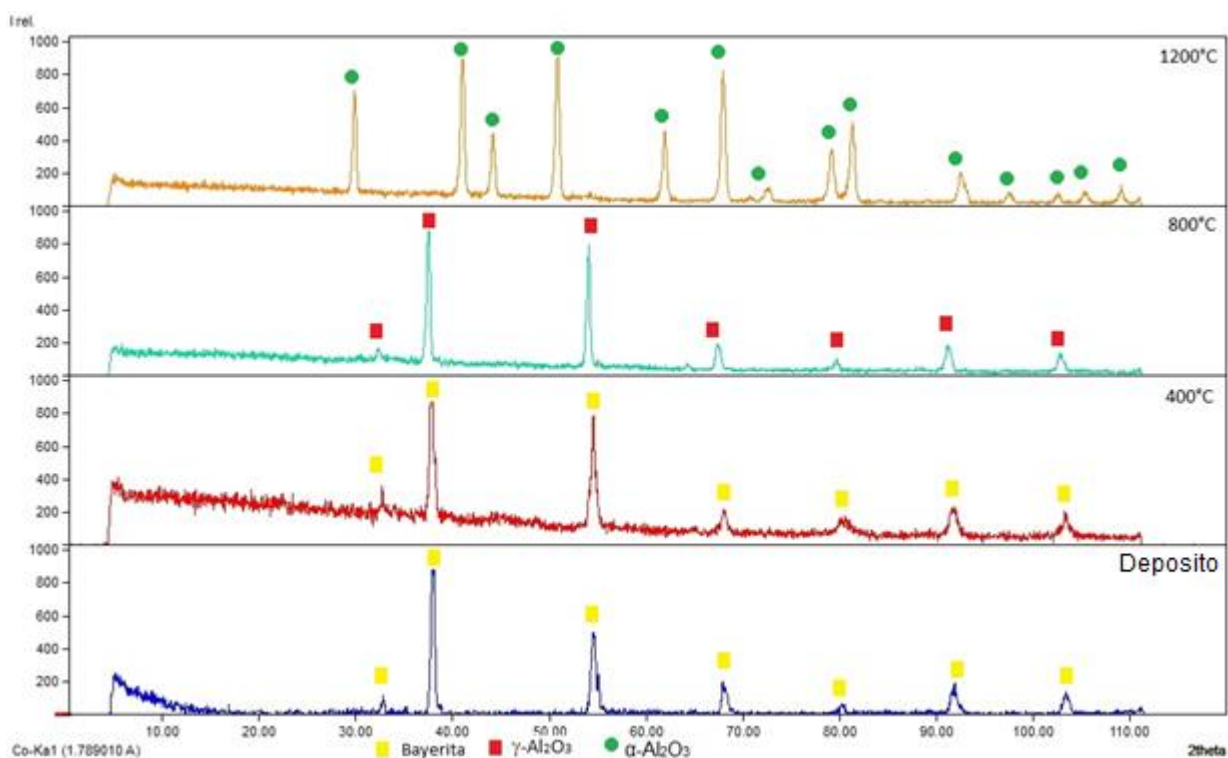


Figura 41 Difractograma de los depositos calcinados a 400°C, 800°C y 1200°C

En la figura 41 se observa que los depósitos tratados térmicamente a 400°C durante 2 horas corresponden también a la presencia de Bayerita, debido a que las señales (picos) identificadas en los ángulos (2θ) 33.06°, 56.69°, 68.14°, 80.56°, 91.86° y 103.22°, coinciden con los de la ficha PDF 96-901-6647. Esto indica que hasta esta temperatura (400 °C) no existe cambio de fase de los depósitos. Es decir, muy probablemente solo existe la evaporación de agua física del sólido, sin que exista alguna transformación de fase como fue observada en la bibliografía por algunos autores como García Mayorga y colaboradores. En el difractograma de los polvos tratados térmicamente a 800°C durante 2 horas, se observó la transformación a alúmina gamma (γ -Al₂O₃), cuyas señales son identificadas en los ángulos (2θ) 32.15°, 37.56°, 53.78°, 67.36°, 79.80°, 91.05°, 102.60°, que coinciden con la ficha PDF 96-101-0462. Esta especie fue diferente a la obtenida anteriormente por algunos tales como García Mayorga y colaboradores Además, como se puede

apreciar en el difractograma correspondiente a 1200°C, se llevó a cabo la transformación completa del depósito obtenido en alúmina alfa ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$), cuyas señales son identificadas en los ángulos (2θ) 29.37°, 41.56°, 44.43°, 50.86°, 62.46°, 68.10°, 72.34°, 79.36°, 81.55°, 92.66°, 97.48°, 102.31° y 105.81°, que coinciden completamente con la ficha PDF 96-900-7497. Esto demostró que es posible obtener alfa-alúmina ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) con alta pureza, a partir de una especie precursora como la bayerita ($\alpha\text{-Al}(\text{OH})_3$) obtenida electroquímicamente como depósito.

4.4.4 Calcinación de precipitados obtenidos a partir de la solución de aluminio ajustando el pH con NH_4OH

La figura 42 muestra los patrones de difracción de rayos X correspondientes a los polvos obtenidos en los precipitados generados durante el estudio cronoamperometrico, a partir de una solución de aluminio empleando NH_4OH para ajustar el pH.

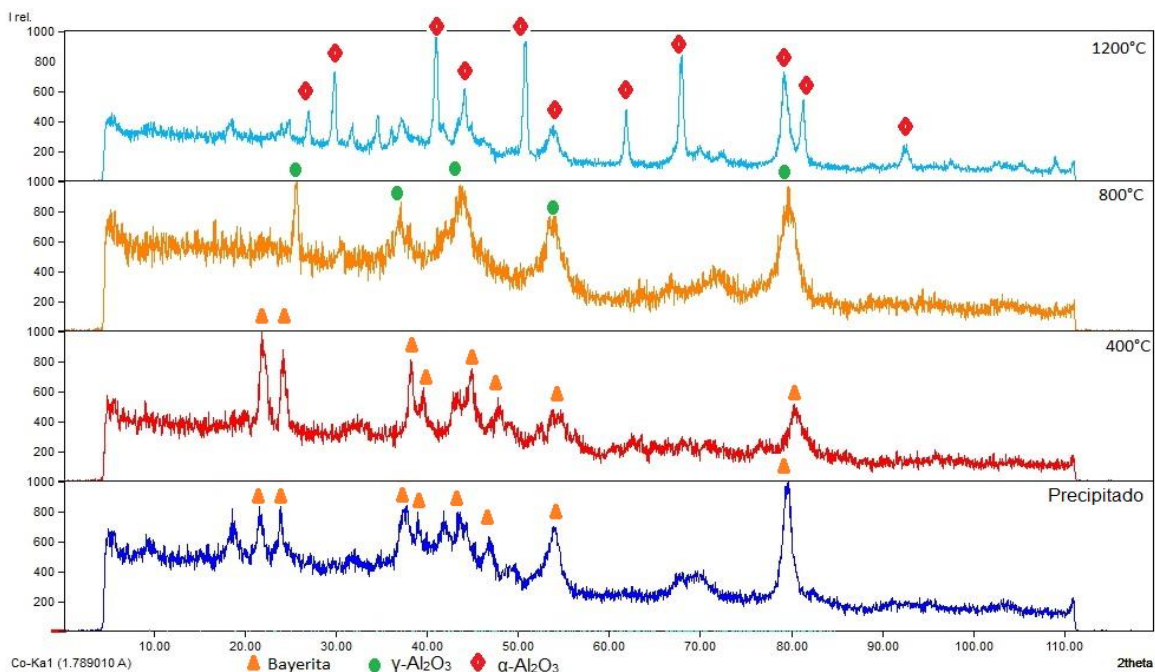


Figura 42 Difractograma de los precipitados calcinados a 400°C, 800°C y 1200°C

En la figura 42 se puede apreciar que los polvos obtenidos de los precipitados corresponden principalmente a una matriz amorfa, donde la fase principal obtenida es la bayerita ($\alpha\text{-Al}(\text{OH})_3$). La cual es identificada por sus principales señales

emplazadas en los ángulos (2θ) 18.97° , 22.04° , 24.08° , 37.92° , 41.91° , 44.39° , 59.14° , 79.18° con la ficha PDF 96-901-6647. En la calcinación que se realizó a 400°C se pudo observar que la especie de bayerita ($\alpha\text{-Al}(\text{OH})_3$) aún está presente. Lo cual indica que, hasta esta temperatura de calcinación, la Bayerita no sufre transformación de fase. En la calcinación correspondiente a 800°C se observa una transformación del hidróxido de aluminio (Bayerita) a alúmina gamma ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$). La cual se identifica por sus principales señales en los ángulos (2θ) 21.84° , 24.10° , 37.97° , 39.57° , 44.49° , 54.77° , 79.25° con la ficha PDF 96-901-6647. Finalmente, la calcinación realizada a 1200°C durante un tiempo de 2 a 3 horas permite observar una transformación de alúmina gamma ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) a alfa alúmina ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$). La cual fue identificada por sus principales señales en los ángulos (2θ) 29.57° , 40.82° , 44.18° , 50.61° , 53.47° , 62.01° , 68.01° , 79.11° , 81.11° , 92.41° con la ficha PDF 96-900-7497. Por lo tanto, los resultados muestran que es posible obtener alfa-alúmina ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) con alta pureza, a partir de una especie precursora como la bayerita ($\alpha\text{-Al}(\text{OH})_3$) obtenida a partir de un precipitado. El cual fue obtenido debido al cambio de pH interfacial ocasionado por la reacción de evolución de hidrógeno acoplada durante el proceso electroquímico.

CONCLUSIONES

En el presente trabajo de investigación se determinó que es posible establecer una metodología para obtener una especie precursora para la obtención de alfa alúmina ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$), mediante una solución preparada a partir de latas de aluminio recicladas y la implementación de técnicas electroquímicas, por lo que se obtuvieron las siguientes conclusiones:

- La solución de aluminio que se preparó utilizando residuos urbanos (latas de aluminio) y una solución de hidróxido de sodio permite obtener una suficiente concentración de aluminio y libre de impurezas tales como Mn, Mg, Fe y Cu. Esta solución fue utilizada para obtener una especie precursora depositada sobre los electrodos de aluminio o para obtener una especie precipitada.
- Mediante la implementación de técnicas electroquímicas de voltamperometría cíclica y cronoamperometría, se determinó el rango de potenciales para la electrosíntesis catódica y la obtención de los depósitos sobre electrodos de aluminio, en un rango de potenciales entre -2.1 y -2.4V. Además, también se determinó que se puede obtener un precipitado debido al cambio de pH interfacial ocasionado por la reacción de evolución de hidrógeno acoplada durante el proceso electroquímico.
- Se determinó que el uso de hidróxido de sodio para ajustar el pH de la solución de aluminio antes de la electrosíntesis, permite obtener una especie precursora (bayerita) sobre el electrodo, libre de impurezas y con una mejor cristalinidad; además de cierta cantidad de precipitado. Sin embargo, cuando se usó hidróxido de amonio para ajustar el pH de la solución de aluminio antes de la electrosíntesis, no se pudieron observar depósitos suficientes, pero en cambio se obtuvo una mayor cantidad de precipitado que presenta una estructura de baja cristalinidad.
- Mediante la calcinación de los depósitos y precipitados obtenidos, así como el empleo de la técnica de DRX se pudieron determinar las transformaciones de fase de la especie precursora (bayerita). La transición de bayerita a

alúmina gamma ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) a una temperatura de 800°C, y posteriormente la transformación a alfa alúmina ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) a una temperatura de 1200°C.

- Por último, se determinó que a partir de la fase precursora (bayerita) obtenida por depósito con mayor cristalinidad o con el precipitado de baja cristalinidad, se logra obtener la fase de alfa alúmina ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) con una alta pureza, similar del estándar.

Por lo tanto, los resultados determinaron que la metodología usada en este trabajo, permitió obtener una especie precursora (bayerita) para la producción de polvos de alfa alúmina ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) con alta pureza, utilizando una solución de aluminio preparada a partir de residuos urbanos (latas de aluminio) y la implementación de técnicas electroquímicas. Lo cual es una alternativa viable ya que permite la disminución del uso de reactivos químicos y el ahorro de energía; así como la implementación de acciones que promueven el reciclaje, lo que en consecuencia permite realizar nuevos estudios para realizar un análisis más detallado.

REFERENCIAS

- Alvarado, A., Mata, R., & Chinchilla, M. (2014). Arcillas identificadas en suelos de Costa Rica a nivel generalizado durante el período 1931-2014: ii. Mineralogía de arcillas en suelos con características vérticas y oxídico caoliníticas. *Agronomía Costarricense*, 38(1), 75–106.
- Annal Therese, G. H., & Vishnu Kamath, P. (2000). Electrochemical Synthesis of Metal Oxides and Hydroxides. *Chemistry of Materials*, 12(5), 1195–1204. Recuperado de <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/cm990447a>
- Arteaga, J. R. (2014, febrero 6). México 'se dobla' en el mercado de aluminio. *Forbes*, p. 1. Recuperado de <http://www.forbes.com.mx/mexico-se-dobla-en-el-mercado-de-aluminio/>
- Auerkari, P. (1996). *Mechanical and physical properties of engineering alumina ceramics*. (T. R. C. of Finland, Ed.), VTT Tiedotteita - Valtion Teknillinen Tutkimuskeskus (I). Finlandia: Technical Research Centre of Finland. <https://doi.org/10.1016/j.cgh.2009.06.023>
- Bancomext. (2018, mayo). La Industria Del Aluminio En México. *Comercio exterior Bancomext*, 5. Recuperado de <http://www.revistacomercioexterior.com/articulo.php?id=120&t=la-industria-del-aluminio-en-mexico>
- Castañeda, J. I. G. (2002). *Obtención y caracterización de la capa de óxido crecida sobre la aleación "Fe22%wtCr5%wtAl"*. Instituto Politécnico Nacional. <https://doi.org/dfgdfg>
- Castillo, R. M. (2007). El aluminio aspectos generales. *Tecnología Del Aluminio*, 75. <https://doi.org/10.13140/RG.2.1.4493.3527>
- Chang, R. (2002). *Química General*. (McGrawHill, Ed.) (Séptima ed). Ciudad de Mexico, Mexico. <https://doi.org/9789701038949>
- El Hajjaji, S., El Alaoui, M., Simon, P., Guenbour, A., Ben Bachir, A., Puech-Costes, E., ... Aries, L. (2005). Preparation and characterization of electrolytic alumina deposit on austenitic stainless steel. *Science and Technology of Advanced Materials*, 6(5), 519–524. <https://doi.org/10.1016/j.stam.2005.01.004>
- Farrera G, L. (2001). Introducción a la electroquímica. Ciudad de Mexico, Mexico: UNAM. <https://doi.org/10.1271/bbb.68.1142>
- García-Mayorga, J. ., Urbano Reyes, G., Veloz Rodríguez, M. ., Reyes-Cruz, V., Cobos-Murcia, J. ., & Hernández Ávila, J. (2016). Estudio electroquímico preliminar para la obtención de α -alúmina a partir de chatarra de aluminio (Vol. 3, pp. 33–42). Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo. Recuperado de <https://www.uaeh.edu.mx/scige/boletin/aactm/n2/t5.html>

- Ginting, E. M., & Bukit, N. (2015). Synthesis and characterization of alumina precursors derived from aluminum metal through electrochemical method. *Indonesian Journal of Chemistry*, 15(2), 123–129. <https://doi.org/10.1007/s002780100156>
- Gosález Pastor, I., & López, A. (2010). *Los discursos de las alumnas de ingeniería. Percepciones de una minoría. Universitat Rovira i Vir-gil.*
- Guillén, J. L. (2006, agosto). El aluminio mundo actual. *Ingenieros de minas*, 1–13. Recuperado de <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=2223984>
- Hernandez, M. T., & Gonzalez, M. (2002). Synthesis of resins by microwave and infrared heating as precursors of alpha-alumina. Comparison of the results. *Euro Ceramics Vii, Pt 1-3, 206–2, 71–74.* <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.206-213.71>
- Hidalgo, R. T. (2012). La exposición al aluminio y su relación con el ambiente y la salud. *Tecnogestión*, 9(1), 3–11. Recuperado de <http://revistas.udistrital.edu.co/ojs/index.php/tecges/article/view/5646/7164>
- IGEME. (s/f). *Estudio económico y tecnológico para explotación y aprovechamiento de rocas industriales.* (Instituto geológico y minero de España, Ed.) (XIII). Barcelona España: Instituto geológico y minero de España.
- IMER. (2015). *Metalurgia del aluminio* (No. I). Barcelona España. Recuperado de [http://www.prtr-es.es/data/images/Guía Tecnológica Metalurgia del plomo-009479ECD5B9A4D7.pdf](http://www.prtr-es.es/data/images/Guía_Tecnológica_Metalurgia_del_plomo-009479ECD5B9A4D7.pdf)
- INEGI. (2009). *Estadísticas a propósito de ... los Envases metálicos.* Aguascalientes, Mexico. Recuperado de http://internet.contenidos.inegi.org.mx/contenidos/productos/prod_serv/contenidos/espanol/bvinegi/productos/estudios/economico/a_proposi_de/EnvasesMetal.pdf
- INQU. (s/f). *Electroquímica experimental.* Xalapa, Veracruz,,: Universidad Euro Hispanoamericana.
- Maffia, G. (2012). *Estructura y Propiedades - Aluminio y sus aleaciones.* La Plata, Argentina: Universidad Nacional de la Plata. Recuperado de https://www.academia.edu/9320946/ESTRUCTURA_Y_PROPIEDADES_DE_LAS_ALEACIONES
- Millán Delgado, F. (2016). *Fabricación y caracterización de la aleación de aluminio reciclado con adición de silicio particulado.* Universidad Nacional de Colombia. Universidad Nacional de Colombia. Recuperado de <http://www.bdigital.unal.edu.co/51352/>
- O.A, P., & DAMASKÍN, B. . (1981). *Fundamentos de la Electroquímica teórica* (i). Moscú Rusia: Mir, Moscu.
- Paniagua Serrano, I. (2007). *Metodología de evaluación y análisis de Materiales*

de los puentes de fábrica de la red Ferroviaria. Escuela técnica superior de ingenieros de minas. Recuperado de http://oa.upm.es/1323/1/ILLAN_PANIAGUA_SERRANO.pdf

Reyes Baeza, A., & Garcia Mendoza, A. (2011). Principios de electroquímica analítica. *Unam*. Ciudad de Mexico, Mexico: UNAM. Recuperado de http://microelectrochemalexbaeza.com/wp-content/uploads/2015/04/DOC_APOY_FUNDAMENTOS_ELECTROANALITICA_2011_16333.pdf

Rodríguez Castillo, F. (2008). Principios de Electrolisis. Ciudad de Mexico, Mexico: UNAM.

Rodríguez Páes, J. . (2000). Síntesis de polvos cerámicos por el método de precipitación. *Boletín de la sociedad española de cerámica y vidrio*, 40, 184. Recuperado de <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=2895928>

Sánchez, A. (2014, diciembre). México recolecta latas y otros las aprovechan. *El Financiero*, 2018. Recuperado de <http://www.elfinanciero.com.mx/archivo/mexico-recolecta-latas-y-otros-las-aprovechan.htm>

Sánchez, M. M. (2013). *Obtención de alúmina a partir del reciclado de latas De aluminio en medio ácido en poza rica, Veracruz*. Universidad Veracruzana.

SEMARNAT. (2015). *Informe de la situación del medio ambiente en Mexico* (1a ed.). (S. de M. A. y R. Naturales, Ed.) (Vol. 1). Distrito Federal. Mexico: Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales. Recuperado de <https://www.gob.mx/semarnat>

SEMARNAT. (2016). Residuos sólidos urbanos, la otra cara de la basura. Ciudad de Mexico, Mexico: Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales. Recuperado de https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/39412/RESIDUOS_SOLIDOS_URBANOS-_ENCARTE.pdf

Shirai, T., Watanabe, H., Fuji, M., & Takahashi, M. (2009). Structural Properties and Surface Characteristics on Aluminum Oxide Powders. *Annual report of the Ceramics Research Laboratory Nagoya Institute of Technology*, 9, 23–31. <https://doi.org/10.4067/S0370-41062001000300016>

Silva, L. G. (2016). Aluminio en la construcción, sostenibilidad maleable. *Pro Materiales*, 52–53. Recuperado de <https://promateriales.com/pdf/pm0706.pdf>

Tatsuya, M., Hidetaka, A., Satoshi, H., & Sachiko, O. (2015). Fabrication and Characterization of Single Phase α -Alumina Membranes with Tunable Pore Diameters. *Materials (Basel)*. Recuperado de <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC5455454/>

Tierra, A. de la. (2015). Reciclaje del aluminio. En *Amifos de la tierra* (I, pp. 1–5). Amigos de la tierra.

- Vega, V. (2012). Fabricación y Caracterización de Materiales Nanoestructurados Obtenidos Mediante Técnicas Electroquímicas. *Universidad de Oviedo*, 233.
- Wefers, K., & Misra, C. (1987). *Oxides and Hydroxides of Aluminum*. (A. Laboratories, Ed.) (I). Alcoa Laboratories.
- Yan, T., Guo, X., Zhang, X., Wang, Z., & Shi, J. (2016). Low temperature synthesis of nano alpha-alumina powder by two-step hydrolysis. *Materials Research Bulletin*, 73, 21–28. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2015.08.021>