



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS

INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIAS BÁSICAS Y APLICADAS

CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS
(CIICAp)

**FORMACIÓN DE COMPUESTOS DE C-B₄C
(NANOPOLVOS Y MUESTRAS 3D) DURANTE LA
REDUCCIÓN CARBOTÉRMICA DEL B₂O₃**

TESIS PROFESIONAL PARA OBTENER EL GRADO DE:
MAESTRÍA EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS

PRESENTA:

ING. MÓNICA TORRES ÁLVAREZ

DIRECTORA: Dra. Abigail Parra Parra.

SINODALES: Dra. Elvia Terán Salgado, Dr. Pedro Antonio Márquez Aguilar,
Dr. Jorge Luis Hernández Morelos, Dr. Ulises León Silva.

CUERNAVACA, MORELOS

ABRIL DE 2026

FORMACIÓN DE COMPUESTOS DE C-B₄C
(NANOPOLVOS Y MUESTRAS 3D) DURANTE
LA REDUCCIÓN CARBOTÉRMICA DEL B₂O₃

Ing. Torres Álvarez Mónica

25 de mayo de 2026

Índice General

1	Antecedentes	4
1.1	Introducción	4
1.1.1	Problemática	5
1.2	Justificación	6
1.3	Hipótesis	6
1.4	Objetivo	7
1.4.1	General:	7
1.4.2	Específicos:	7
2	Marco Teórico	8
2.1	Materia Orgánica.	8
2.2	Tratamiento de biosólidos en agua residual	8
2.3	Carbono.	11
2.4	Boro.	12
2.5	Materiales Compuestos.	14
2.6	Carburo de Boro.	15
2.7	Reducción Carbotérmica.	19
2.8	Obtención de Polvos.	24
2.8.1	Nanomateriales: Nanopolvos	27
2.9	Compactación de Polvos.	29
2.10	Estructura de los Materiales.	31
2.11	Materiales Amorfos.	31
2.12	Técnicas de caracterización.	33
2.12.1	Difracción de Rayos X	33
2.12.2	Fluorescencia de Rayos X de Polvos	34
2.12.3	Microscopía Electrónica de Barrido	35
2.12.4	Espectroscopía de Energía Dispersiva	35
2.12.5	Simulación y Modelado	36

3	Desarrollo Teórico/Experimental	38
3.1	Materiales y Equipo:	38
3.1.1	Herramientas Computacionales	39
3.1.2	Metodología experimental:	39
3.1.3	Preparación de Mezclas RLA-Óxido de Boro (B_2O_3) y Pro- ceso de Tratamiento Térmico de Muestras 3D	43
3.2	Caracterización.	46
3.2.1	Difracción de Rayos X	46
3.2.2	Fluorescencia de Rayos X de Polvos	47
3.2.3	Microscopía Electrónica de Barrido	48
3.2.4	Espectroscopía de Energía Dispersiva	48
3.2.5	Simulación y Modelado	49
4	Resultados y Discusión	51
4.1	Caracterización de la materia prima:	51
4.1.1	Análisis de Fluorescencia de Rayos X (FRX) de los RLA	51
4.1.2	Análisis de datos de Difracción de Rayos X (DRX)	55
4.1.3	Análisis de datos de Difracción de Rayos X (DRX) del Óxido de Boro (B_2O_3)	57
4.2	Caracterización de polvos obtenidos a partir de las mezclas RLA- B_2O_3	58
4.2.1	Análisis de datos de Difracción de Rayos X (DRX)	58
4.2.2	Análisis de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y el análisis de datos de la Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDS)	64
4.3	Caracterización de las muestras 3D a partir de las mezclas RLA- B_2O_3	68
4.3.1	Análisis de datos de Difracción de Rayos X (DRX)	68
4.3.2	Análisis de datos de Fluorescencia de Rayos X (FRX)	70
4.3.3	Análisis de datos mediante Modelado y Simulación	72
4.3.4	Análisis de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y el análisis de datos de la Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDS)	76
5	Conclusiones	80
6	Trabajo a Futuro	82

7 Aplicaciones Potenciales	84
Lista de Abreviaturas	92
Referencias	94
Anexo A	108
Anexo B	112

Índice de Figuras

2.2.1 Tipos de tratamiento de Biosólidos.	9
2.2.2 Proceso aerobio y subproceso con lodos activados.	10
2.3.1 Esquema de las estructuras de carbono. a) Diamante, b) Grafito, c) Grafeno.	11
2.4.1 Formas alotrópicas de los icosaedros formados por boro, a) forma tetragonal, b) forma romboédrica.	13
2.4.2 a) Diagrama de fases del B_2O_3 , b) Patrón de difracción de rayos X (Difracción de rayos X (DRX))	14
2.5.1 Fases de un material compuesto.	15
2.6.1 Estructuras cristalinas del Carburo de Boro (B_4C)	16
2.6.2 Diagrama de fases del B_4C según (a) que muestra al $B_{13}C_2$ como la fase estequiométricamente estable y presume la presencia de varias fases a baja temperatura, y (b) que muestra al más amplia- mente aceptado B_4C como la fase estequiométricamente estable, con soluciones sólidas con B y C en cada lado respectivo.	19
2.7.1 a) Esquema del reactor de crisol de grafito de laboratorio. b) Esquema del proceso de reducción carbotérmica rápida.	20
2.7.2 Ilustración del uso del sistema PLD.	21
2.7.3 Dispositivo para síntesis asistida por campo eléctrico.	21
2.8.1 Molino de bolas.	25
2.8.2 Atomización por agua y gas.	26
2.8.3 Diferentes formas de partículas.	26

2.8.4	Evolución estructural de nanopartículas: formación de nanopulvos.	29
2.9.1	Diagrama esquemático de diferentes métodos de compactación de partículas.	30
2.9.2	Esquema de tipos de compactación de polvos y sus instrumentos.	31
2.10.1	Disposición atómica, iónica o molecular de los materiales.	31
2.11.1	Patrones de difracción de rayos X (DRX) de B_4C amorfo.	32
2.12.1	Patrón de difracción de rayos X. Cristalino a), Mediante simulación de amorfización al 10 % b) y 100 % c), experimentales d). . .	37
3.1.1	Almacenamiento de los Lodos Residuales Activados (RLA)a) iniciales, b) secos.	39
3.1.2	Proceso de acondicionamiento del B_2O_3	40
3.1.3	Horno de vacío marca Yifan modelo Y-1200, bomba de vacío marca Edwards.	42
3.1.4	Proceso de preparación de las mezclas de RLA- B_2O_3 y tratamiento térmico.	43
3.1.5	Molino planetario marca Retsch modelo PM 400/2.	44
3.1.6	Prensa Hidráulica Manual marca MSE PROTM.	45
3.1.7	Preparación de Mezclas compactadas de RLA- B_2O_3 y tratamiento térmico.	46
3.2.1	Difractómetro de Rayos X, Siemens D-500.	47
3.2.2	Fluorómetro de Rayos X, X S8 TIGER de Bruker.	48
3.2.3	Microscopio Electrónico de Barrido (FE-SEM), Schottky (SU5000 HITACHI) con detector XFlash (6-60 Bruker).	49
4.1.1	Concentración porcentual de las muestras iniciales y con un $T_{tr} = 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$, a) Óxidos y b) Elementos.	54
4.1.2	Patrones de difracción de RLA inicial (a, b) y después de tratamiento térmico a $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 1h (a',b').	55
4.1.3	Patrones de difracción de rayos X de RLA para prueba 2 después del tratamiento térmico a diferentes temperaturas, durante 1 hora.	57
4.1.4	Patrón de difracción de rayos X de B_2O_3 inicial a) y posterior a un tratamiento térmico a $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 1 hora b).	58

4.2.1	Patrones de Difracción de Rayos X de mezclas RLA-B ₂ O ₃ en un rango de 10-90 % en peso de RLA y 90-10 % en peso de B ₂ O ₃ respectivamente, tratados térmicamente a 500 y 1000 °C durante 1 hora.	59
4.2.2	Patrones de Difracción de Rayos X de mezclas 50 % RLA- 50 % B ₂ O ₃ , con un tratamiento térmico desde 400 a 1100 °C durante 1 hora.	60
4.2.3	Cambio de intensidad en los picos relacionado a las fases cristalinas correspondientes a C, Ca y Si.	61
4.2.4	Cambio de intensidad (a) y posición (b) de fase amorfa intensa en función de la temperatura de tratamiento para la mezcla 50 % RLA – 50 % B ₂ O ₃ . $t_{tr}=1$ h.	61
4.2.5	Simulación y Modelado de fases cristalinas a amorfas del C y B ₄ C.	62
4.2.6	Tipos de patrones de difracción de rayos X de muestras de polvo sinterizadas en diferentes ambientes gaseosos a 1000 °C durante 1 hora.	63
4.2.7	Cambio de intensidad del pico característico del B ₂ O ₃ de las mezclas: a) 50 % RLA- 50 % B ₂ O ₃ con una temperatura de sinterizado desde 400 °C- 1100 °C, b) con respecto al tiempo de tratamiento térmico 1, 3 y 5 horas para las mezclas 50 % RLA- 50 % B ₂ O ₃ y 80 % RLA- 20 % B ₂ O ₃ y c) porcentaje de contenido de RLA (40-80 %).	64
4.2.8	Micrografías de los polvos sinterizados a $T_{tr}=500$ y 900 °C.	65
4.2.9	Diagramas simplificados de la formación de B ₄ C cristalino (a) y amorfo (b).	66
4.2.10	Tamaño de partícula de las mezclas, a) 50 % en peso RLA - 50 % en peso de B ₂ O ₃ con un $T_{tr} = 500$ °C, $t_{tr} = 1$ h, b) 40 % en peso RLA - 60 % en peso de B ₂ O ₃ , $T_{tr} = 900$ °C, $t_{tr} = 1$ h y c) 30 % en peso RLA - 70 % en peso de B ₂ O ₃ , $T_{tr} = 900$ °C, $t_{tr} = 1$ h.	67
4.3.1	Patrones de DRX para las mezclas compactadas a 5 Ton, $t_{tr}= 5$ h, a) $T_{tr}=500$ °C, b) $T_{tr}=900$ °C, c) $T_{tr}=1000$ °C.	69
4.3.2	Patrones de DRX para las mezclas compactadas a 15 Ton, $T_{tr}=1100$ °C durante 5 h.	70

4.3.3	Simulación de superposición de halos con diferentes componentes: a) Al, a') (C amorfo + B ₄ C amorfo) + Al amorfo; b) Fe, b') (C amorfo + B ₄ C amorfo) + Fe amorfo; c) Si, c') (C amorfo + B ₄ C amorfo) + Si amorfo; d) Ca, d') (C amorfo + B ₄ C amorfo) + Ca amorfo. Nota: La línea roja consiste de la superposición de 80 % de C amorfo + 20 % de B ₄ C amorfo y la línea azul es la simulación del halo superpuesto más próximo al experimental.	73
4.3.4	Simulación de superposición de halos con diferentes componentes: e) CaC ₂ , e') (C amorfo + B ₄ C amorfo) + CaC ₂ amorfo; f) Fe ₃ C, f') (C amorfo + B ₄ C amorfo) + Fe ₃ C amorfo; g) SiC, g') (C amorfo + B ₄ C amorfo) + SiC amorfo. Nota: La línea roja consiste de la superposición de 80 % de C amorfo + 20 % de B ₄ C amorfo y la línea azul es la simulación del halo superpuesto más próximo al experimental.	74
4.3.5	Simulación de superposición de halos con diferentes componentes: h) Fe ₄ C, h') (C amorfo + B ₄ C amorfo) + Fe ₄ C amorfo; i) Fe ₄ C amorfo + CaSi ₂ amorfo, i') (C amorfo + B ₄ C amorfo) + (Fe ₄ C amorfo + CaSi ₂ amorfo (línea verde)). Nota: La línea roja consiste de la superposición de 80 % de C amorfo + 20 % de B ₄ C amorfo, y la línea azul es la simulación del halo superpuesto más próximo al experimental.	76
4.3.6	Micrografías electrónicas de barrido para las piezas compactadas a 15 Ton, T _{tr} = 1100 °C.	77
4.3.7	Distribución elemental de las muestras compactadas a 15 Ton, T _{tr} = 1100 °C, t _{tr} = 5h, modo mapeo.	78
4.3.8	Modelado de un material amorfo multicompuesto.	79
7.0.1	A) Micrografía Electrónica de Barrido para la mezcla 50 % en peso RLA – 50 % en peso B ₂ O ₃ , compactada a 15 Ton T _{tr} =1100°C t _{tr} = 5h. B) Análisis y medición de tamaño de poro.	84
7.0.2	A) Micrografía Electrónica de Barrido para la mezcla 40 % en peso RLA – 60 % en peso B ₂ O ₃ , compactada a 15 Ton T _{tr} = 1100 °C t _{tr} = 5h. B) Análisis y medición de tamaño de poro.	85
7.0.3	A) Micrografía Electrónica de Barrido para la mezcla 30 % en peso RLA – 70 % en peso B ₂ O ₃ , compactada a 15 Ton T _{tr} = 1100 °C t _{tr} = 5h. B) Análisis y medición de tamaño de poro.	85

7.0.4	Esquema del dispositivo de almacenamiento de energía fabricado.	86
7.0.5	Circuito eléctrico RC.	87
7.0.6	Curva de carga-descarga del supercapacitor con corriente variable.	88
7.0.7	Diagrama de Nyquist para ESD. Los recuadros muestran el diagrama a altas frecuencias y el modelo de circuito equivalente.	89
7.0.8	Curva de carga-descarga del supercapacitor con corriente variable.	91
7.0.9	Rampa de calentamiento a 1000°C durante 1 hora.	109
7.0.10	Rampa de calentamiento a 900°C durante 1 hora.	111

Índice de Tablas

2.3.1	Propiedades físicas y químicas del Carbono.	12
2.6.1	Propiedades del B ₄ C.	17
2.6.2	Antecedentes de las aplicaciones de los materiales compuestos de B ₄ C.	18
2.7.1	Síntesis de materiales compuestos por reducción carbotérmica.	22
2.8.1	Clasificación de los nanomateriales de acuerdo a sus dimensiones.	28
3.1.1	Materiales y equipo utilizado en la síntesis de los compuestos.	38
3.1.2	Porcentaje de composiciones de las muestras.	41
3.1.3	Parámetros clave controlados.	46
4.1.1	Composición de RLA.	51
4.1.2	Análisis FRX de RLA iniciales secos.	52
4.1.3	Análisis FRX de RLA después del tratamiento térmico a 1000°C durante 1 hora de la primera muestra.	53
4.1.4	Análisis FRX de RLA segunda muestra secos.	53
4.1.5	Análisis FRX de RLA después del tratamiento térmico a 1000 °C durante 1 hora, segunda muestra.	54
4.2.1	Composición elemental de las muestras (% en peso).	65
4.3.1	Análisis FRX de la mezcla: 30 % en peso de RLA - 70 % en peso de B ₂ O ₃ , T _{tr} = 1100 °C, t _{tr} = 5 horas, compactado a 15 Ton.	71

4.3.2 Análisis FRX de la mezcla: 40 % en peso de RLA - 60 % en peso de B ₂ O ₃ , T _{tr} = 1100 °C, t _{tr} = 5 horas, compactado a 15 Ton. . . .	71
4.3.3 Análisis FRX de la mezcla: 50 % en peso de RLA - 50 % en peso de B ₂ O ₃ , T _{tr} = 1100 °C, t _{tr} = 5 horas, compactado a 15 Ton. . . .	72
7.0.1 Parámetros de la simulación de los datos del EIS.	90
7.0.2 Ejemplo de rampa de calentamiento	108
7.0.3 Ejemplo de rampa de temperatura.	110

Resumen

La presente investigación tuvo como propósito la síntesis de un material compuesto mediante tratamiento térmico en una atmósfera de deficiencia de oxígeno, utilizando mezclas de los Residuos de Lodos Activados (RLA) y Óxido de boro (B_2O_3) en diferentes proporciones (x-y % en peso), y un rango de temperaturas de 400 a 1100 °C. La caracterización mediante Fluorescencia de rayos X (FRX), Difracción de Rayos X (DRX) y Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) revelaron la estructura; fases cristalinas y elementos/óxidos presentes en las mezclas. Dependiendo de la temperatura de sinterización y la composición de las mezclas, ocurre simultáneamente la formación de carbón derivado de la carbonización de los lodos residuales. Este carbón (partículas de carbono y gas como Dióxido de Carbono (CO_2)) actúa como agente reductor en procesos de reducción carbotérmica y metalotérmica de óxidos. Tras el tratamiento térmico entre 400 y 600 °C, se identificaron fases cristalinas como subóxido de Boro (B_6O), Silicio (Si), Calcio (Ca), Carboboruro de calcio (CaB_2C_2), Carburo de boro ($B_{25}C$) y Boro (B).

Conforme aumenta la temperatura y el contenido de RLA en la mezcla, el material adquiere una naturaleza progresivamente más amorfa, evidenciada por la disminución en la intensidad de los picos de DRX asociados a fases cristalinas y el aumento del halo difuso. A la temperatura máxima de tratamiento térmico 1100 °C, no se observó la formación adicional de Carburo de boro (B_4C) cristalino, pero sí un marcado incremento en la intensidad del halo amorfo, cuyo máximo se desplazó hacia valores menores del ángulo 2θ . Este comportamiento sugiere la formación predominante de carburo de boro en fase amorfa, en lugar de la fase cristalina tradicional. Para caracterizar la formación de fases cristalinas en los materiales cerámicos amorfos sintetizados a bajas temperaturas (500-1100 °C), se simulaban patrones de DRX mediante funciones gaussianas: $I(2\theta) = \sum_{fase} A_{fase} \exp\left(-\frac{(2\theta - \mu_{fase})^2}{2\sigma_{fase}^2}\right)$, donde A, μ, σ representan la amplitud, posición y ancho asociados a cada fase cristalina. Esta modelización, desarrollada en Python, permitió analizar la superposición de halos amorfos y picos cristalinos en compuestos Carbono-Carburo de boro (C- B_4C) obtenidos por reducción carbotérmica de B_2O_3 a partir de RLA. La simulación reveló la

coexistencia de halos asociados a fases cristalinas como C, B_4C , Carburo de Hierro (Fe_4C) y Siliciuro de Calcio ($CaSi_2$), facilitando un análisis cualitativo de su fracción. Además, confirmó que la formación predominante de fases amorfas se atribuye a los óxidos residuales presentes en los RLA (Óxido de Hierro (Fe_2O_3), Óxido de Aluminio (Al_2O_3), Óxido de Silicio (SiO_2), Óxido de Calcio (CaO)). Estos óxidos, al integrarse en la matriz durante la reacción $RLA + B_2O_3$, inhiben la cristalización completa del B_4C , favoreciendo en cambio la síntesis de materiales cerámicos multicomponentes amorfos. En conclusión, el planteamiento experimental valida el uso sostenible de residuos para fabricar materiales funcionales con propiedades ajustables mediante el control de parámetros de síntesis.

Abstract

The purpose of this research was to synthesize a composite material through heat treatment in an oxygen-deficient atmosphere, using mixtures of Wasted Activated Sludge (WAS) and boron oxide B_2O_3 in different proportions (x-y wt %), within a temperature range of 400 to 1100 °C. Characterization by X-ray Fluorescence (XRF), X-ray Diffraction (XRD), and scanning electron microscopy (SEM) revealed the structure, crystalline phases, and the elements/oxides present in the mixtures. Depending on the sintering temperature and mixture composition, the formation of carbon derived from the carbonization of the residual sludge occurred simultaneously. This carbon acted as a reducing agent in carbothermic and metallothermic reduction processes of oxides. After thermal treatment between 400 and 600 °C, crystalline phases such as Suboxide of boron (B_6O), Silicon (Si), Calcium (Ca), Calcium carboboride (CaB_2C_2), Boron carbide (B_2C), and Boron (B) were identified.

As the temperature and WAS content in the mixture increased, the material acquired a progressively more amorphous nature. This was evidenced by a decrease in the intensity of XRD peaks associated with crystalline phases and an increase in the diffuse halo. At the maximum treatment temperature 1100 °C, no additional formation of crystalline boron carbide (B_4C) was observed. Instead, a marked increase in the intensity of the amorphous halo occurred, with its maximum shif-

ting toward lower 2θ angles. This behavior suggested the predominant formation of amorphous boron carbide rather than the conventional crystalline phase.

To characterize the formation of crystalline phases in the amorphous ceramic materials synthesized at low temperatures (500–1100 °C), XRD patterns were simulated using Gaussian functions:

$I(2\theta) = \sum_{\text{phase}} A_{\text{phase}} \exp\left(-\frac{(2\theta - \mu_{\text{phase}})^2}{2\sigma_{\text{phase}}^2}\right)$, where A , μ , and σ represent the amplitude, position, and width associated with each crystalline phase. This modeling, developed in Python, enabled the analysis of the overlap between amorphous halos and crystalline peaks in carbon-boron carbide (C-B₄C) composites obtained via the carbothermic reduction of B₂O₃ from WAS. The simulation revealed the coexistence of halos associated with crystalline phases such as C, B₄C, Iron carbide (Fe₄C) and calcium silicide (CaSi₂), facilitating a qualitative analysis of their relative fractions. Furthermore, it confirmed that the predominant formation of amorphous phases was attributed to the residual components present in WAS (Iron oxide (Fe₂O₃), aluminum oxide (Al₂O₃), silicon oxide (SiO₂), and calcium oxide (CaO)). These oxides, when integrated into the matrix during the reaction WAS + B₂O₃, inhibit the complete crystallization of B₄C, favoring instead the synthesis of multicomponent amorphous ceramic materials. In conclusion, the experimental approach demonstrates the sustainable use of waste for the fabrication of functional materials with tunable properties by controlling the synthesis parameters.

Capítulo 1

Antecedentes

1.1. Introducción

La obtención de nuevos materiales compuestos mediante alternativas sostenibles y económicas se ha convertido en un tema de alta relevancia debido a sus propiedades mejoradas, fácil obtención y menor impacto ambiental. En particular, la formación de materiales compuestos cerámicos multifásicos con estructura amorfa representa un creciente interés en el campo de los materiales avanzados, dada la combinación de sus propiedades mecánicas, térmicas y eléctricas.

Usualmente, la fabricación de estos materiales cerámicos emplea agentes químicos como medio de obtención para asegurar la reacción química. Sin embargo, el uso de dichos agentes impacta negativamente al medio ambiente y los procesos asociados demandan largos periodos de tiempo, además, el proceso resulta costoso. En el caso específico del B_4C , su obtención mediante la reducción carbotérmica del B_2O_3 involucra temperaturas superiores a los $1800\text{ }^{\circ}\text{C}$ y un estricto control de la materia prima [1], lo que enfatiza ser un proceso costoso, prolongado y complejo. A esto se suma que el B_2O_3 presenta un punto de fusión bajo ($450\text{ }^{\circ}\text{C}$) [2], lo cual dificulta aún más el proceso de reducción.

Ante estas limitaciones, el uso de materia orgánica presente en los RLA como fuente de carbono, es una alternativa prometedora para sustituir a los agentes químicos convencionales en la función de agente reductor de óxidos.

En este trabajo se analiza el proceso de formación de compuestos $C-B_4C$ mediante la reducción carbotérmica de B_2O_3 a través del uso de RLA, estudiando sus impli-

caciones en la síntesis de nanopulvos y en la creación de muestras tridimensionales (3D), así como su caracterización mediante simulación y modelado. De este modo, se establece una base metodológica que permita optimizar la producción de estos materiales y contribuir a la comprensión de los procesos de síntesis y las condiciones que favorecen su formación.

La reducción carbotérmica del B_2O_3 mediante RLA involucra reacciones químicas complejas entre ambos materiales, así como transformaciones de fase a distintas temperaturas, factores que influyen directamente en la microestructura y en las fracciones de las fases cristalinas de los materiales resultantes. Comprender y controlar estos fenómenos es esencial para optimizar la producción de materiales C- B_4C , y representa una oportunidad para contribuir tanto al desarrollo de nuevos materiales como a la reducción del impacto ambiental asociado a su síntesis.

1.1.1. Problemática

En México la creación de nuevos materiales es poco accesible ya que su obtención es bastante costosa y tiene un alto impacto al medio ambiente, debido al uso de agentes químicos, que dan lugar a la contaminación local (del agua, los suelos, el aire, la flora y la fauna) y los efectos globales como: pérdida de la capa de ozono, efecto invernadero, pérdida de la biodiversidad, etc.

En la actualidad las industrias que generan desechos orgánicos no hacen buen uso de su reciclaje, desperdiciando los beneficios que brindan y aumentando la contaminación.

Cada mexicano produce, en promedio 944 gramos de residuos al día, esto representa una suma de 120 128 toneladas de desechos al día, en donde, el 46.42 % de estos desechos son de tipo orgánico, el 22.03 % de los residuos pertenece a materiales inorgánicos y el 31.55 % puede ser aprovechado, como ocurre con los materiales reciclables [3]. Entre estos residuos tipo orgánico y reciclables se encuentran los RLA, de los cuales se generan 60 millones de toneladas por año que necesitan ser aprovechadas, los cuales se estima un crecimiento del 30 al 40 % para estos últimos años [4].

Por otra parte, la formación de materiales compuestos de C- B_4C a bajas temperaturas es un tema complejo, debido a que la formación de B_4C usualmente es entre 1500 °C y 1800 °C [5].

En relación a la problemática expuesta, la elaboración de materiales compuestos de $C-B_4C$ a base de lodos residuales activados, pueden ser elaborados mediante uno de los mejores métodos de obtención de compuestos, la reducción carbotérmica, esta es una forma eficaz de aprovechar los recursos y contribuir a un cuidado ambiental. Asimismo, representa una alternativa sencilla y rápida para la obtención de compuestos con propiedades similares a las convencionales.

1.2. Justificación

En el Estado de Morelos existen 27 plantas de tratamiento de aguas residuales bajo la Norma Oficial NOM-001-SEMARNAT-2021 según el Gobierno del Estado de Morelos, las cuales generan 70.44 toneladas de lodos por día derivados del tratamiento de aguas residuales. En la Ciudad Industrial del Valle de Cuernavaca, Morelos, se generan alrededor de 20 toneladas de lodos por día, que se utilizan para el riego agrícola después de ser depurados en una planta de lodos activados los cuales son puestos a disposición para uso comercial y tecnológico [6].

Debido al alto contenido de materia orgánica presente en los RLA, permite la formación de carbono durante el tratamiento térmico en condiciones de deficiencia de oxígeno, actuando como agente reductor de B_2O_3 para la producción de materiales compuestos de $C-B_4C$.

El uso de RLA como fuente de carbono en la síntesis de nuevos materiales representa una alternativa sostenible, dado que aprovecha desechos para reducir el impacto ambiental, los costos de producción y los tiempos de síntesis, resultando en materiales innovadores, tecnológicos y con propiedades mejoradas.

1.3. Hipótesis

La reducción carbotérmica de B_2O_3 , utilizando los RLA como agente reductor y precursor de carbono, permitirá sintetizar materiales compuestos de C y B_4C .

1.4. Objetivo

1.4.1. General:

Síntesis y caracterización de compuestos de C-B₄C, mediante la reducción carbo-térmica de la mezcla B₂O₃ a partir de RLA.

1.4.2. Específicos:

- Sinterizar compuestos a partir de las mezclas de B₂O₃ y RLA en función de:
 - Las proporciones de los componentes de x % de B₂O₃ - y % de RLA.
 - Los rangos de temperatura y tiempo de tratamiento (T_{tr} , °C; t_{tr} , min, h) en condiciones de deficiencia de oxígeno.
- Caracterización de los compuestos mediante técnicas como difracción de rayos X (DRX), fluorescencia de rayos X (FRX), Microscopía electrónica de barrido (SEM), Espectroscopía de Energía dispersiva (EDS).

Capítulo 2

Marco Teórico

2.1. Materia Orgánica.

La materia orgánica es el conjunto de componentes químicos que contienen carbono en su estructura. Está formada principalmente por carbono, hidrógeno y oxígeno, además de elementos como nitrógeno, azufre y fósforo en proporciones menores [7]. Una característica fundamental de la materia orgánica es su capacidad de degradarse biológicamente, ya que los microorganismos pueden transformarla mediante procesos como la fermentación, la descomposición o la digestión aerobia y anaerobia. Puede encontrarse en desechos, como los lodos residuales, biosólidos etc [8]. En aguas residuales (aguas contaminadas por actividad humana, agrícola e industrial [9]), la materia orgánica se refiere a todos los componentes a base de carbono provenientes de organismos vivos o muertos, plantas y microorganismos, ya sean proteínas, azúcares, grasas y componentes celulares [10].

2.2. Tratamiento de biosólidos en agua residual

En 1991 la Federación del Medio Ambiente del Agua (WEF, *por sus siglas en inglés Water Environment Federation*) reconoció el término “biosólidos” [11], para separar la materia orgánica de los diferentes tipos de lodos en las plantas de tratamiento de aguas residuales municipales, que han pasado por procesos de tratamiento y estabilización para disminuir olores y niveles de patógenos. Los biosólidos se clasifican en: “Clase a” y “Clase b” según el nivel de patógenos [12], en la Figura 2.2.1 se puede observar los diferentes tipos de tratamientos para los biosólidos.

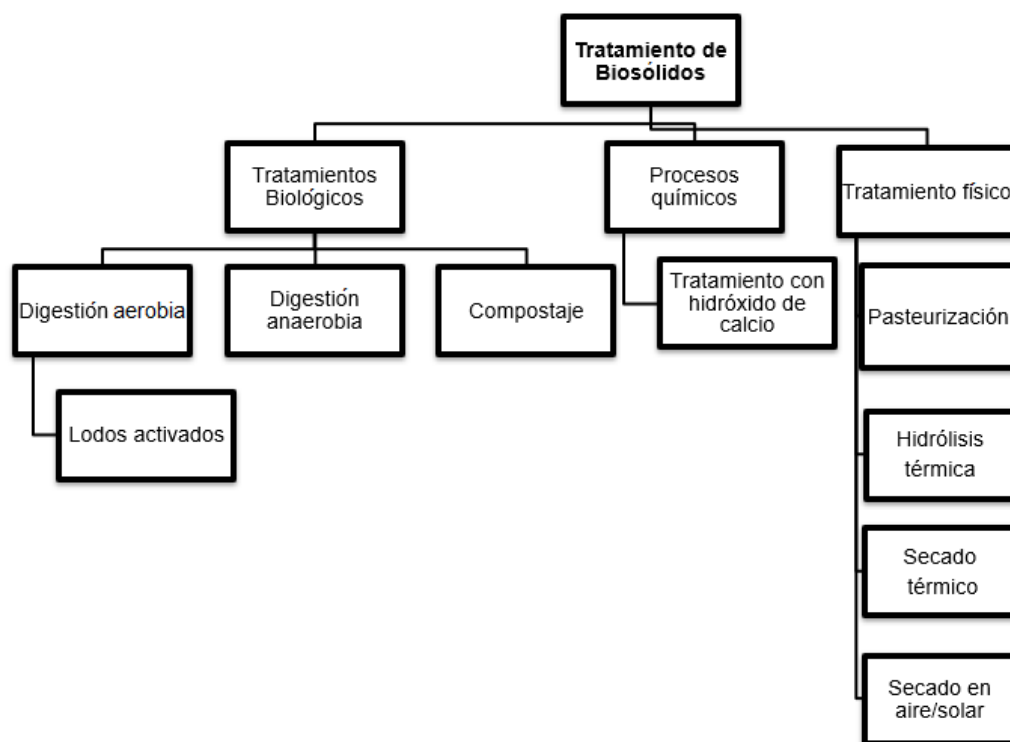


Figura 2.2.1 Tipos de tratamiento de Biosólidos.

Tratamientos biológicos: La **digestión aerobia** sirve para la eliminación de nutrientes como el nitrógeno y fósforo que pueden causar eutrofización (crecimiento de plantas y algas) [13] en aguas naturales. La digestión aerobia es adecuada para el tratamiento de aguas residuales donde el oxígeno se encarga de descomponer la materia orgánica presente y transformarla en biosólidos, dióxido de carbono y agua. De lo contrario, la digestión anaerobia trabaja en deficiencia de oxígeno, en donde las bacterias descomponen la materia orgánica a través de un proceso de fermentación, produciendo biogás como subproducto del proceso [14]. El compostaje se encarga de descomponer la materia orgánica por medio de la actividad enzimática de microorganismos, eliminando patógenos y convirtiendo la materia orgánica en sustancias húmicas macromoleculares [15] (sustancias orgánicas que resultan de la descomposición de plantas, animales y residuos microbianos [16]).

Uno de los procesos secundarios de la digestión aerobia es el sistema de Lodos Activados (por sus siglas en inglés Activated Sludge) (AS), este término referido a partículas producidas por el crecimiento de microorganismos en tanques de aireación [17, 18]. A su vez, los **RLA** es un coproducto del tratamiento secundario de aguas residuales basado en lodos activados (AS) (Figura 2.2.2), produciendo 60 millones de toneladas de sólidos secos por año a nivel mundial, que necesitan ser

tratados y puestos a disposición [19].

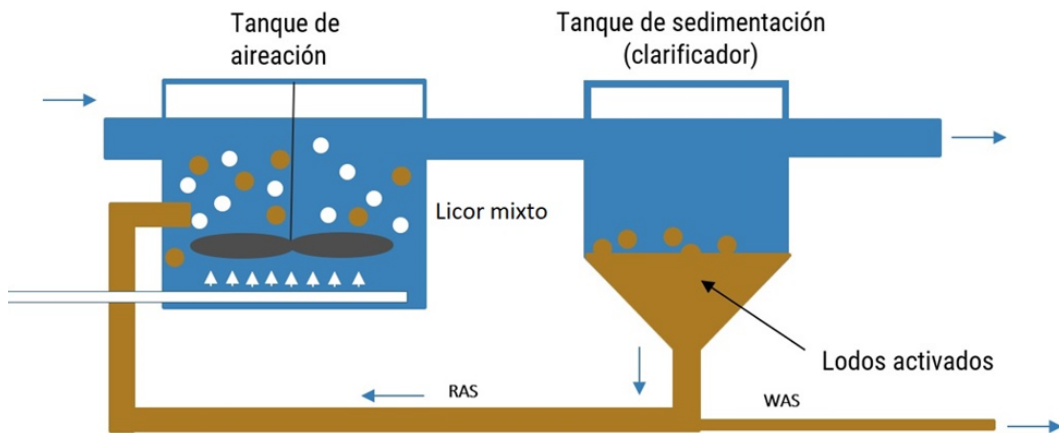


Figura 2.2.2 Proceso aerobio y subproceso con lodos activados.

De manera complementaria y para mayor entendimiento sobre los tratamientos de biosólidos, es importante mencionar los procesos químicos y físicos:

Procesos químicos: Las aguas Residuales contienen un bajo Potencial de Hidrógeno (pH) (3.0 y 4.0) y requieren un tratamiento para incrementar los niveles de pH de agua al rango de acción de los coagulantes (5.0-11.0), para regular su alcalinidad, incrementar su pH, reducir la presencia de sólidos y de carga orgánica se le añade hidróxido de calcio, óxido de calcio o alguna fuente de calcio para lograrlo [20].

Tratamientos físicos: Estos consisten en el uso de métodos mecánicos y físicos para eliminar contaminantes sin necesidad de agregar químicos. El calentamiento (165 °C durante 20-30 minutos [21]) y la concentración es un método de pasteurización para lograr la desinfección de los lodos residuales [22].

El proceso de hidrólisis térmica usa altas temperaturas y presión para desintegrar la estructura celular, los materiales orgánicos y disuelve los polímeros celulares naturales (sustancias expoliméricas, EPS), produciendo biogás de alta calidad [21]. Para lograr la eliminación del agua de los sólidos, produciendo una reducción de volumen y peso, se utiliza la tecnología de secado térmico, que consiste en el aumento de temperatura de la masa de los sólidos expulsando el agua en forma de vapor [23] ya sea por calor inducido o un secado a temperatura ambiente por medio del **aire** y el **sol**.

2.3. Carbono.

En el universo, el carbono (símbolo en la tabla periódica, C), es el elemento químico más importante. Es un sólido de color negro, no metálico, y se encuentra en el grupo 4A (grupo 14) y período 2 de la tabla periódica, número atómico 6 y masa atómica 12, es tetravalente, lo que significa que tiene una valencia de 4 [24]. En la corteza terrestre se presenta en forma de carbonatos, materia orgánica y dióxido de carbono en la atmósfera, construyendo la base de la vida en nuestro planeta [25]. El uso del carbono es de gran interés en el área de investigación debido a su habilidad de formar diferentes alótropos y estructuras (Diamante, Grafeno, Fullerenos, Tubos de Carbono) (Figura 2.3.1), estas dependen de cómo se enlazan y organizan los átomos en una estructura determinada, lo que provoca cambios en sus propiedades químicas y físicas [26].

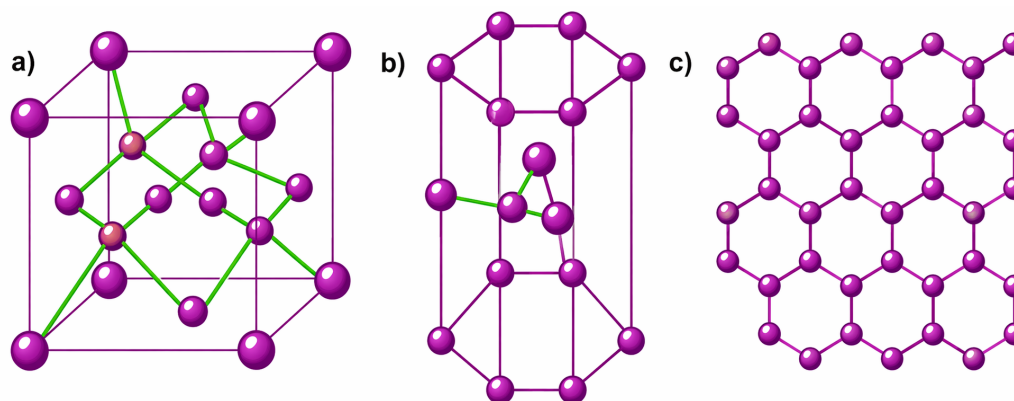


Figura 2.3.1 Esquema de las estructuras de carbono. a) Diamante, b) Grafito, c) Grafeno.

Las propiedades físicas y químicas se pueden observar en la siguiente Tabla 2.3.1 [27, 28].

Tabla 2.3.1 Propiedades físicas y químicas del Carbono.

Propiedades	Valor
Color	Por naturaleza negro
Configuración electrónica	$1s^2 2s^2 2p^2$
Peso atómico	12.01 g/mol
Enlaces químicos	Covalentes
Densidad	2.2 g/cm
Punto de fusión	3825 °C
Punto de ebullición	4000 °C
Electronegatividad	2.55
Magnetismo	No aplica
Maleabilidad	No aplica
Transparencia	Diamante si presenta
Conductividad térmica	Buena
Conductividad eléctrica	Excelente para el grafito
Dureza	Excelente para el diamante
Porosidad	Excelente para el carbono amorfo o activado
Isótopos	Carbono-12, Carbono-13 y Carbono-14

2.4. Boro.

El boro (símbolo en la tabla periódica B y número atómico 5), es un elemento químico (metaloide) presente en la corteza terrestre que no está en estado puro, generalmente se combina con oxígeno formando compuestos conocidos como boratos, bórax, ácido bórico y óxido de boro [29].

El boro puede presentarse en forma amorfa, con un color café o en forma metálica de color negro. Tiene formas alotrópicas con una estructura icosaédrica regular, que puede ser tetragonal (Figura 2.4.1). En esta última configuración, dos icosaedros pueden unirse mediante un enlace covalente de dos boros, o tres icosaedros pueden

unirse mediante dos electrones de los tres centros [30].

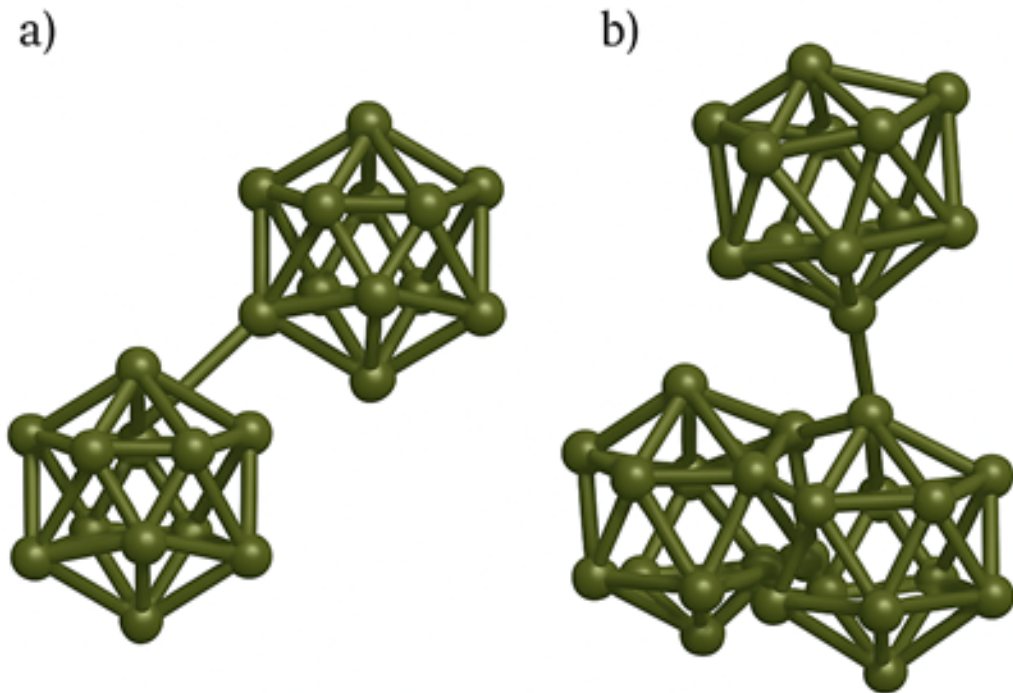


Figura 2.4.1 Formas alotrópicas de los icosaedros formados por boro, a) forma tetragonal, b) forma romboédrica.

Óxido de Boro

El Óxido de Boro (B_2O_3) es un óxido vítreo, usado en la industria del vidrio después del SiO_2 , su fase α - B_2O_3 a temperatura ambiente, formando una estructura hexagonal ($a = 4.336 \text{ \AA}$, $c = 8.340 \text{ \AA}$; $\rho = 2.55 \text{ g/cm}^3$). Al someterlo a altas temperaturas y presiones ($\sim 4 \text{ GPa}$) este se convierte en β - B_2O_3 , formando una estructura monoclinica ($a = 4.613 \text{ \AA}$, $b = 7.803 \text{ \AA}$, $c = 4.129 \text{ \AA}$; $\rho = 3.11 \text{ g/cm}^3$) [31]. La estabilidad de β - B_2O_3 se mantiene a altas presiones aunque a presión ambiente no sufre un cambio a α - B_2O_3 hasta llegar a su punto de fusión ($450 \text{ }^\circ\text{C}$, [2]). Las fases del óxido de boro se pueden apreciar en la siguiente Figura 2.4.2.

a)

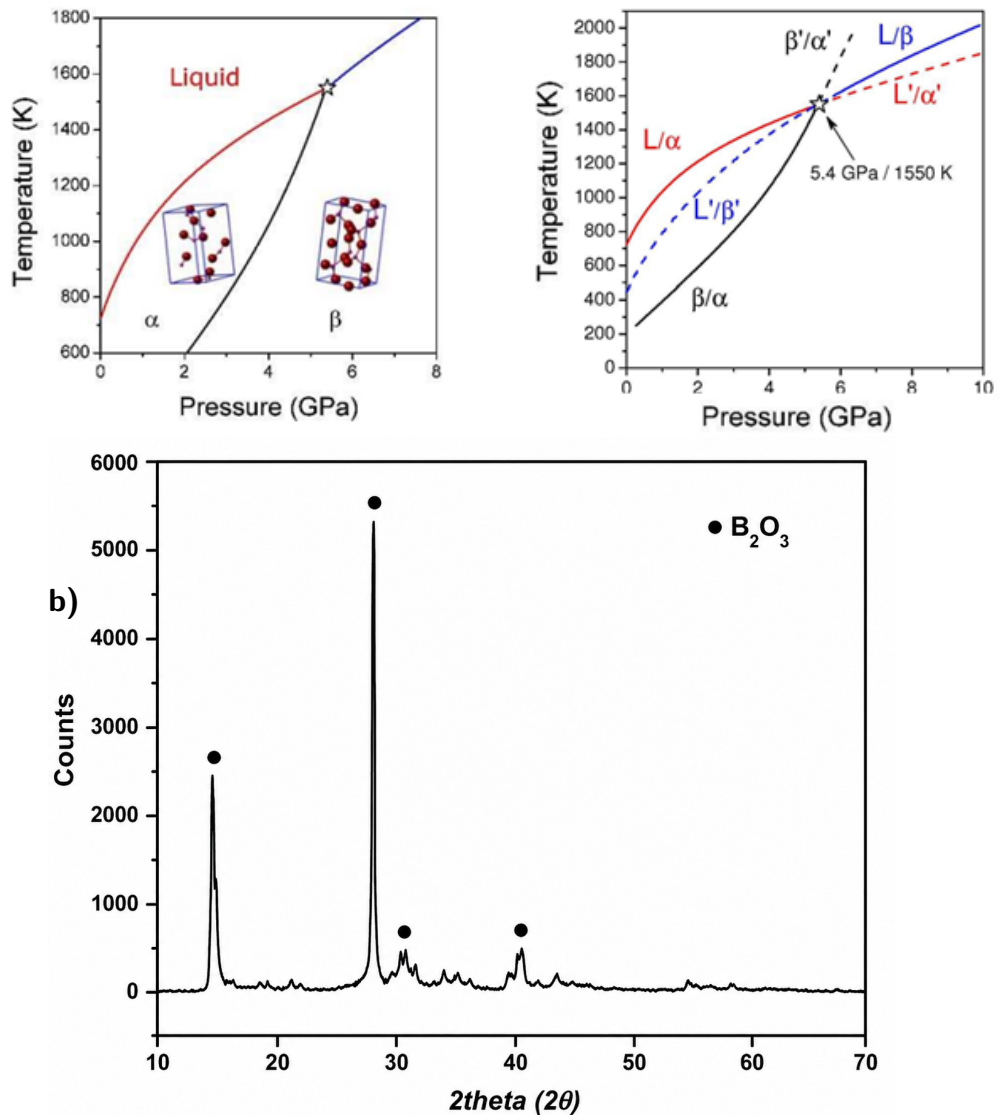


Figura 2.4.2 a) Diagrama de fases del B_2O_3 [31], b) Patrón de difracción de rayos X (DRX) [32].

2.5. Materiales Compuestos.

La unión o combinación de dos o más materiales para obtener las mejores propiedades de cada uno y producir un nuevo material con propiedades mejoradas se denomina material compuesto [33]. Pueden nombrarse dependiendo el tipo, la estructura y la ubicación del material matriz o elemento de refuerzo [34]. Estos principalmente se clasifican según el tipo de material que conforma la matriz (metálica, polimérica o cerámica) y los diferentes tipos de refuerzo (Figura 2.5.1).

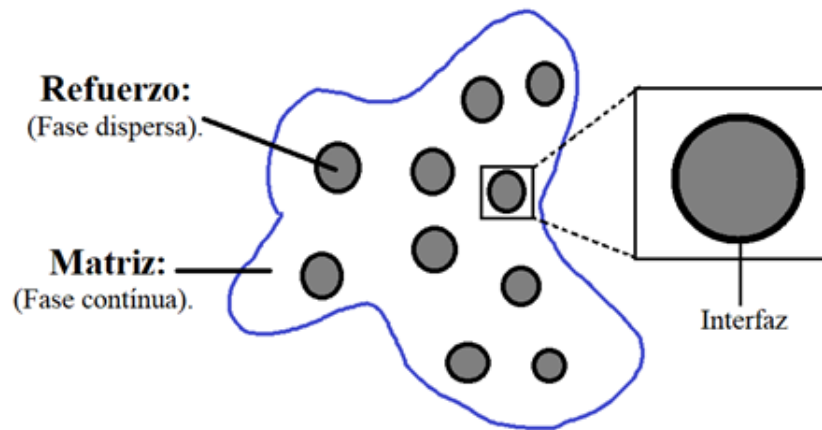


Figura 2.5.1 Fases de un material compuesto.

Las propiedades térmicas, mecánicas y químicas son determinadas según la matriz original del material compuesto, un ejemplo de esto son los materiales con matriz cerámica que brinda mayor resistencia a altas temperaturas que un material con matriz metálica [35].

2.6. Carburo de Boro.

El carburo de boro (B_4C) descubierto a finales del siglo XIX durante la producción de boruros de metal, es conocido por ser uno de los materiales más resistentes del mundo, superado por el diamante y el nitruro de boro cúbico, con una impresionante dureza de 9.497 en la escala de Mohs. La estructura cristalina del B_4C es romboédrica y consiste en icosaedros de 12 átomos ubicados en las esquinas de la celda unitaria y cadenas lineales de 3 átomos que unen los icosaedros a lo largo del eje romboédrico (1 1 1) (Figura 2.6.1, [5]).

Dentro de los átomos intersticiales puede suceder un intercambio de átomos de B y C, siendo la composición óptimamente estable de la celda unitaria, que puede escribirse de dos formas: B_6-CCCB_6 o $B_{12}C_3$.

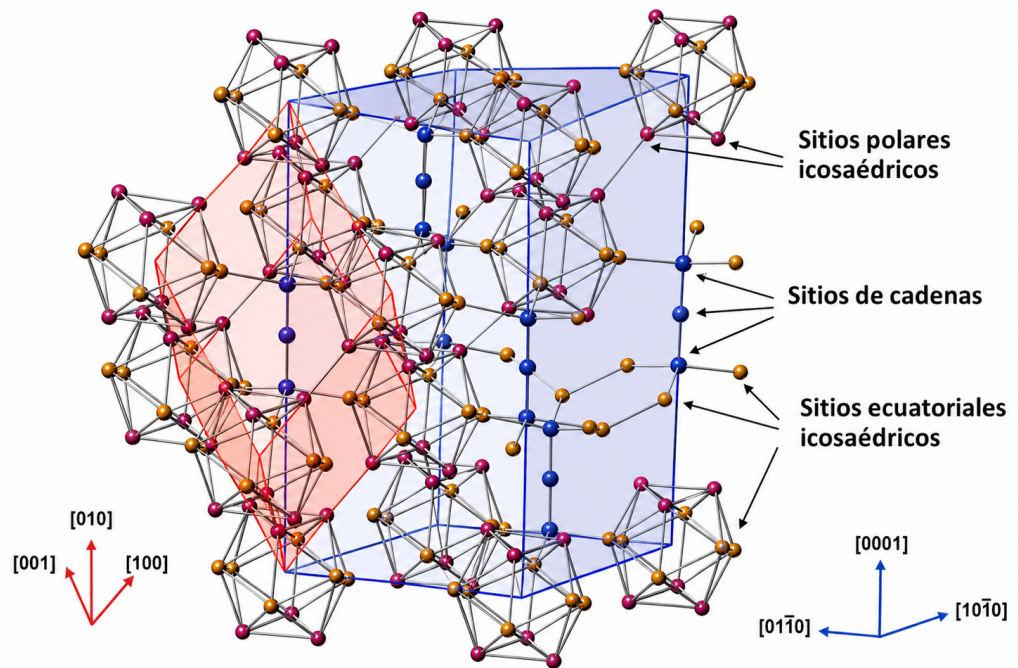


Figura 2.6.1 Estructuras cristalinas del B_4C [5].

Su fabricación implica reacciones de reducción de B_2O_3 en un entorno con abundancia de carbono, ya sea a través de un proceso de reducción carbotérmica o mediante reacciones en fase gaseosa [36], estas reacciones dan como resultado la obtención del boro elemental y la formación de carburos de boro. Algunas de sus propiedades se pueden observar en la Tabla 2.6.1 [37, 38]:

Tabla 2.6.1 Propiedades del B₄C.

Propiedad	Valor
Aislante térmico	Bueno
Resistencia térmica	Alta
Resistencia y dureza	29.1 GPa
Módulo elástico	448 GPa
Resistencia a ácidos y alcalinos	Excelente
Propiedades nucleares	Buena
Absorción de neutrones	600 barns
Resistencia al desgaste	Alta
Resistencia a la compresión	Alta
Densidad	2.52 g/cm ³
Temperatura de fusión	2450 °C (en atmósfera controlada)

Debido a sus propiedades, el B₄C se emplea en una variedad de aplicaciones en el campo de las cerámicas, usado como componente resistente al desgaste en sellos mecánicos, cojinetes, herramientas de corte, herramientas de rectificado de ruedas y boquillas de chorro [39]. Su extraordinaria dureza lo convierte en un abrasivo ideal para procesos de pulido y en herramientas con recubrimiento tipo diamante. Además, su capacidad para absorber neutrones sin generar radionúclidos de larga vida lo convierte en el material por excelencia para la absorción de radiación en instalaciones de energía nuclear. En el ámbito militar, se utiliza como armadura balística debido a su excepcional dureza y baja densidad, así como en la aeronáutica se usa debido a su baja densidad, resistencia al desgaste y a altas temperaturas [40].

En la siguiente Tabla 2.6.2, se muestran antecedentes de las aplicaciones del B₄C:

Tabla 2.6.2 Antecedentes de las aplicaciones de los materiales compuestos de B_4C .

Materiales	Aplicación	Referencia
FC/Epoxi NPS B_4C	Refuerzo	[41]
Quitosano orgánico, dextrina, celulosa, almidón y cloruro de polivinilo (PVC)	Absorbentes resistentes a altas temperaturas.	[42]
B_4C anisotrópico	Material abrasivo	[43]
Negro de carbón, hidruro de calcio	Catalizadores	[44]
Ácido bórico y negro de nanocarbono	Procesos industriales	[45]

Síntesis de compuestos de C- B_4C

La obtención de materiales cerámicos de B_4C suele sintetizarse a partir de prensados en caliente y altas temperaturas ($>2100\text{ }^{\circ}\text{C}$), es por eso que su uso como material de refuerzo es limitado [46].

A su vez, obtener la fase B_4C en alguna de sus formas estructurales anteriormente mencionadas y su pureza aumenta la dificultad de obtención [46]. En la Figura 2.6.2 se pueden observar los diagramas de fases de las diferentes estructuras cristalinas del B_4C .

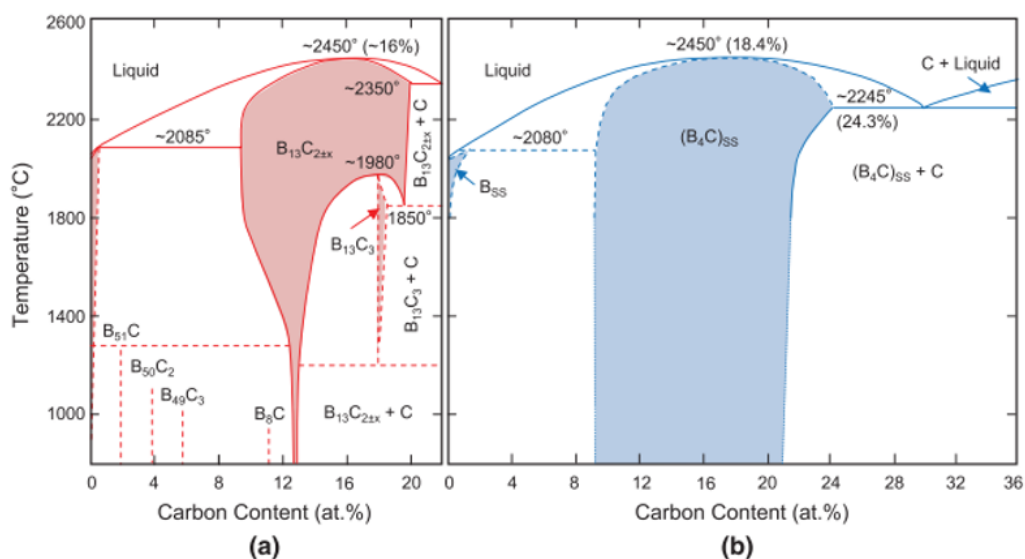
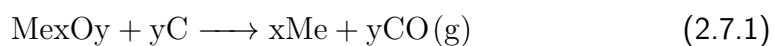


Figura 2.6.2 Diagrama de fases del B_4C según (a) que muestra al $B_{13}C_2$ como la fase estequiométrica estable y presume la presencia de varias fases a baja temperatura, y (b) que muestra al más ampliamente aceptado B_4C como la fase estequiométrica estable, con soluciones sólidas con B y C en cada lado respectivo [5].

Para la obtención de B_4C existen diferentes métodos, como prensado en caliente, sinterización de reacción y chispa de sinterización por plasma [47], todas estas tienen en común la reacción generada por medio de una reducción carbotérmica.

2.7. Reducción Carbotérmica.

La **reducción carbotérmica** es una reacción donde el carbono (grafito, coque de petróleo, gas CO_2 , materia orgánica) reacciona con un óxido metálico para producir un metal elemental [48].



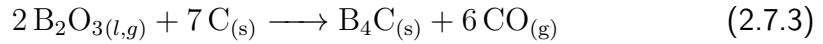
Reducción carbotérmica del B_2O_3

La formación de compuestos de B_4C puede ocurrir mediante la siguiente reacción:



En esta reacción, el carbono reduce el óxido de boro para formar boro elemental (B) y monóxido de carbono (CO). A su vez, al reaccionar el carbono y el óxido de

boro a temperaturas altas (1500-2000 °C) se forma B_4C y monóxido de carbono como subproducto en forma gaseosa [1].



Al contener B_2O_3 en forma líquida a baja temperatura, la reducción del mismo debe llevarse a altas temperaturas, para que la fase líquida del B_2O_3 reaccione con la fase sólida del C.

Weimer y sus compañeros [49] sintetizaron B_4C por medio de reactores de grafito con temperaturas controladas, donde el óxido de boro se encontraba en una zona fría y el carbono en el reactor principal con temperaturas altas (Figura 2.7.1 a), método adaptado por Muhammet Fatih Toksoy [50] donde contiene una zona de enfriamiento y de calentamiento con la adición controlada de B_2O_3 (Figura 2.7.1 b)).

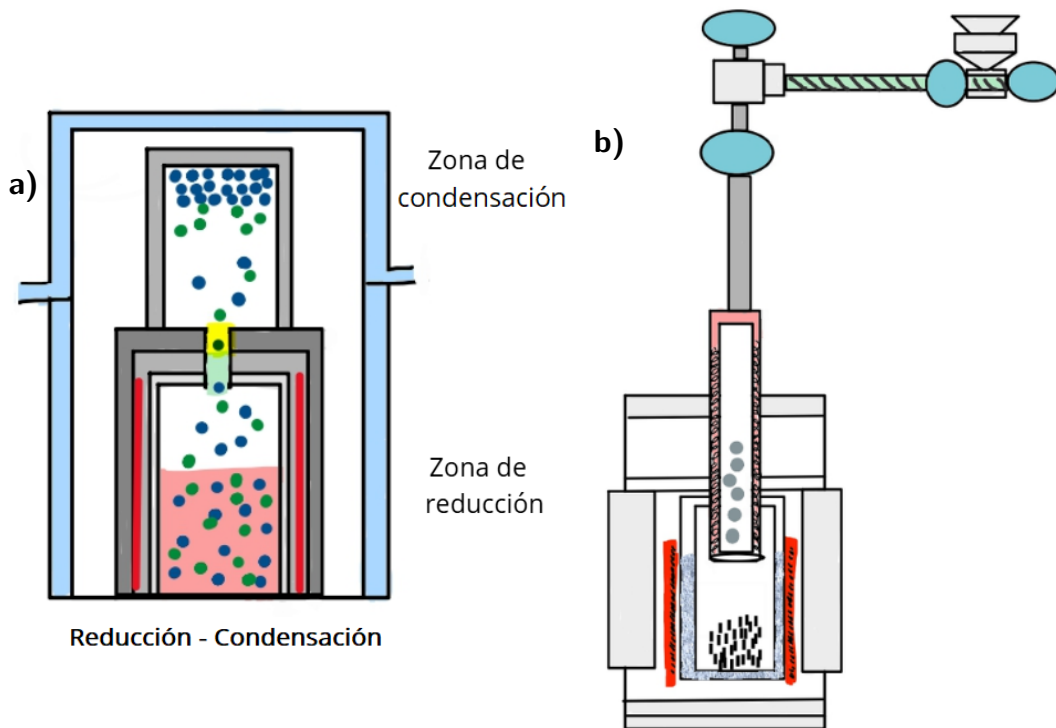


Figura 2.7.1 a) Esquema del reactor de crisol de grafito de laboratorio. b) Esquema del proceso de reducción carbotérmica rápida.

Mientras que Falko Jahn y Steffen Weißmantel [51] usaron deposición química de vapor por láser pulsado para obtención rápida de B_4C , logrando obtener altas temperaturas inducidas por el láser y a su vez mantenían a la fuente de boro a 800 °C, ver Figura 2.7.2.

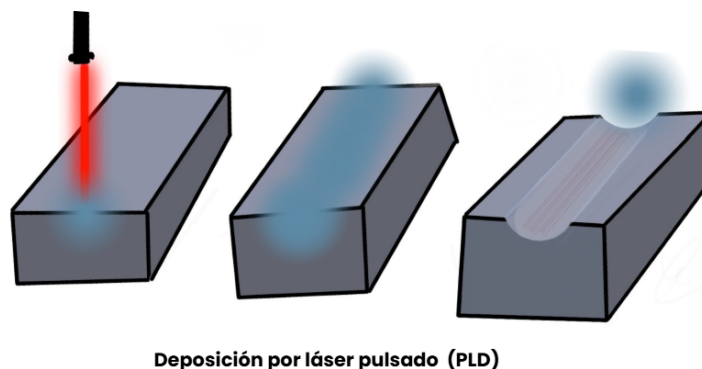


Figura 2.7.2 Ilustración del uso del sistema PLD.

Otro método de obtención usado en la literatura es el uso de arco eléctrico, donde se alcanzan temperaturas de 1400-1600 °C (Figura 2.7.3) [45].

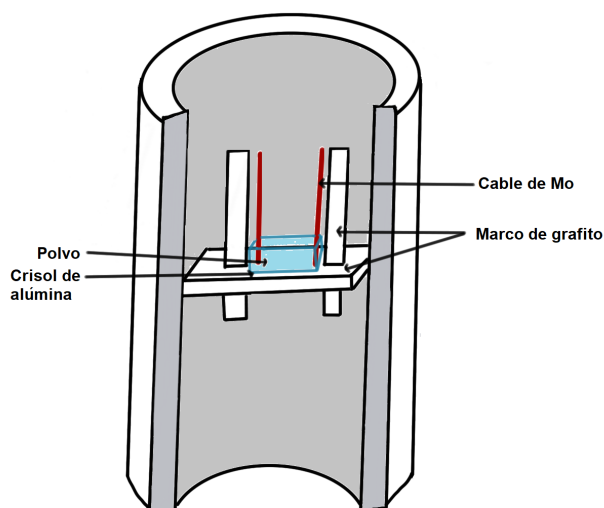


Figura 2.7.3 Dispositivo para síntesis asistida por campo eléctrico.

Es importante destacar que la formación específica de compuestos de B_4C , así como sus estructuras y propiedades, varían significativamente según las condiciones de reacción, la pureza de los reactivos y los parámetros de procesamiento utilizados [52], tal como se muestra en la Tabla 2.7.1.

Tabla 2.7.1 Síntesis de materiales compuestos por reducción carbotérmica.

Precursor	Condiciones experimentales	Resultados/ Referencia
Polvo de hierro, polvo de coke y ganga de carbón.	Mezclaron: Polvo de hierro, polvo de coke y ganga de carbón, en un molino planetario. Calentaron en un horno a 1400-1550 °C durante 4h. Enfriaron a temperatura ambiente.	1. El material cerámico resultante obtuvo una distribución de grano uniforme. 2. Sus propiedades aumentaron como lo fue la densidad y dureza [53].
Silicio y negro de carbón	Relación Si:C 1:1.8 Molienda en molino de bolas 300 rpm durante 20 h. Secar en horno 100°C durante 12h. Calentar con temperatura programada desde 1100-1450 °C por 1.5 h respectivamente. Eliminar residuos disparando al aire a 750 °C durante 1 h. Baño ultrasónico. Precipitar durante 24 h y filtrar. Secar a 80 °C por 12 h.	1. Tamaño de partícula de 48.56 nm. 2. Granos finos con forma esférica. 3. Alta densidad. 4. Alta resistencia a la flexión [54].
Poliestireno, bentonita, sacarosa saturada, tezontle y vidrio.	Molienda de materiales en un molino planetario. Calentar a 600, 700 y 900 °C por 60 min. Calentar la solución de sacarosa hasta caramelizar y el agua este evaporada. Calentar a 600, 700 y 900 °C por 15 min.	1. Morfología porosa. 2. Tamaño de poro 5 mm [55].
<i>Continúa en la siguiente página</i>		

Precursor	Condiciones experimentales	Resultados/ Referencia
Al₂O₃-SiC grafeno	y Colocar los polvos en un molde de grafito en un SPS a 1 Pa con un calentamiento de 100°C progresivamente hasta alcanzar la temperatura máxima de 1760 °C, la temperatura se mantiene durante 5 min y se deja enfriar progresivamente.	1. Composites con propiedades como extrema dureza. 2. Tamaño: forma de disco de 20 mm de diámetro y 4 mm de espesor [56].
Cordierita, MgO-Al₂O₃-MoO₃	Los polvos se mezclaron utilizando un molino de aleación mecánica con un medio de molienda de bolas de zirconia con movimiento planetario, velocidad de 350 rpm durante un tiempo de 3 h. Las pastillas se obtuvieron mediante el uso de una prensa hidráulica uniaxial se utilizó una presión de 2 Ton por 1 minuto. Calentar a una temperatura de 80 °C durante un período de 2 h, posteriormente las muestras se sinterizaron a 1100 °C, 1200 °C, 1300 °C y 1400 °C, utilizando un horno de resistencias convencional y tiempo de permanencia de 2 h, usando una velocidad de calentamiento de 10 °C/min, y una velocidad de enfriamiento de 10 °C/min.	1. Cristalinidad. 2. Material sólido compacto [57].
<i>Continúa en la siguiente página</i>		

Precursor	Condiciones experimentales	Resultados/ Referencia
Resina fenólica, pentacloruro de tantalio y acetil acetona.	El TaCl_5 se disolvió en etanol con acetil acetona en un baño de aceite durante 1 h. La solución se solidificó a $80\text{ }^\circ\text{C}$ durante 1 h y eliminó impurezas a $200\text{ }^\circ\text{C}$ por 2 h. Calentar en horno tubular con atmósfera de argón a $1200\text{ }^\circ\text{C}$ por 2 h.	1. Tamaño 25 nm. 2. Forma de semi esférica a cúbica cristalina. 3. Reflextancia 15.29 %. 4. Distancia interplanar de 0.256 nm [58].
Marmatita, óxido de calcio, carbón activado, nitrógeno.	Molieron la marmatita en un mortero y lo tamizaron para obtener partículas entre $64\text{ }\mu\text{m}$ y $49\text{ }\mu\text{m}$. Se secaron y posteriormente se molieron los materiales primarios en un frasco de vidrio con esferas de vidrio a 60 rpm por 20 min. Calentaron la mezcla obtenida en un horno previamente calentado de $800\text{ }^\circ\text{C}$ a $1150\text{ }^\circ\text{C}$ por 85 min. Se enfriaron a temperatura ambiente.	1. Tamaño de partícula $53\pm 45\text{ }\mu\text{m}$ [59].
Ácido bórico y lactosa.	Bajo atmósfera de nitrógeno a $1500\text{ }^\circ\text{C}$ durante 3 horas.	Nanoagujas de BN y partículas hexagonales de B_4C [60].

2.8. Obtención de Polvos.

La parte más pequeña de un material sólido es denominado **polvo** [61]. Para llegar a su fabricación existen diferentes procesos físicos como: La molienda mecánica que consiste en tener un material sólido el cual se coloca dentro de tambores, molinos planetarios, etc. para triturar y mezclar los materiales a utilizar. El principio fundamental del proceso de molienda radica en la energía impartida a las muestras durante el impacto entre los medios de molienda, y la reducción del tamaño de

grano se logra mediante la transferencia de energía cinética de las bolas al polvo. Como se muestra en la Figura. 2.8.1, este proceso depende del tipo de molino, el medio de molienda, la intensidad de la molienda, la atmósfera de molienda, la proporción de peso entre las bolas y el polvo, el tiempo y la temperatura de molienda [62].

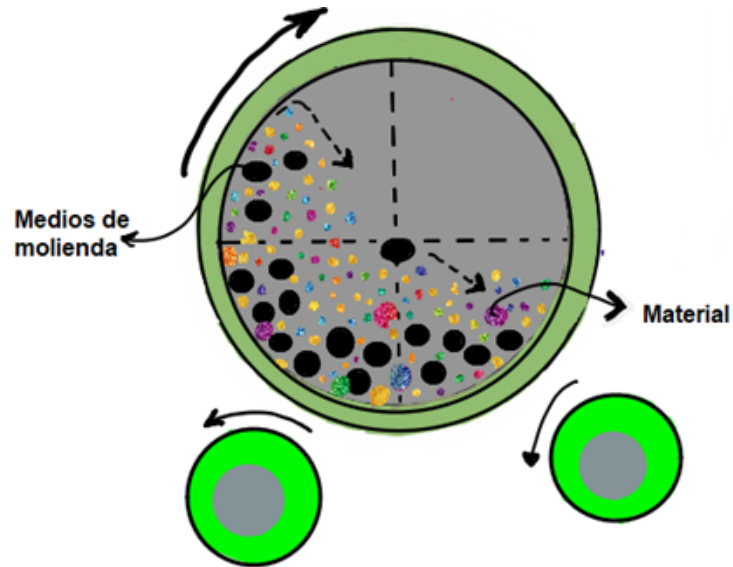


Figura 2.8.1 Molino de bolas.

Otros métodos físicos son el **atomizado por agua** y por gas, estos procesos ocupan calentamiento previo de la materia sólida a pulverizar, hasta obtener el material fundido, el cual pasará al reactor bajo atmósferas controladas y al añadirse a la zona de enfriamiento será atomizado por medio de agua o gas, en donde se estarán formando las partículas sólidas en menores tamaños (Figura 2.8.2). Las formas y tamaños de las partículas pueden variar según la fuerza de aceleración de la presión del agua/gas y la viscosidad de la aleación fundida [63].

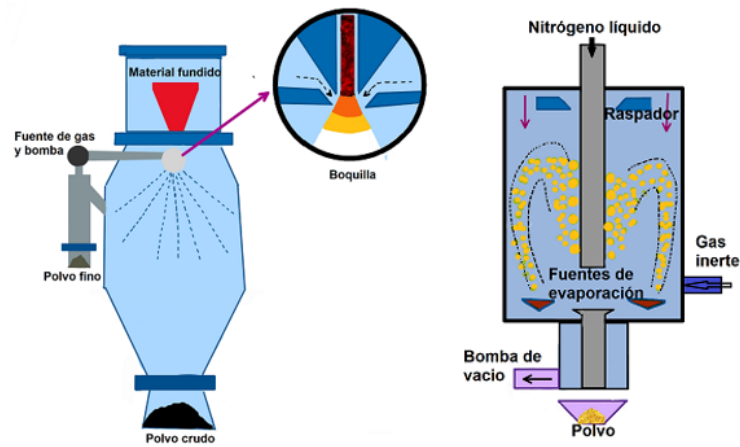


Figura 2.8.2 Atomización por agua y gas.

Existen diferentes procesos de fabricación por medios químicos y electroquímicos como: reducción química, sol-gel y celdas electroquímicas, que permiten tener una forma y tamaño controlado (Figura 2.8.3) [62].

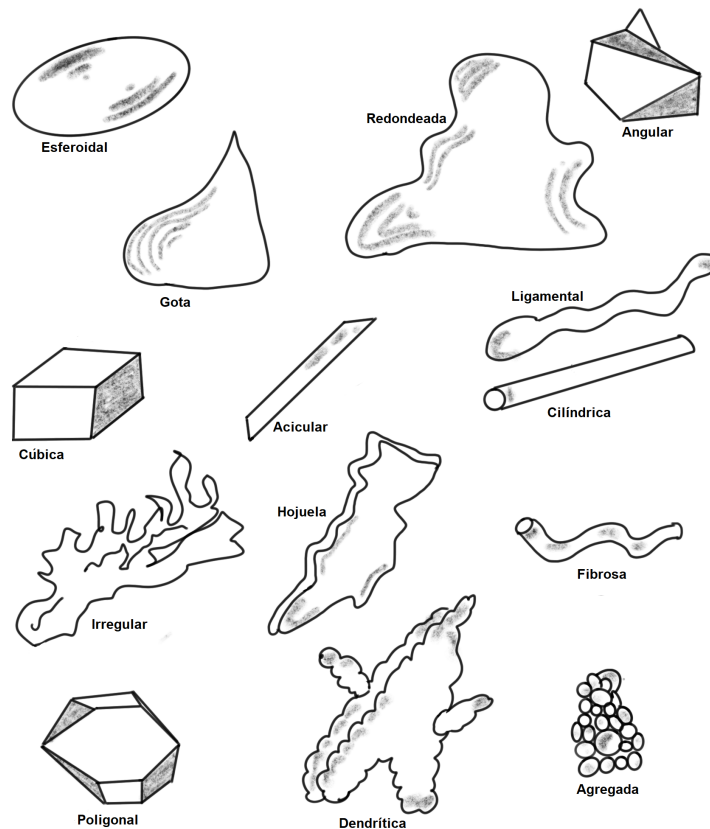


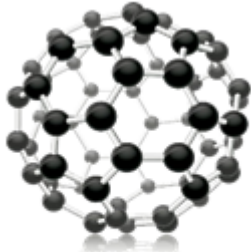
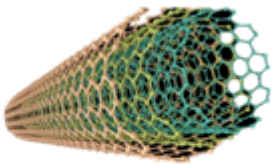
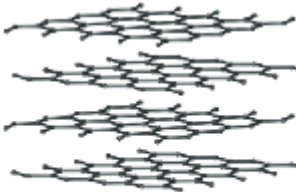
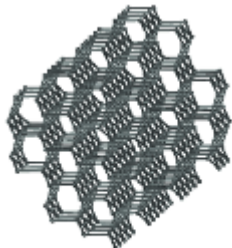
Figura 2.8.3 Diferentes formas de partículas.

2.8.1. Nanomateriales: Nanopolvos

La **nanotecnología** se define como la disciplina que se dedica al estudio, diseño, síntesis, manipulación y aplicación de materiales, dispositivos y sistemas funcionales, controlando la materia a escala nanométrica y aprovechando los fenómenos y propiedades que se manifiestan a esta escala [64]. Los nanomateriales son bien reconocidos debido a sus diversas propiedades, (tamaño de partícula, semiconductores, fluoerencia, almacenamiento, gran área superficial, conductividad, etc.) y versatilidad de campos como, la electrónica, energía, medio ambiente, medicina, materiales, entre otros [65].

La Agencia del Medioambiente de EE. UU. clasifica los **nanomateriales** en cuatro tipos según su composición principal: materiales basados en carbono (como fullerenos y nanotubos), materiales metálicos (incluyendo puntos cuánticos, nanopartículas, y óxidos como el Fe_2O_3), dendrímeros (polímeros ramificados con cavidades internas para alojar moléculas) y compuestos (combinaciones de nanopartículas con otros materiales) [66, 67]. Estos también se clasifican según sus dimensiones como: dimensión cero (0D, $x, y, z < 100 \text{ nm}$), unidimensionales (1D, $x, y < 100 \text{ nm}, z > 100 \text{ nm}$), de dos dimensiones (2D, $x < 100 \text{ nm}, y, z > 100 \text{ nm}$) y de tres dimensiones (3D, $x, y, z > 100 \text{ nm}$), los cuales pueden existir en formas individuales, fusionadas, agregadas o aglomeradas con formas esféricas, tubulares, cuadradas, amorfas, cristalinas, monocristalinos o policristalinos [68]. Estas clasificaciones se pueden observar en la siguiente Tabla 2.8.1.

Tabla 2.8.1 Clasificación de los nanomateriales de acuerdo a sus dimensiones.

Estructura	Nanomaterial
 Cero dimensional (0D)	Fullerenos. Partículas coloidales. Puntos cuánticos (PC). Nanopolvos. Nanopartículas de Au y Ag.
 Unidimensional (1D)	Nanocables y nanofibras. Nanotubos. Nanovarillas. Fibras poliméricas.
 Bidimensional (2D)	Monocapas. Nanorrecubrimientos. Películas poliméricas. Superficies con espesor < 100 nm. Películas multicapa.
 Tridimensional (3D)	Materiales nanoestructurales. Policristales. Nanobolas. Nanobobinas. Nanoflores.

Entre estas clasificaciones se encuentran los **nanopolvos** (ver Figura 2.8.4), estos son aglomerados de nanopartículas (0D), cuyas dimensiones (x, y, z), están dentro del rango nanométrico (1-100 nm). Estas partículas agregadas pueden formar estructuras con mayor complejidad (con apariencia 1D o 3D, como las multicapas de elementos estructurales 0D) [69].

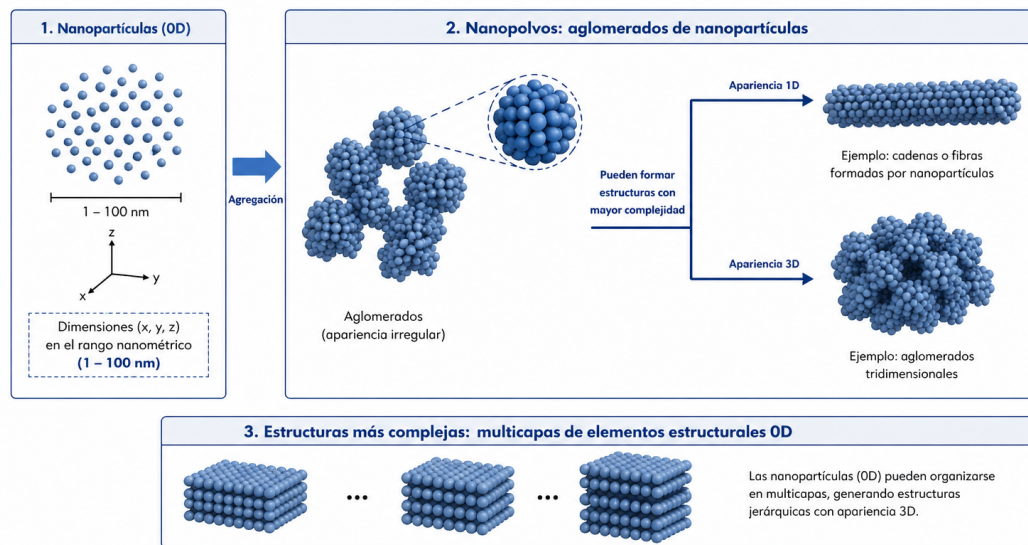


Figura 2.8.4 Evolución estructural de nanopartículas: formación de nanopolvos.

2.9. Compactación de Polvos.

La compactación es un proceso donde se aplica una fuerza (presión) sobre un material pulverizado, para reducir espacios vacíos y crear una pieza con una estructura definida [70]. Los procesos de compactación están divididos en: ocupación de huecos o espacios vacíos por partículas del mismo tamaño que las partículas originales y el llenado de huecos por sustancias más pequeñas que las partículas originales (Figura 2.9.1). En el primer proceso, al ser sometida la pieza a una presión, ocurre un deslizamiento de las partículas cubriendo el hueco, cuando agregamos una partícula más pequeña que las originales lo que ocurre es que las partículas originales se fragmentan, sin embargo, una vez teniendo la misma disposición de huecos y partículas con el mismo tamaño, se produce un flujo plástico, donde las partículas se sinterizan formando “cuellos de botellas” [71].

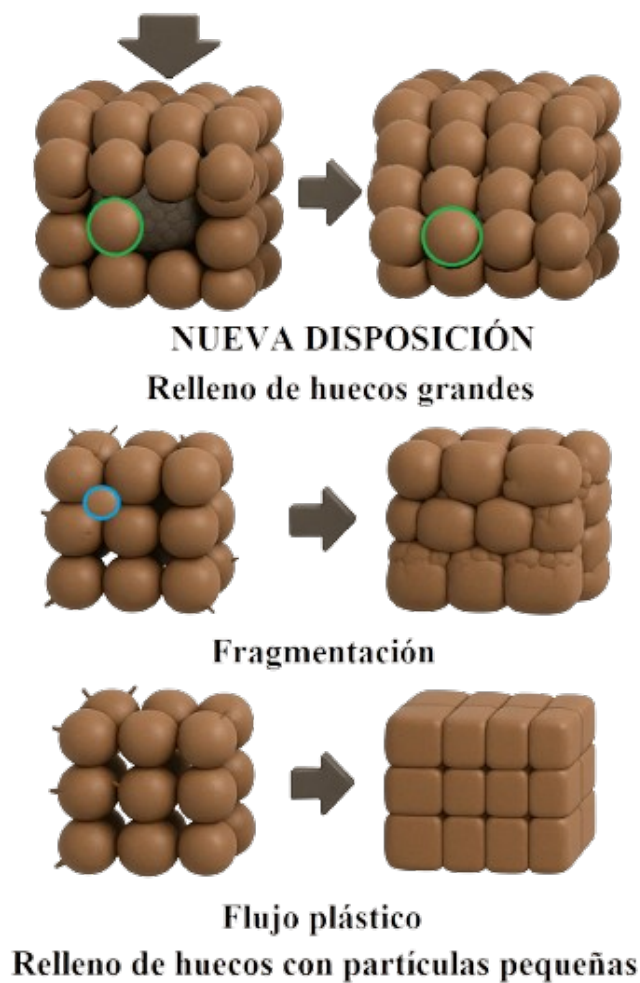


Figura 2.9.1 Diagrama esquemático de diferentes métodos de compactación de partículas.

Para lograr esta compactación existen diferentes tipos de procesos (Figura 2.9.2): La **compresión uniaxial** que consiste en la aplicación de una fuerza en una sola dirección [72] (ejemplo, prensa uniaxial y briquetadora), la **extrusión** donde el material a compactar se encuentra en forma viscosa o con aglutinantes para lograr pasar la mezcla a través de un dado, el cual es encargado de darle la forma a la pieza compactada [73] (ejemplo, molino de pellets), por último, la **compactación isostática**, que consta de un molde refractario en su caso con resistencias (prensado en caliente) donde se coloca el polvo o mezcla a compactar, este molde estará rodeado de algún fluido hidráulico (aceite o agua) que al ejercer una fuerza sobre él, generará una presión en todas las direcciones del molde [74] (ejemplo, prensa isostática en frío y en caliente) [75].

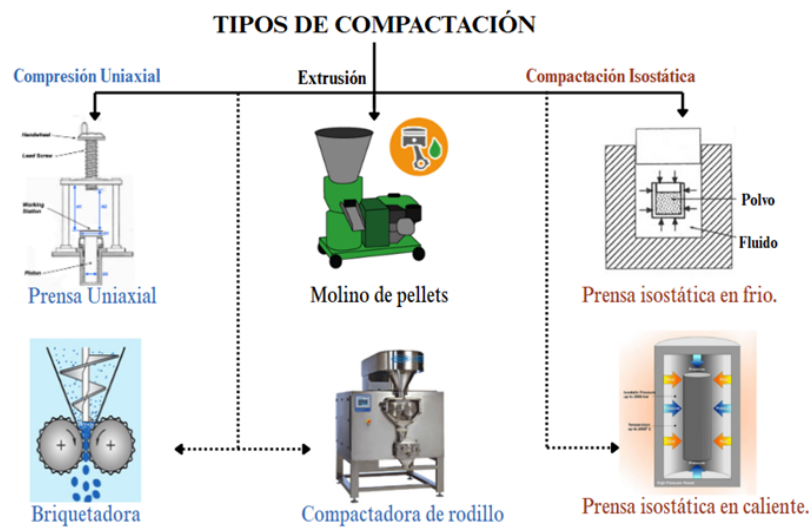


Figura 2.9.2 Esquema de tipos de compactación de polvos y sus instrumentos.

2.10. Estructura de los Materiales.

La disposición de los átomos de un material en estado sólido le da la estructura a un material y se pueden clasificar según esta disposición. En un **material cristalino**, los átomos se sitúan de forma periódica y ordenada, de lo contrario, los materiales que no cristalizan y sus átomos no tienen una estructura ordenada ni un largo alcance son denominados **amorfos** (Figura 2.10.1) [76].

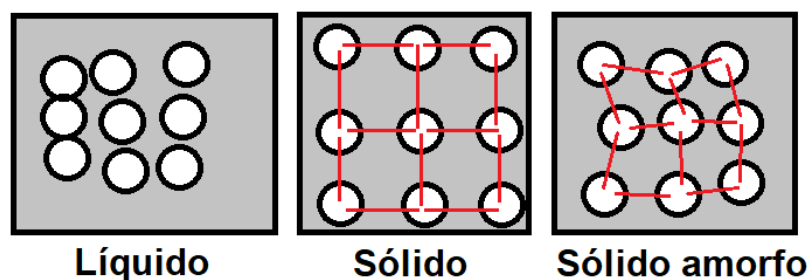


Figura 2.10.1 Disposición atómica, iónica o molecular de los materiales.

2.11. Materiales Amorfos.

El material amorfo es un tipo de sustancia que carece de una estructura cristalina definida y que a menudo presenta propiedades como capacidad térmica variable y conductividad térmica [77] es un material de no equilibrio, tiene una disposición atómica como un líquido y no tiene periodicidad de largo alcance [78], por otro lado,

está la **amorfización**, que es una transformación de fase estructural de un sólido cristalino a un sólido sin orden de largo alcance [79]. En la actualidad, no se pueden producir estructuras precisas a nivel atómico de los materiales amorfos, estas dan estructuras promediadas como en las Funciones de Distribución Radial (RDF) proporcionadas por mediciones de difracción o información muy local como en los experimentos de Estructura Fina de Absorción de Rayos X Extendida (EXAFS) y Resonancia Magnética Nuclear (RMN). Para lograr conocer las estructuras de los materiales amorfos, es necesario implementar un modelado computacional por medio de métodos matemáticos [80].

Mirzayev y su equipo [81] encontraron mecanismos de amorfización del B_4C debido a la radiación gamma, el cambio en la distancia entre átomos, el desplazamiento de los planos espaciales y la relación de los parámetros de red (Figura 2.11.1).

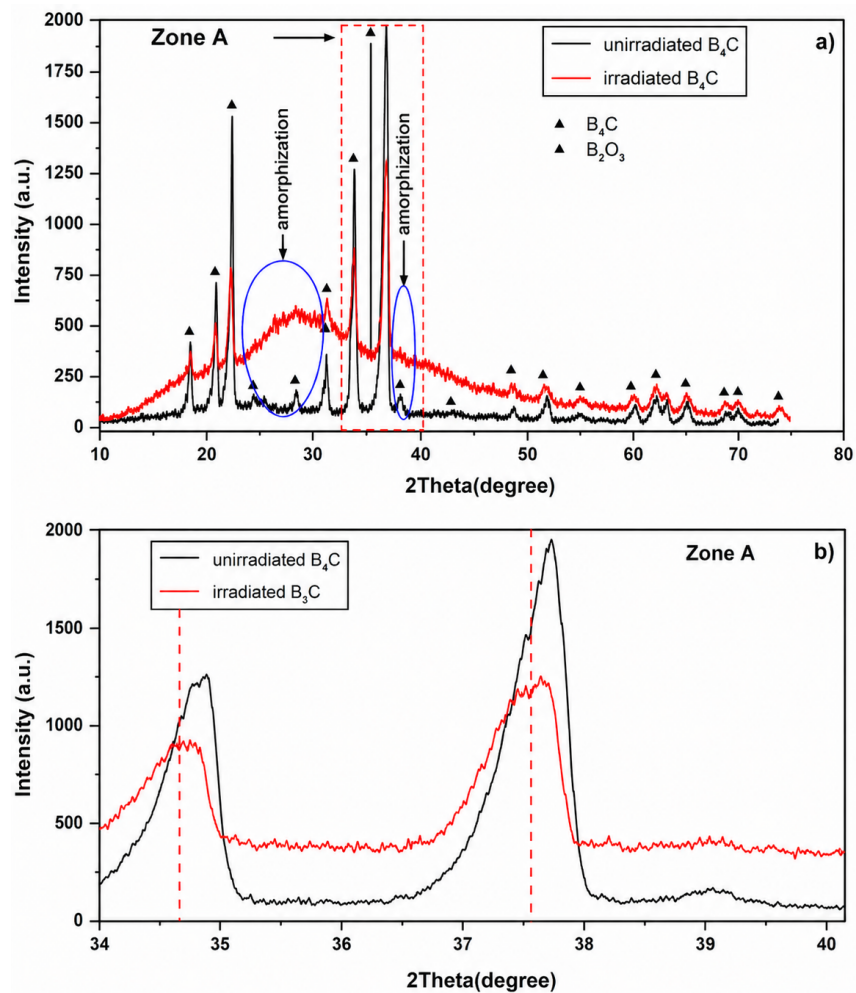


Figura 2.11.1 Patrones de difracción de rayos X (DRX) de B_4C amorfo [81].

2.12. Técnicas de caracterización.

2.12.1. Difracción de Rayos X

La Difracción de Rayos X (DRX) de muestras en polvo es una técnica de caracterización básica para materiales con estructura cristalina (no amorfo): metales, minerales, polímeros, catalizadores, plásticos, productos farmacéuticos, recubrimientos de capa fina, cerámicas, semiconductores e incluso fluidos. Esta técnica es no destructiva, lo que permite la recuperación del material estudiado sin ningún tipo de deterioro y nos indica el tipo de material que estudiamos. Un compuesto cristalino puede considerarse como una agrupación periódica y ordenada de átomos. Cuando es alcanzado por un haz de radiación cuya longitud de onda es de similar magnitud a la distancia interatómica, éste se difunde dando lugar a diferentes tipos de interferencias que son constructivas en unas direcciones privilegiadas. Así la intensidad del haz difractado depende de la disposición geométrica de los átomos y de la clase de átomos presentes. Esto provoca que cada sustancia cristalina presente su propio espectro de difracción y esta sea una auténtica “huella dactilar” del mismo, permitiendo su identificación en cualquier mezcla donde esté presente [82].

Funcionamiento:

Cuando los rayos X viajan a través de una estructura cristalina, son difractados por las diversas capas atómicas o moleculares dentro de ese cristal. Estos rayos difractados sufren interferencias constructivas o destructivas. Se dice que la interferencia constructiva ocurre cuando se suman los efectos de dos ondas “en fase” y se cumple la ley de Bragg. Si θ es el ángulo de incidencia de los rayos X en una estructura cristalina que tiene una distancia entre planos de d , entonces la longitud de onda λ de los rayos X difractados se calcula como:

Ley de Bragg

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.12.1)$$

Después de la difracción, la intensidad de los rayos X se puede evaluar con precisión y generar un patrón de difracción en forma de gráfico. En caso de interferencia destructiva, la ley de Bragg no se cumple y, por lo tanto, la intensidad del haz de

rayos X es demasiado baja para generar un pico. Sin embargo, cuando la orientación del material de muestra y/o el detector es tal que se cumple la ley de Bragg, se produce una interferencia constructiva y se forma un pico. Estos datos gráficos brindan información sobre el espaciado entre planos del material que se investiga. Además, esta distancia es característicamente específica para cada elemento cristalino, lo que nos permite utilizar XRD para analizar la composición de una sustancia.

2.12.2. Fluorescencia de Rayos X de Polvos

La fluorescencia de rayos X (FRX) es una de las técnicas más importantes en el área del análisis químico instrumental. Permite el análisis cualitativo y cuantitativo de todo tipo de materiales amorfos y cristalinos en tiempos relativamente cortos [83]. Los elementos que se pueden determinar con esta técnica van desde el sodio al uranio en orden creciente de número atómico. Para poder cuantificar la concentración de dichos elementos se recurre al uso de patrones adecuados. Así se puede conseguir evaluar concentraciones que oscilan desde partes por millón (ppm) en elementos traza a 100 % en peso de elementos mayoritarios con una excelente precisión. Esta técnica consiste en el estudio de las emisiones de fluorescencia de rayos X generadas después de la excitación de una muestra mediante una fuente de los mismos. Al excitarse los átomos de los elementos presentes en la muestra, los electrones de las capas más internas son expulsados o se promueven a niveles de energía superiores generando huecos electrónicos. Los huecos originados son ocupados por electrones de otras capas superiores, liberándose una energía que equivale a la diferencia entre los niveles energéticos involucrados. Esta energía se emite en forma de fotones (radiación con una determinada longitud de onda) y recibe el nombre de “radiación característica”. Esta denominación es debida a que cada elemento químico tiene un número de protones y electrones característico por lo que las energías de enlace (niveles de energía) son distintas y así se puede diferenciar entre un elemento y otro. La intensidad de las radiaciones características depende directamente de la concentración de dicho elemento en la muestra. La técnica de fluorescencia por dispersión de longitudes de onda se basa en el uso de cristales analizadores entre el detector y la muestra. Estos dispersan las diferentes longitudes de onda de las radiaciones X emitidas. A continuación, el detector determina la intensidad de una longitud de onda concreta [84].

2.12.3. Microscopía Electrónica de Barrido

La Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) utiliza un haz de electrones enfocado para interactuar con la superficie de una muestra. Al barrer este haz a través de la muestra, se generan diversas señales, como electrones secundarios, electrones retrodispersados y rayos X. Los electrones secundarios proporcionan información sobre la topografía de la superficie, mientras que los electrones retrodispersados revelan información sobre la composición elemental y el contraste topográfico [85].

Aplicaciones del SEM [86]:

- Imagen de alta resolución: Permite obtener imágenes detalladas de la morfología superficial de materiales, incluyendo la observación de características como tamaño de grano, porosidad, fracturas e inclusiones.
- Análisis morfológico: Se utiliza para estudiar la forma, tamaño y distribución de partículas, así como la estructura de materiales compuestos.
- Análisis de fallas: Ayuda a identificar las causas de fallas en materiales, como fracturas, corrosión y desgaste.
- Control de calidad: Se emplea para verificar la calidad de los productos y procesos de fabricación.

2.12.4. Espectroscopía de Energía Dispersiva

La Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDS) es una técnica analítica que se utiliza para identificar y cuantificar los elementos presentes en una muestra. Funciona mediante la detección de los rayos X característicos emitidos por los átomos excitados por el haz de electrones del SEM. Cada elemento emite rayos X con una energía característica, lo que permite su identificación [87].

Aplicaciones del EDS:

- Análisis elemental cualitativo y cuantitativo: Permite determinar la composición elemental de una muestra, tanto en términos de elementos presentes como de su abundancia relativa.

- Mapeo elemental: Genera mapas de distribución elemental, mostrando la distribución espacial de los elementos en la muestra.
- Análisis de partículas: Se utiliza para identificar la composición de partículas individuales.
- Análisis de inclusiones: Permite estudiar la naturaleza de las inclusiones en materiales.

La combinación del SEM y EDS ofrece una sinergia única, permitiendo obtener información tanto morfológica como composicional de una muestra. Esta combinación se utiliza en una amplia gama de aplicaciones, incluyendo:

- Metalurgia: Análisis de microestructuras, identificación de fases, estudio de corrosión y fracturas.
- Cerámica: Caracterización de materiales cerámicos, análisis de fases y defectos.
- Materiales poliméricos: Estudio de la morfología de polímeros, análisis de inclusiones y aditivos.
- Ciencias de la vida: Análisis de tejidos biológicos, caracterización de materiales biomédicos.
- Ciencias de los materiales: Investigación de nuevos materiales y nanomateriales.

2.12.5. Simulación y Modelado

La formación de un material sólido no cristalino se puede identificar en la pérdida o desaparición de los patrones cristalinos característicos del material analizado comúnmente por Difracción de Rayos X (DRX) formando un patrón en forma de "halo". Los patrones simulados normalmente presentan un halo más ancho que el patrón experimental medido, a su vez, la posición experimental se encuentra visiblemente desplazado entre los patrones simulados y experimentales como se observa en la Figura 2.12.1 [88].

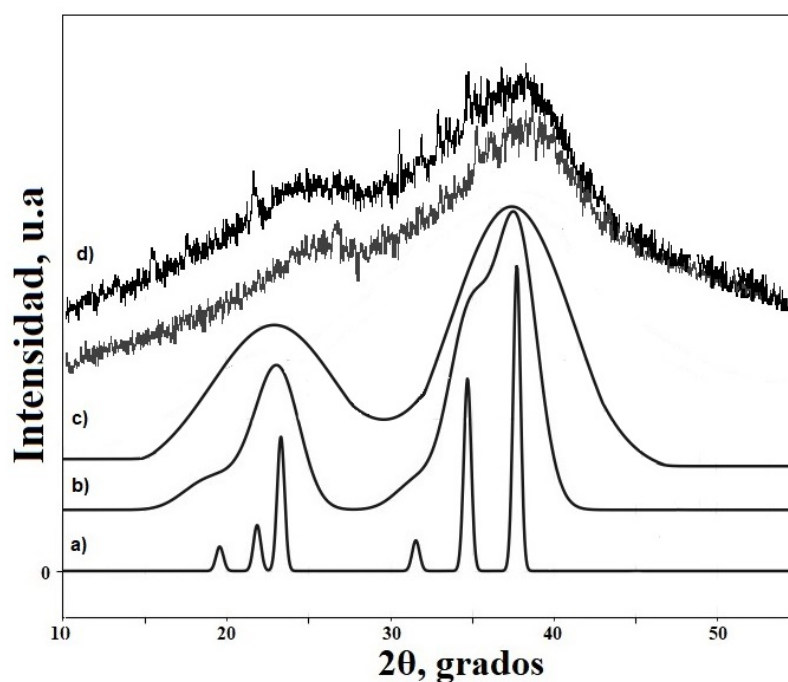


Figura 2.12.1 Patrón de difracción de rayos X. Cristalino a), Mediante simulación de amorfización al 10 % b) y 100 % c), experimentales d).

El modelado en términos de DRX es un análisis computacional avanzado que permite interpretar patrones de difracción de rayos X. Consiste en el uso de algoritmos matemáticos que generan un modelo teórico-estructural del material en estudio [89].

Utilizar un modelado inicial del material permite calcular un patrón de difracción completo. Métodos como el ajuste mediante funciones gaussianas o el refinamiento por mínimos cuadrados permiten optimizar los parámetros del modelo [90].

Capítulo 3

Desarrollo Teórico/Experimental

3.1. Materiales y Equipo:

Tabla 3.1.1 Materiales y equipo utilizado en la síntesis de los compuestos.

Material / Equipo	Marca/Modelo
Lodos Residuales activa- dos	Planta de tratamiento de aguas re- siduales, ECCACIV S.A. de C.V
B ₂ O ₃	Sigma Aldrich (B ₂ O ₃ , ≥99 % de pureza)
Horno de vacío	Yifan/ YF-1200
Bomba de vacío	Rotary Vane Vacune Pump/ VP 125, Edwards
Vial de acero al carbón	Genérico/ porcelana alta tempera- tura 15 mL
Mortero de ágata	NA
Molino Planetario	Retsch PM 400/2
Balanza analítica	Dhaus/ Scout Pro
Mufla	Equipar/ Corning Stierrer Hot Pla- te
Prensa hidráulica	MSE PROTM msesupplies.com

3.1.1. Herramientas Computacionales

Para la interpretación y diseño de resultados se utilizó Origin Pro 2018 (versión prueba), HighScore Plus y Python. El análisis de tamaño de partícula se midió mediante el Software GATAN Digital Micrograph (versión prueba).

3.1.2. Metodología experimental:

Preparación de la materia prima:

a) Lodos Residuales Activados (RLA):

Se recolectó una muestra representativa de RLA(RLA) húmedos directamente del tanque de almacenamiento de la planta de tratamiento ECCACIV S.A de C.V y se colocó en recipientes para su disposición. Se tomó una muestra nueva del recipiente y se depositó en una charola de plástico misma que se secó a temperatura ambiente (25 ± 2 °C) (Figura 3.1.1). Una vez alcanzada una masa constante (indicador de completa deshidratación), los lodos secos se trituraron manualmente con un mortero de ágata hasta obtener un polvo homogéneo, el cual se almacenó en un recipiente para su posterior caracterización y uso en los experimentos.

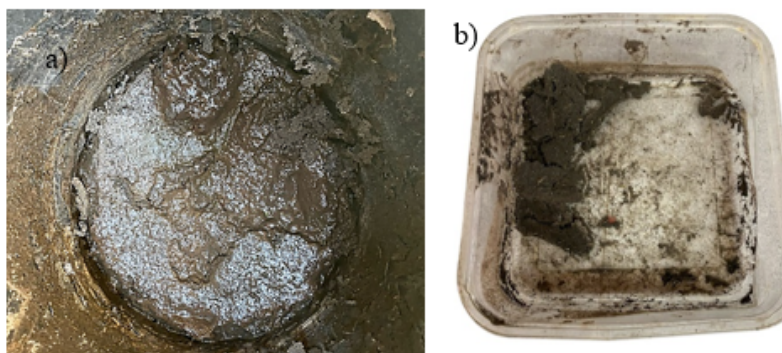


Figura 3.1.1 Almacenamiento de los RLAA) iniciales, b) secos.

b) Óxido de Boro (B_2O_3):

Se pesaron 16.0 gramos de óxido de boro (B_2O_3 , $\geq 99\%$ de pureza, (Figura 3.1.2 a) utilizando una balanza analítica. El polvo se colocó en un vaso de precipitados de vidrio Pyrex y se mezcló con agua desionizada en una relación 1:2 (m/v), (Figura 3.1.2 b). La suspensión se calentó bajo agitación constante en una mufla a 80 °C hasta la completa evaporación del agua, obteniéndose un polvo más fino de B_2O_3 (Figura 3.1.2 c). Este polvo se dejó

enfriar a temperatura ambiente (25 ± 2 °C) y posteriormente se almacenó en un recipiente para su respectiva caracterización y posterior uso.

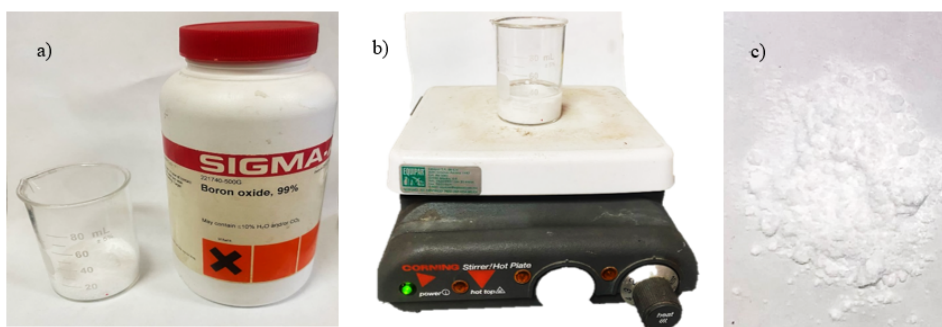


Figura 3.1.2 Proceso de acondicionamiento del B_2O_3 .

c) Viales de Acero al Carbón: Para garantizar la integridad de los recipientes durante el proceso de sinterización, se realizó el siguiente proceso de preparación de los viales de acero al carbono:

- Eliminación de zinc superficial: Se desbastó cada vial con papel de lija al agua (grano 2000 SiC) para eliminar completamente la capa superficial de zinc (proveniente del galvanizado) y evitar contaminación cruzada. El lijado se realizó con agua para minimizar la generación de polvo metálico, posteriormente se enjuagó para eliminar el polvo residual.
- Tratamiento térmico de estabilización: Los viales se sometieron a un tratamiento térmico a 400 °C durante 30 minutos, con el fin de eliminar contaminantes orgánicos residuales. El enfriamiento se realizó gradualmente dentro del horno apagado hasta alcanzar la temperatura ambiente (25 °C).

Preparación de Mezclas RLA- B_2O_3 y Proceso de Sinterización de polvos

a) Formulación de mezclas:

Se diseñó una matriz experimental con nueve composiciones diferentes de RLA y óxido de boro (B_2O_3), variando las proporciones en incrementos del 10 % en peso, como se muestra en la Tabla 3.1.2:

Tabla 3.1.2 Porcentaje de composiciones de las muestras.

Composición	% RLA	% B₂O₃ (peso)
M1	10	90
M2	20	80
M3	30	70
M4	40	60
M5	50	50
M6	60	40
M7	70	30
M8	80	20
M9	90	10

Cada mezcla se preparó mediante:

- a) Pesaje preciso de los componentes con balanza analítica.
 - b) Molienda en mortero de ágata durante 5 minutos aproximadamente para garantizar homogeneidad, se añadió agua (1 mL), seguido de secado a temperatura ambiente.
- b) Sinterización controlada:
- Las mezclas homogéneas se colocaron en viales de acero al carbono (capacidad: 10 g) y se sinterizaron en un horno de vacío (Yifan, YF-1200, figura 3.1.3) bajo las siguientes condiciones:



Figura 3.1.3 Horno de vacío marca Yifan modelo Y-1200, bomba de vacío marca Edwards.

- a) Presión constante: 0.04 MPa (deficiencia de oxígeno).
- b) Temperatura: 400 a 1100 °C, siguiendo una rampa de calentamiento mostrada en el Anexo A 7.0.2.
- c) Tiempo: 1, 3 y 5 horas.

En la Figura 3.1.4 se observa una explicación gráfica del proceso de preparación de las mezclas de RLA: B_2O_3 y el tratamiento térmico.

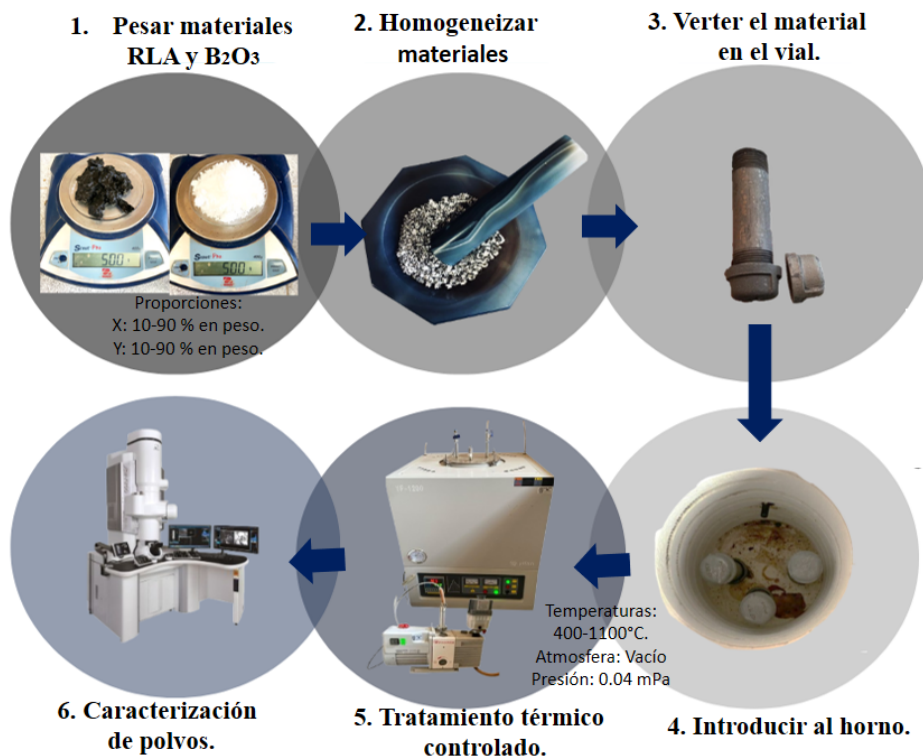


Figura 3.1.4 Proceso de preparación de las mezclas de RLA-B₂O₃ y tratamiento térmico.

3.1.3. Preparación de Mezclas RLA-B₂O₃ y Proceso de Tratamiento Térmico de Muestras 3D

Para la obtención de las muestras 3D (compactados), se empleó el protocolo descrito en la sección 3.1.2 (Preparación de materia prima y preparación de mezclas) para el procesamiento inicial de los polvos a compactar. Posterior de la realización de las mezclas y del pesaje de los componentes, se aplicó la siguiente metodología:

a) Molienda final en molino planetario:

Los polvos mezclados (RLA + B₂O₃) se sometieron a una molienda seca en un molino planetario (Retsch, PM 400/2, Figura 3.1.5) a 350 rpm durante 10 minutos, utilizando bolas de acero inoxidable (2 de Ø 3 cm y 4 de Ø 2 cm) en relación en peso 32:1 (bolas:polvo) para garantizar homogeneidad y reducir el tamaño de partícula.



Figura 3.1.5 Molino planetario marca Retsch modelo PM 400/2.

b) Preparación del molde:

Se utilizó un molde cilíndrico de acero inoxidable ($\varnothing$ 2 cm, altura: 5 cm) previamente limpiado con alcohol etílico.

c) Compactación uniaxial:

Se dosificaron 2.0 ± 0.1 g de polvo en el molde. Se aplicó una presión inicial de 5 toneladas (49 kN) durante 1 minuto mediante una prensa hidráulica manual (MSE PROTM, presión máxima 25 Ton, Figura 3.1.6), con alineación controlada del punzón para evitar grietas. La presión se incrementó gradualmente hasta alcanzar las condiciones de desmoldeo, evitando tensiones bruscas.



Figura 3.1.6 Prensa Hidráulica Manual marca MSE PROTM.

d) Sinterizado:

Las piezas compactadas se colocaron en un vial de acero inoxidable, posteriormente se colocaron en el horno de vacío tubular bajo las siguientes condiciones:

- a) Presión constante: 0.04 MPa (deficiencia de oxígeno).
- b) Temperatura: 500 a 1100 °C.
- c) Tiempo: 1, 3 y 5 horas.

Se muestra en el Anexo A 7.0.3. un ejemplo de rampa de temperatura y tiempo.

En la Figura 3.1.7 se observa una explicación gráfica del proceso de las mezclas compactadas de RLA-B₂O₃ y el tratamiento térmico.

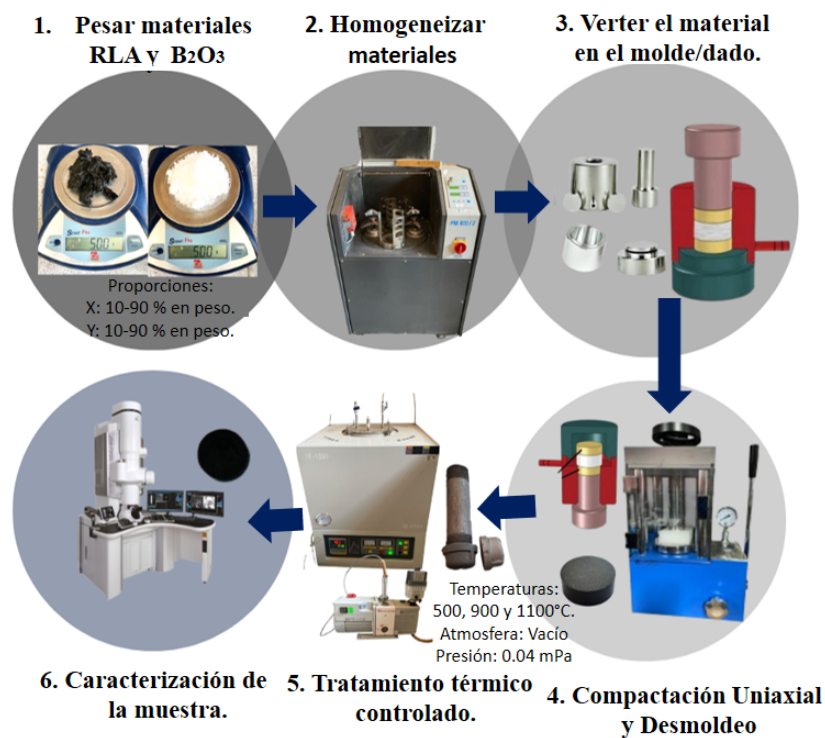


Figura 3.1.7 Preparación de Mezclas compactadas de RLA-B₂O₃ y tratamiento térmico.

Tabla 3.1.3 Parámetros clave controlados.

Variable	Condición	Objetivo
Velocidad de molienda	350 rpm	Homogeneización
Presión	5 ton (49 kN)	Reducción de huecos
Tiempo	1 min	Estabilidad dimensional
Sinterizado	1 hora, 500 y 900 °C	Unión de partículas

3.2. Caracterización.

3.2.1. Difracción de Rayos X

Se utilizó un Difractómetro de Rayos X marca Bruker, modelo Siemens D-500 (Figura 3.2.1) para la identificación de fases cristalinas de la materia prima, polvos y muestras 3D.

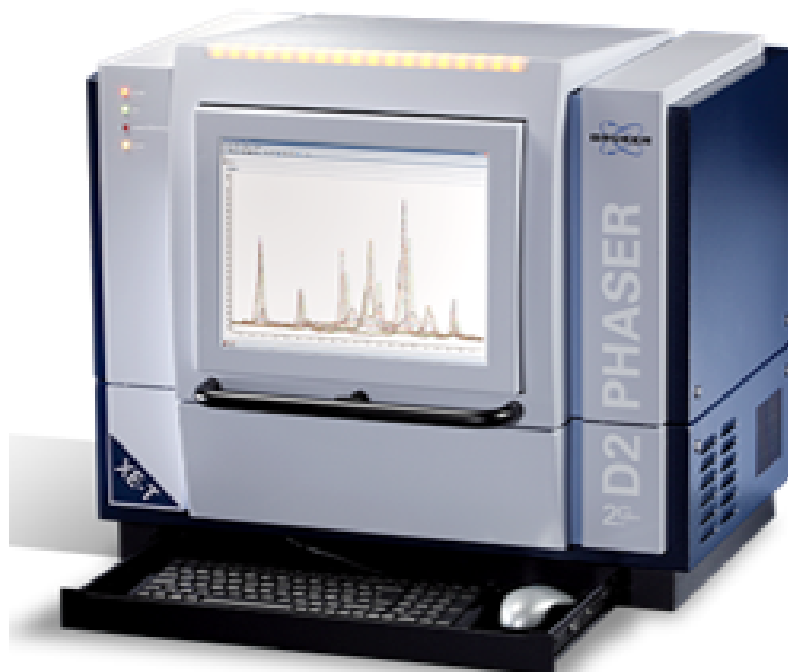


Figura 3.2.1 Difractómetro de Rayos X, Siemens D-500.

Preparación de muestras:

- Molienda de polvos hasta homogenizar ($<50 \mu\text{m}$).
- Montaje en portamuestras de silicio para evitar ruido de fondo.
- Condiciones de medición:
 - Radiación: $\text{Cu-K}\alpha$ (40 kV, 30 mA).
 - Rango de 2θ : 20° – 80° (paso de 0.02° , tiempo por paso: 1 s).
- Análisis de datos: Comparación con bases de datos JCPDS. Uso de software HighScore Plus (versión de prueba) para refinamiento de fases.

3.2.2. Fluorescencia de Rayos X de Polvos

Se utilizó un Espectrómetro de Fluorescencia de Rayos X, marca Bruker modelo X S8 TIGER (Figura 3.2.2) para la identificación tanto de la concentración porcentual de los elementos, así como la de los compuestos óxidos presentes en la materia prima, polvos y muestras 3D.



Figura 3.2.2 Fluorómetro de Rayos X, X S8 TIGER de Bruker.

3.2.3. Microscopía Electrónica de Barrido

Se utilizó un Microscopio Electrónico de Barrido marca JEOL JSM IT-500LV, para la observación morfológica de las muestras.

Preparación de las muestras:

1. Tamizado de las muestras en polvo para la reducción de aglomerados y eliminación de impurezas.
2. Corte vertical para las muestras 3D, analizando la superficie de la pieza y el corte vertical.

3.2.4. Espectroscopía de Energía Dispersiva

Se utilizó difractor de rayos X incorporado en el microscopio electrónico de barrido (FE-SEM), Schottky (SU5000 HITACHI) con detector XFlash (6-60 Bruker) (Figura 3.2.3) para identificar y cuantificar los elementos presentes en las muestras.



Figura 3.2.3 Microscopio Electrónico de Barrido (FE-SEM), Schottky (SU5000 HITACHI) con detector XFlash (6-60 Bruker).

3.2.5. Simulación y Modelado

La presencia de una forma sólida amorfa o no cristalina, se puede determinar observando la pérdida de los picos distintivos de difracción de rayos X en polvo (DRX), característicos del orden cristalino, y la aparición de un patrón general de halo, estos generalmente se caracterizan mediante análisis térmico en un calorímetro diferencial de barrido (DSC), donde la aparición de una temperatura de transición vítrea (T_g), confirma la naturaleza no cristalina del material. Sin embargo, existen diversas fases amorfas que pueden generar halos anchos en los datos de DRX analizados [91]. Para analizar los halos experimentales obtenidos, se elaboraron simulaciones de patrones de DRX mediante funciones gaussianas: $I(2\theta) = \sum_{fase} A_{fase} \exp\left(-\frac{(2\theta - \mu_{fase})^2}{2\sigma_{fase}^2}\right)$ donde A, μ, σ representan la amplitud, posición y ancho asociados a cada fase cristalina. Esta modelización se desarrolló en Python donde:

Cada pico se modela con una función gaussiana modificada de la forma:

$$\text{Intensity} += \text{sacale} * \text{np.exp}((- (\text{theta} - \text{peak})^2) / \text{width})$$

Donde:

- peak: Posición angular del pico (2θ en DRX y μ en la función Gaussiana).
- scale: Altura/intensidad máxima del pico.
- width: Controla el ancho del pico (ancho de halos de DRX, σ en la función Gaussiana).

La intensidad total en cada ángulo θ es la suma de múltiples Gaussianas:

$$I_{\text{total}}(\theta) = \sum [\text{scale}_i \cdot \exp(-(\theta - \text{peak})^2 / (\text{width}_i))]$$

En el código:

- `peaks_Fase` y `peaks_Faseamorfo`: Posiciones angulares de los picos cristalinos y amorfos.
- `scales_Fase` y `scales_Faseamorfo`: Intensidades máximas de cada pico.

Se simula una transición desde 0 % (cristalino puro) a 100 % (amorfo puro) mediante:

a) **Variación de intensidades**

Componente cristalino:

- `current_scales_Fase` = $(1 - \text{conc}) \cdot \text{scales_Fase}$: Disminuye linealmente con la concentración (`conc`) del amorfo.

Componente amorfo:

- `current_scales_Faseamorfo` = $\text{conc} \cdot \text{scales_Faseamorfo}$: Aumenta linealmente con `conc`.

b) **Ensanchamiento de picos**

El parámetro `width` aumenta con `conc` para simular pérdida de orden cristalino:

- `current_width` = $\text{base_width} + (\text{max_width} - \text{base_width}) \cdot \text{conc}$.
- `base_width`: Ancho inicial (cristalino, picos estrechos).
- `max_width`: Ancho máximo (amorfo, picos muy anchos).

Capítulo 4

Resultados y Discusión

4.1. Caracterización de la materia prima:

En el presente trabajo se utilizaron residuos de lodos activados (RLA), obtenidos de la planta de tratamiento de aguas residuales ECCACIV S.A. de C.V., localizada en el municipio de Jiutepec, Morelos. La composición de los RLA se muestra en la Tabla 4.1.1.

Tabla 4.1.1 Composición de RLA.

Elementos	Contenido, %
Materia orgánica	20.63
Arcilla + arena	19.80
Tipo de RLA	Activados
Textura	Arena viscosa

4.1.1. Análisis de Fluorescencia de Rayos X (FRX) de los RLA

Los RLA son susceptibles a modificar su contenido, pH y composición química como resultado de la degradación de la materia orgánica y su interacción con el medio ambiente [92], a razón de esto se analizaron dos muestras de RLA provenientes del mismo lote en distintos momentos, debido al tiempo y proceso de almacenamiento.

El estudio FRX muestra que los RLA contienen óxidos de silicio, hierro, aluminio, calcio, zinc, fósforo y azufre en forma de impurezas principales (Tabla 4.1.2

y 4.1.4). Después del tratamiento térmico a 1000 °C durante 1 hora, se registra que los RLA contienen óxidos de hierro, silicio, calcio, aluminio y fósforo, de la misma forma antes mencionados. La presencia de Al después del tratamiento térmico evidencia la reducción carbotérmica del Al_2O_3 . El contenido de compuestos con menor concentración desaparecen o decrecen después del tratamiento térmico (ver Tabla 4.1.3 y Tabla 4.1.5).

Tabla 4.1.2 Análisis FRX de RLA iniciales secos.

Elemento	Concentración, %	Fórmula	Concentración, %
Fe	20.63	SiO_2	25.47
Si	18.52	SO_3	17.79
Ca	13.64	Fe_2O_3	13.51
S	12.28	CaO	9.85
Zn	9.94	Al_2O_3	8.41
P	5.16	P_2O_5	7.08
Ti	4.45	ZnO	5.16
K	3.43	TiO_2	3.61
Cl	3.06	K_2O	2.18
Bi	2.52	Cl	1.69
Mg	1.18	MgO	1.24

Tabla 4.1.3 Análisis FRX de RLA después del tratamiento térmico a 1000°C durante 1 hora de la primera muestra.

Elemento	Concentración, %	Fórmula	Concentración, %
Fe	28.89	SiO ₂	34.06
Si	24.24	Fe ₂ O ₃	20.64
Ca	17.84	CaO	14.36
Al	7.41	Al ₂ O ₃	9.60
P	6.19	P ₂ O ₅	8.98
K	4.95	TiO ₂	4.24
Ti	4.76	K ₂ O	3.49
Ni	1.46	MgO	1.43
Mg	1.22	NiO	0.86
Mn	0.84	SO ₃	0.57
Cu	0.80	MnO	0.55

Tabla 4.1.4 Análisis FRX de RLA segunda muestra secos.

Elemento	Concentración, %	Fórmula	Concentración, %
Zn	26.98	SiO ₂	24.34
Fe	22.26	Fe ₂ O ₃	19.19
Si	16.35	ZnO	18.98
Ca	14.94	CaO	13.53
Al	4.37	Al ₂ O ₃	5.86
P	3.64	P ₂ O ₅	5.75
Ti	3.59	SO ₃	4.18
S	2.41	TiO ₂	3.47
K	1.78	K ₂ O	1.41

Tabla 4.1.5 Análisis FRX de RLA después del tratamiento térmico a 1000 °C durante 1 hora, segunda muestra.

Elemento	Concentración, %	Fórmula	Concentración, %
Fe	20.32	SiO ₂	26.14
Si	18.99	SO ₃	18.57
Ca	15.93	Fe ₂ O ₃	13.13
S	12.86	CaO	11.44
Zn	8.93	Al ₂ O ₃	8.34
Ti	4.02	ZnO	4.58
K	3.51	TiO ₂	3.22
Cl	3.14	K ₂ O	2.23
Bi	2.20	Cl	1.73
Mg	1.40	MgO	1.49

El análisis de FRX corrobora los compuestos mostrados en el análisis de DRX, los cuales indican presencia de arena (SiO₂), arcilla (SiO₂.Al₂O₃.H₂O), hematita (Fe₂O₃) y fases cristalinas más complejas.

El cambio de porcenatje en el contenido de las diferentes muestras y tratamientos térmicos se puede observar en la Figura 4.1.1, donde se evidencia la reducción carbotermica de los óxidos (Figura 4.1.1a) y la transformación a sus formas elementales (Figura 4.1.1b)

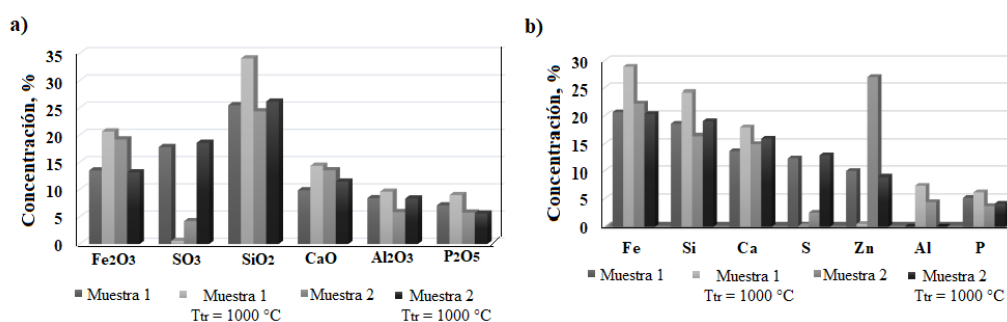


Figura 4.1.1 Concentración porcentual de las muestras iniciales y con un T_{tr} = 1000 °C, a) Óxidos y b) Elementos.

4.1.2. Análisis de datos de Difracción de Rayos X (DRX)

Se realizó un análisis de Difracción de Rayos X (DRX) de los sedimentos de RLA iniciales secos el cual se muestra en la Figura 4.1.2 a. Estos patrones de difracción revelan la presencia de fases cristalinas, como el yeso ($\text{Ca}(\text{SO}_4) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, ficha JCPDS 01-074-1904), feldespatos ($(\text{K}, \text{Na})\text{AlSi}_3\text{O}_8$), cristobalita (SiO_2) y hematita (Fe_2O_3 , ficha JCPDS 001-0424). Estas fases cristalinas son atribuibles a los materiales presentes en los sedimentos, como la arena, arcilla y yeso. Adicional, se observa un halo en el espectro, indicativo de la presencia de materia orgánica en los RLA.

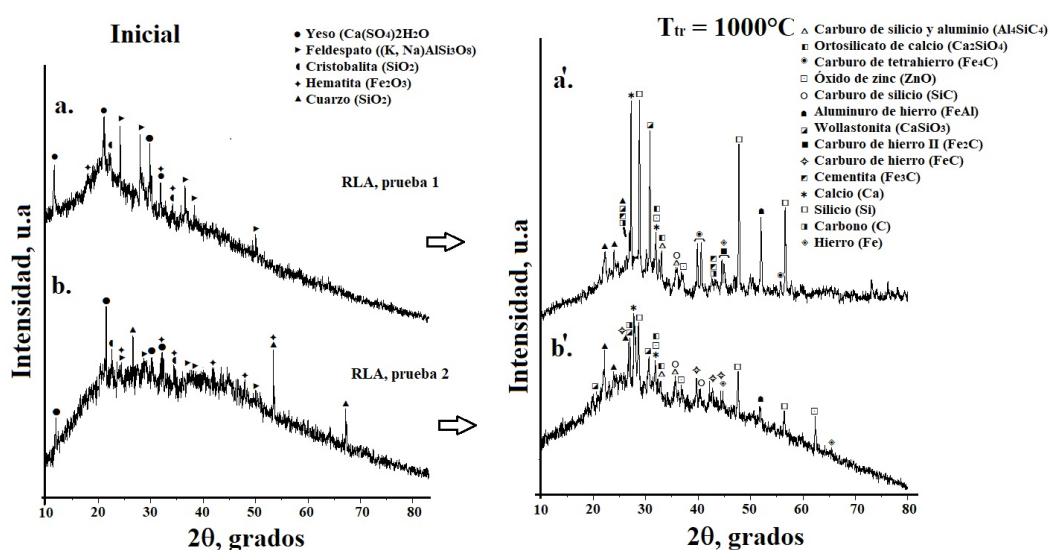
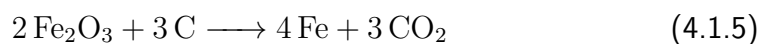
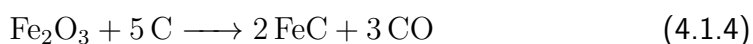
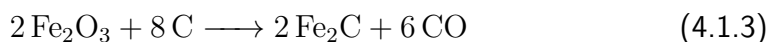
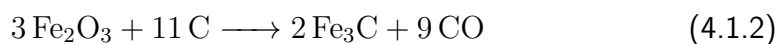
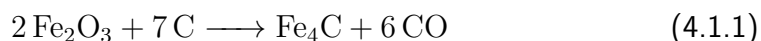


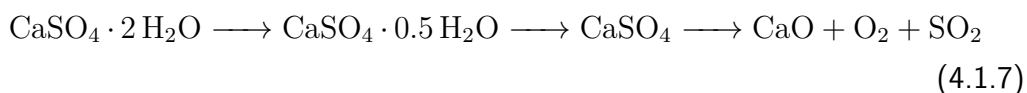
Figura 4.1.2 Patrones de difracción de RLA inicial (a, b) y después de tratamiento térmico a 1000 °C durante 1h (a',b').

Después de someter los RLA a un tratamiento térmico en un rango de temperatura de 400-1000 °C durante una hora (Figura 4.1.2 a',b' y Figura 4.1.3), los espectros de DRX revelan nuevas fases cristalinas, correspondientes a el calcio (Ca, ficha JCPDS 001-0735), silicio (Si, ficha JCPDS 001-0787), carbón (C, ficha JCPDS 001-0646), calcio ortosilicato (Ca_2SiO_4 , ficha JCPDS 002-0866), cementita (Fe_3C , ficha JCPDS 003-0400), carburos de hierro (Fe_4C , ficha JCPDS 03-065-3286; Fe_2C , fichas JCPDS 003-1012) y hierro (Fe, fichas JCPDS 001-1252). También aparecen fases como aleación de aluminuro de hierro (FeAl), wollastonita (CaSiO_3 , ficha JCPDS 002-0689) y cristobalita (SiO_2 , ficha JCPDS 001-0424). La aparición de metales y carburos indican el desarrollo de la reducción de compuestos óxidos por el carbono presente, lo que indica una reducción carbotérmica de óxidos.

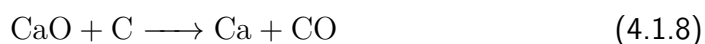
Algunas de estas reacciones son mostradas a continuación:



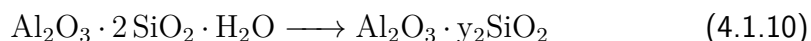
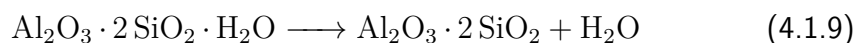
A su vez, existe una transformación del yeso después del tratamiento térmico desde 100 °C hasta 1000 °C:



En presencia de carbono, da lugar a la siguiente reacción:



En presencia de arcilla, pasan las siguientes reacciones:



Cuando el carbono libre entra en el sistema, sucede la siguiente reacción.



Debido a la formación de Al, se obtiene un agente reductor adicional para com-

puestos de óxido. Parte del aluminio forma una aleación con el hierro.



La presencia de silicatos como (Ca_2SiO_4 , CaSiO_3) indican que el tiempo de tratamiento no es suficiente para el completo desarrollo del proceso de reducción.

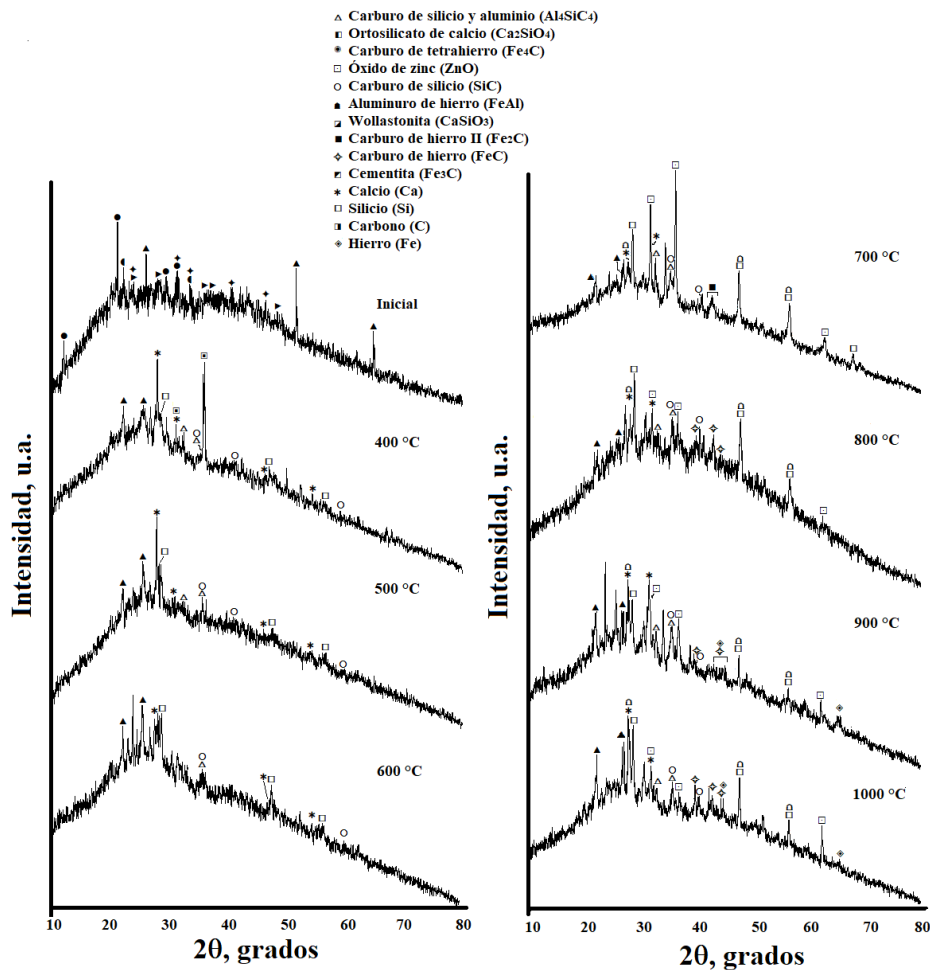


Figura 4.1.3 Patrones de difracción de rayos X de RLA para prueba 2 después del tratamiento térmico a diferentes temperaturas, durante 1 hora.

4.1.3. Análisis de datos de Difracción de Rayos X (DRX) del Óxido de Boro (B_2O_3)

El óxido de boro tiene picos principales en $2\theta = 27.7610$ y 14.5535° y picos con baja intensidad en 23.3825 y 39.8414° , (B_2O_3 , ficha JCPDS 06-0297). Como se puede ver en la Figura 4.1.4 a, existen líneas adicionales que se le atribuyen a

residuos en el material. Después del tratamiento térmico a 1000 °C durante 1 hora, (Figura 4.1.4 b) las líneas adicionales desaparecen. Lo que indica una mejor cristalización del B_2O_3 , debido a que el punto de fusión de B_2O_3 es 450 °C, al disminuir la temperatura dentro del horno, regresa al estado sólido, lo que genera una segunda cristalización.

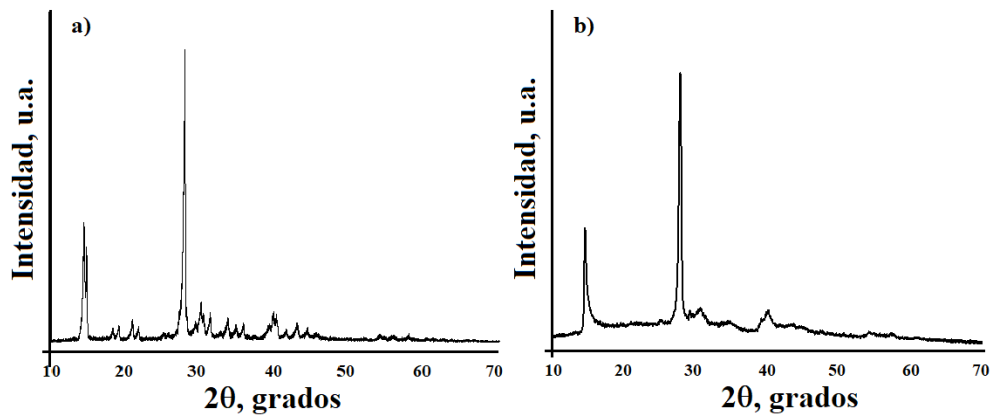


Figura 4.1.4 Patrón de difracción de rayos X de B_2O_3 inicial a) y posterior a un tratamiento térmico a 1000 °C durante 1 hora b).

4.2. Caracterización de polvos obtenidos a partir de las mezclas RLA- B_2O_3 .

4.2.1. Análisis de datos de Difracción de Rayos X (DRX)

El análisis de difracción de rayos X de mezclas de RLA- B_2O_3 en un rango de 10-90 % en peso de RLA y 90-10 % en peso de B_2O_3 respectivamente, tratadas térmicamente en un rango de 400 °C a 1100 °C durante 1 hora, muestra un cambio en la composición de fases de los componentes iniciales y la presencia de un halo intenso (Figura. 4.2.1 - 4.2.2).

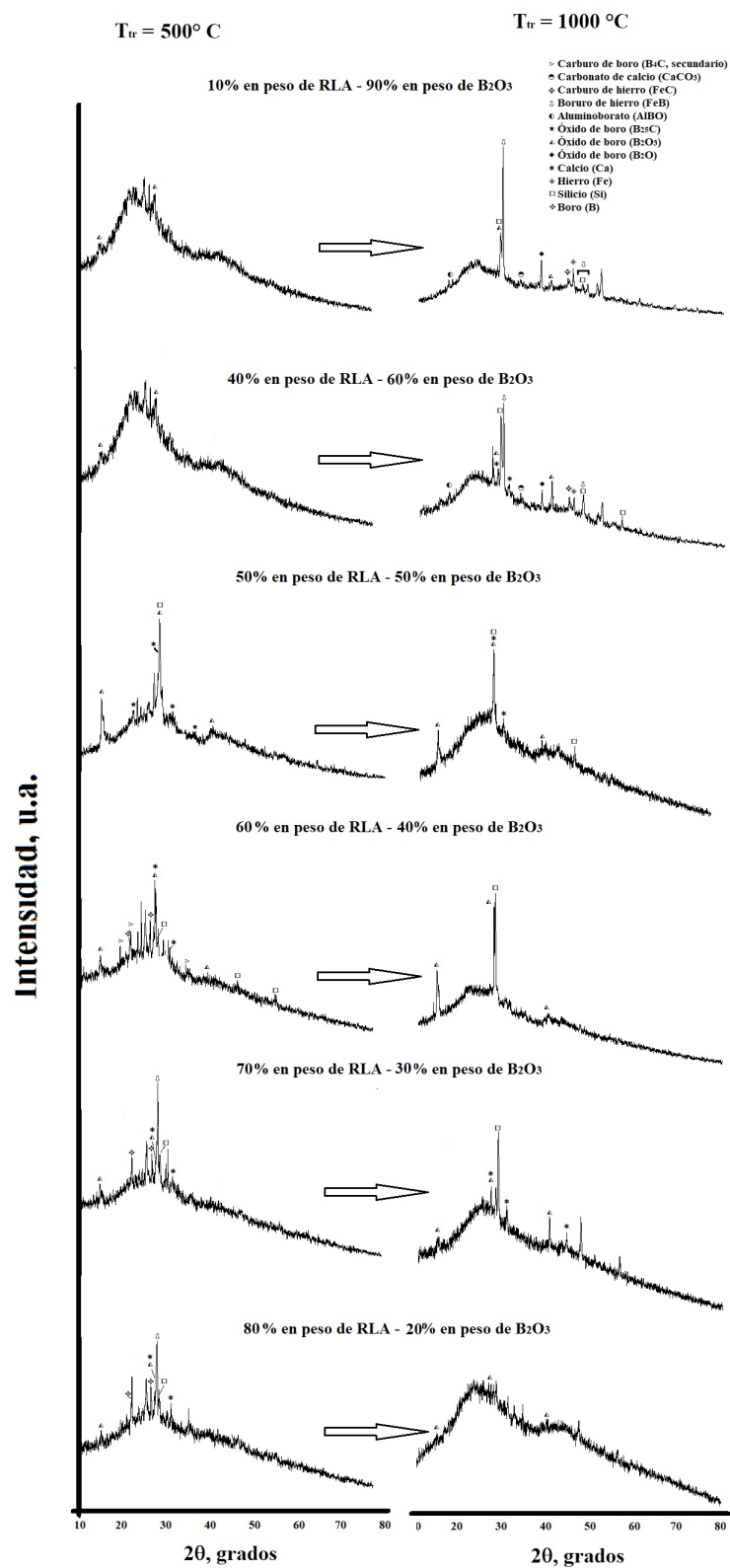


Figura 4.2.1 Patrones de Difracción de Rayos X de mezclas RLA- B_2O_3 en un rango de 10-90 % en peso de RLA y 90-10 % en peso de B_2O_3 respectivamente, tratados térmicamente a 500 y 1000 $^{\circ}C$ durante 1 hora.

El halo muestra picos correspondientes a diferentes fases cristalinas. Así, después de procesar las mezclas en el rango de 400-600 °C, se registran los siguientes: óxido de boro (B_2O_3 , $2\theta = 34.89$, hoja JCPDS 01-080-2254), silicio (Si , $2\theta = 28.49$, hoja JCPDS 001-0787), calcio (Ca , $2\theta = 27.76$, hoja JCPDS 001-00735), carburo de boro y calcio (CaB_2C_2 , $2\theta = 33.88$, hoja JCPDS 034-0952), carburo de boro ($B_{25}C$, $2\theta = 36.97$, hoja JCPDS 025-0096, boro (B , $2\theta = 38.95$, hoja JCPDS 017-0788). Estos cambios en la composición de la fase corresponden a las propiedades carbotérmicas y reducción metalotérmica de óxidos.

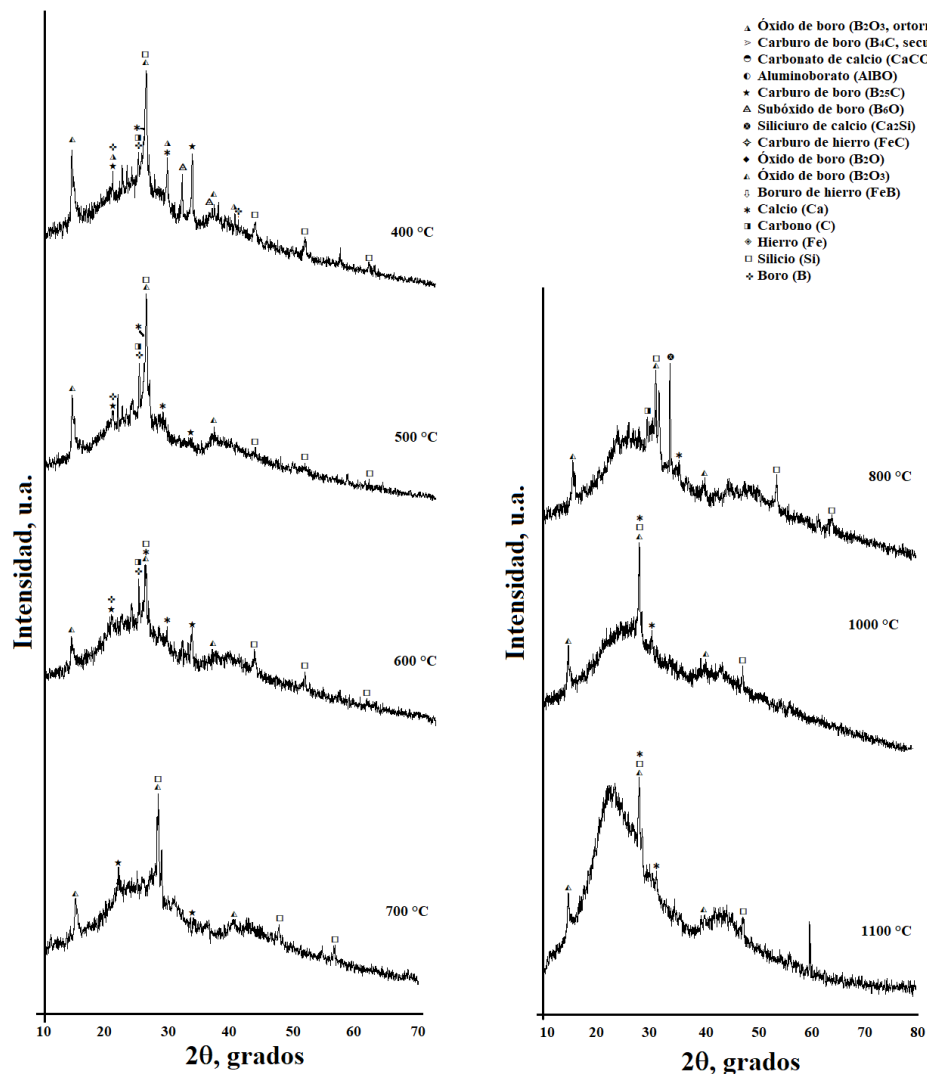


Figura 4.2.2 Patrones de Difracción de Rayos X de mezclas 50 % RLA- 50 % B_2O_3 , con un tratamiento térmico desde 400 a 1100 °C durante 1 hora.

Como se puede observar en las Figuras.4.2.1 - 4.2.2, a medida que aumenta la temperatura de procesamiento y el contenido de RLA en las mezclas, el material

resultante se vuelve más amorfo. Simultáneamente, disminuye la intensidad de los picos relacionados con los cristales de $B_{25}C$ y a las fases cristalinas como: C, Ca, Si y Fe (Figura. 4.2.3).

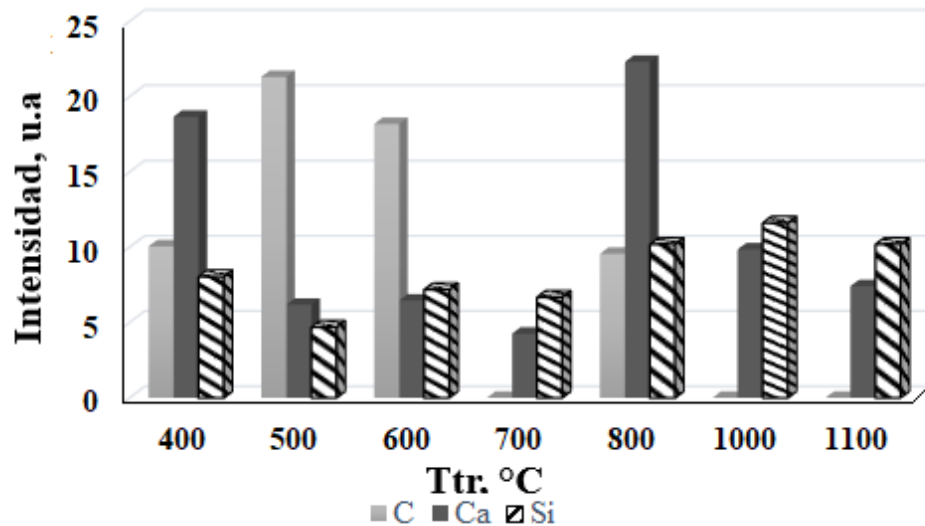


Figura 4.2.3 Cambio de intensidad en los picos relacionado a las fases cristalinas correspondientes a C, Ca y Si.

Después $T_{tr} = 1100$ °C, se observa un aumento en la intensidad del halo (fase amorfa) y un desplazamiento en el máximo del halo intenso a valores más bajos de B_2O_3 (Figura 4.2.4).

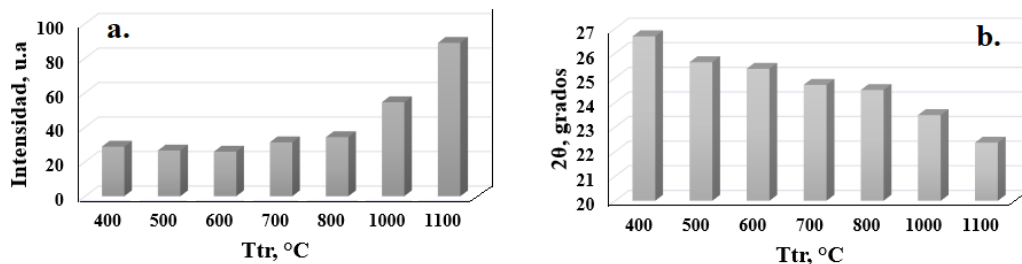


Figura 4.2.4 Cambio de intensidad (a) y posición (b) de fase amorfa intensa en función de la temperatura de tratamiento para la mezcla 50 % RLA – 50 % B_2O_3 . $t_{tr} = 1$ h.

Este cambio indica indirectamente un aumento en la contribución del B_4C amorfo al halo de carbono amorfo. A continuación, se muestra una vista de halos de superposición de C amorfo y B_4C amorfo (Figura 4.2.5). En la Figura 4.2.5 a) se puede observar la amorfización gradual desde 0 % (estado cristalino) hasta el

100 % (estado amorfo) del B_4C , mismo caso para el C b), a su vez, en la Figura 4.2.5 c) se puede observar la superposición de ambos componentes C- B_4C , hasta obtener la simulación más aproximada a los patrones de difracción de rayos X experimentales (líneas rojas).

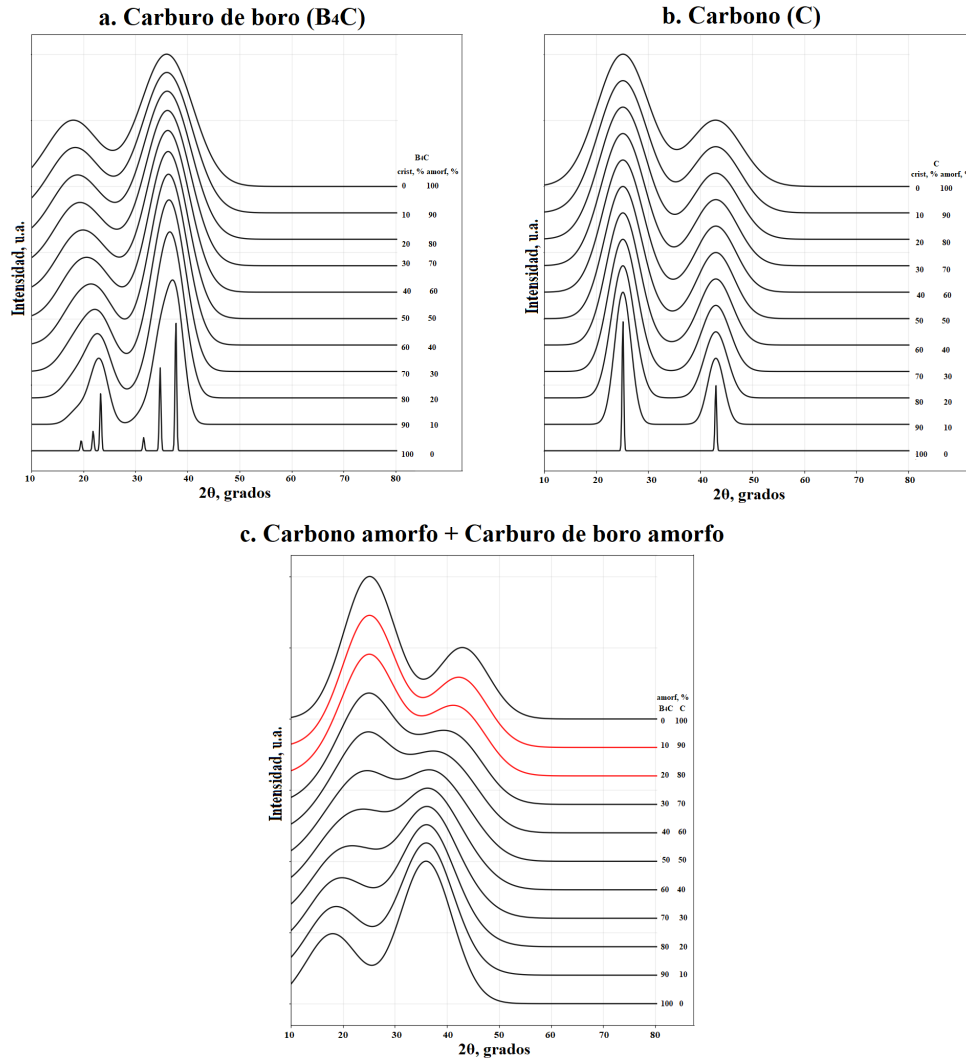
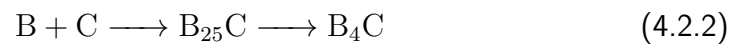
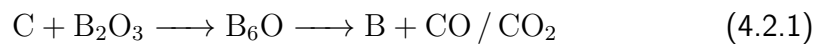


Figura 4.2.5 Simulación y Modelado de fases cristalinas a amorfas del C y B_4C .

Durante el tratamiento térmico de las mezclas binarias $RLA-B_2O_3$ (Figura 4.2.2), se observa la reducción carbotérmica del óxido de boro hasta B en estado basal y carburos de boro:



La fase cristalina del B_4C ($2\theta = 37.76$, hoja JCPDS 001-1163) aparece en pequeña cantidad después de $T_{tr} = 900$ °C. La presencia de incluso una pequeña contribución de oxígeno en el horno inicia la reacción:



En todos los polvos formados nuevamente, la fase cristalina del óxido de boro corresponde a su estructura cúbica (B_2O_3 , $2\theta = 27.76$, hoja JCPDS 06-0297), en muestras de 400 °C - 600 °C y 800 °C, se observa una fase con estructura ortorrómbica (B_2O_3 , $2\theta = 31.22$, hoja JCPDS 076-0751).

Dado que la composición de la atmósfera y la necesidad de excluir el oxígeno son factores claros en la síntesis de compuestos no metálicos refractarios como el B_4C , en este trabajo se realizó la sinterización de mezclas en prevacío y en atmósfera de argón. Como se puede ver en la Figura 4.2.6 a, cuando el contenido de RLA en las mezclas es inferior al 60 % en peso. En el halo amorfo de las muestras obtenidas por sinterización en prevacío se registran picos de óxido de boro. Sin embargo, durante la sinterización en un entorno de argón, no se forma B_2O_3 . Con un alto contenido de RLA (Figura 4.2.6 b), la atmósfera se satura de CO/CO₂ e impide la oxidación del B.

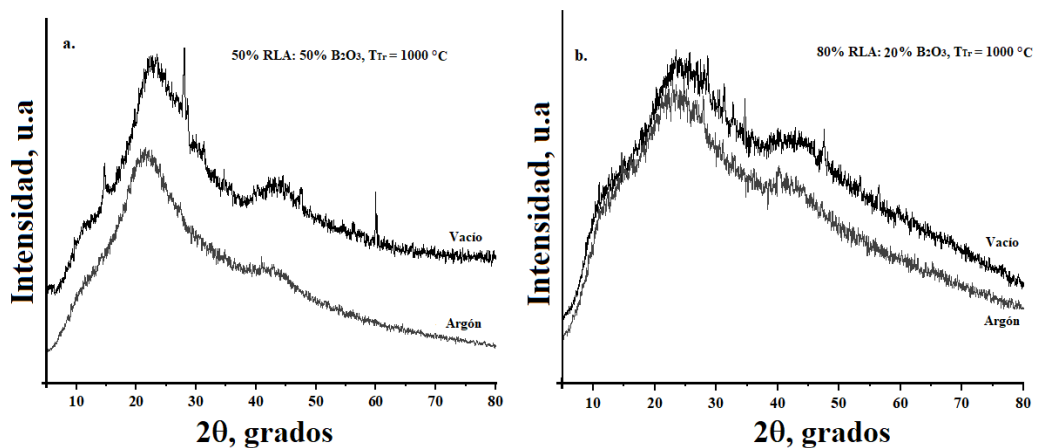


Figura 4.2.6 Tipos de patrones de difracción de rayos X de muestras de polvo sinterizadas en diferentes ambientes gaseosos a 1000 °C durante 1 hora.

La Figura 4.2.7 ilustra el cambio en la intensidad del pico de difracción principal de B_2O_3 a $2\theta = 27.76^\circ$ dependiendo de diferentes condiciones de sinterización de la mezcla de 50 % en peso de RLA - 50 % en peso de B_2O_3 . Así, la disminución de la intensidad del pico principal de B_2O_3 a medida que aumenta la temperatura de sinterización de la mezcla (Figura 4.2.7 a) indica el desarrollo del proceso de

reducción de B_2O_3 . Se producen procesos similares con el aumento del tiempo de sinterización (Figura 4.2.7 b) y el agotamiento del oxígeno en el entorno del gas del horno (Figura 4.2.7 c).

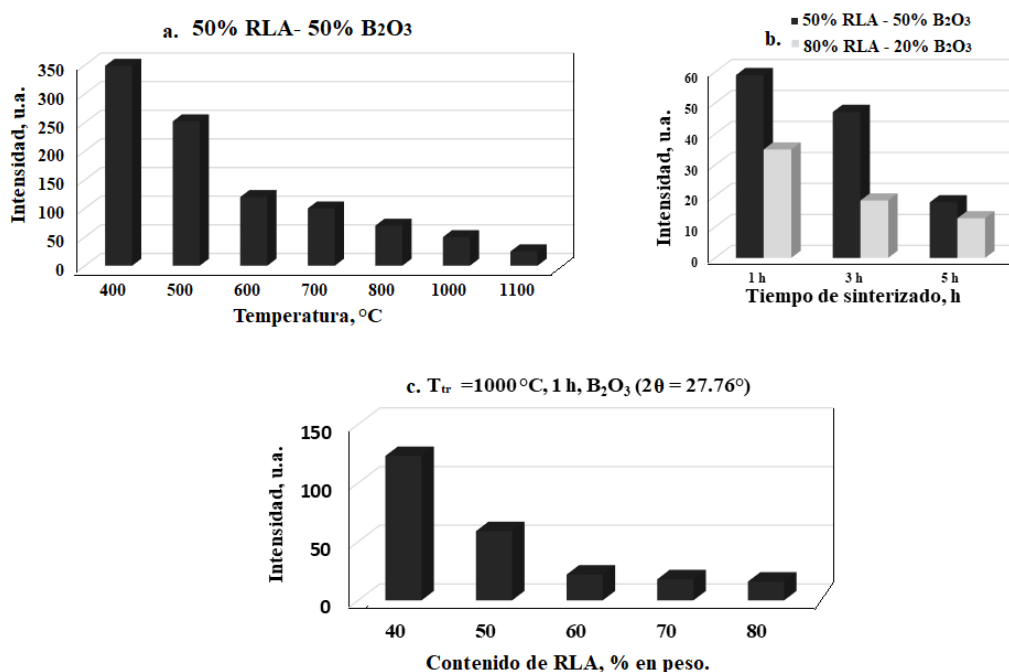


Figura 4.2.7 Cambio de intensidad del pico característico del B_2O_3 de las mezclas: a) 50 % RLA- 50 % B_2O_3 con una temperatura de sinterizado desde 400 °C- 1100 °C, b) con respecto al tiempo de tratamiento térmico 1, 3 y 5 horas para las mezclas 50 % RLA- 50 % B_2O_3 y 80 % RLA- 20 % B_2O_3 y c) porcentaje de contenido de RLA (40-80 %).

4.2.2. Análisis de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y el análisis de datos de la Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDS)

Las micrografías de los polvos (Figura 4.2.8) muestran que en la superficie de las partículas grandes hay grupos de agregados de partículas más pequeñas, que son partículas de boro/óxido de boro. La presencia de este elemento en las mezclas se confirma mediante EDS (Tabla 4.2.1), donde se observa que las muestras con mayor contenido de B_2O_3 son las que muestran en las micrografías una mayor cantidad de partículas pequeñas.

Tabla 4.2.1 Composición elemental de las muestras (% en peso).

Composición	Elementos						
	B	C	O	Al	Si	Ca	Fe
50 % RLA – 50 % B_2O_3	4.03	0.33	76.38	3.17	8.68	2.50	4.90
40 % RLA – 60 % B_2O_3	5.91	1.34	73.70	3.51	5.59	3.45	6.15
30 % RLA – 70 % B_2O_3	11.20	2.41	63.34	3.39	10.08	1.87	7.71

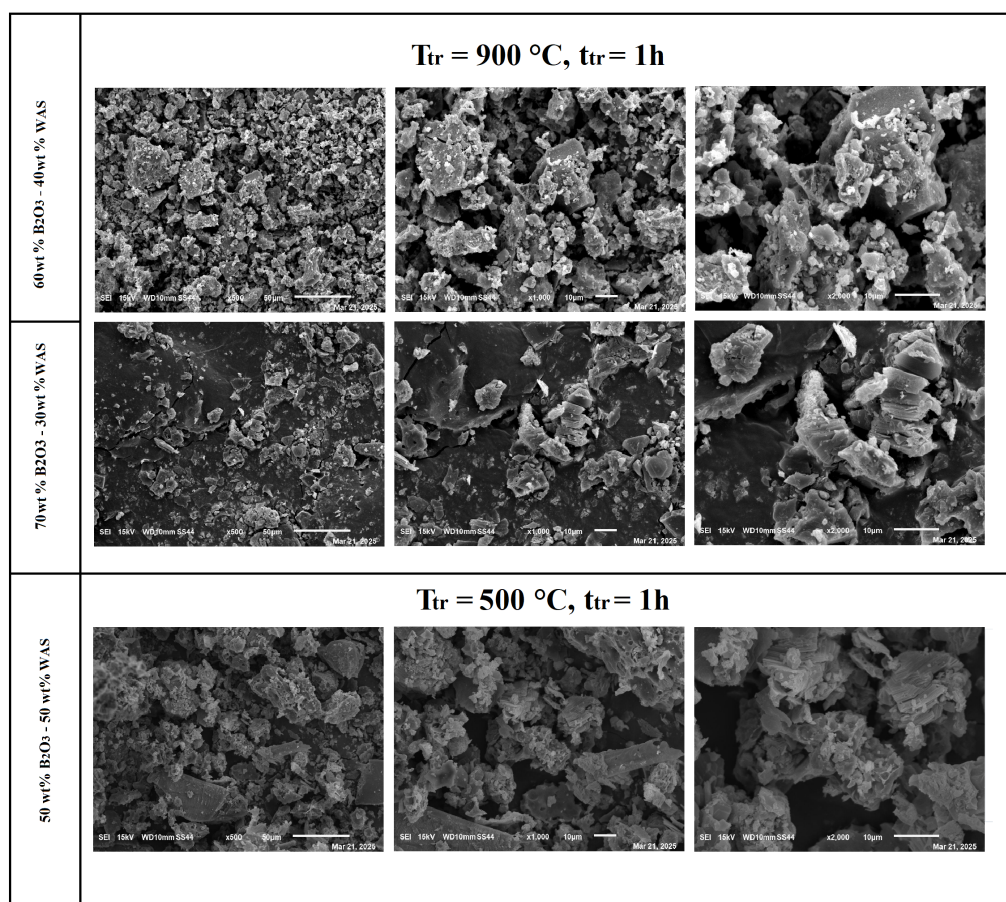


Figura 4.2.8 Micrografías de los polvos sinterizados a $T_{tr}=500$ y $900\text{ }^{\circ}\text{C}$.

La formación específica de mezclas a partir de agregados de boro y productos de destrucción térmica de RLA predetermina el desarrollo posterior de la formación de carburo, de esta forma el B_4C sólo puede aparecer en la zona de contacto de las partículas de boro y carbono. Además, es la formación de una capa plana de B_4C entre la superficie de la partícula de carbono en un lado y el agregado de B_2O_3 en el otro lado lo que impide el crecimiento volumétrico de la capa de B_4C y su cristalización. Como resultado, el B_4C se “conserva” en un estado amorfo.

Esquemáticamente esto se puede representar de la siguiente manera (Figura 4.2.9):

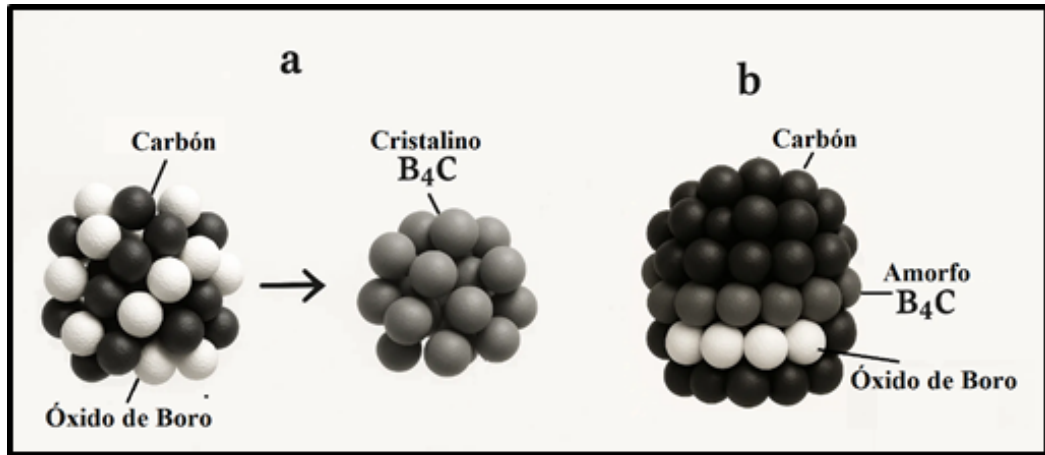


Figura 4.2.9 Diagramas simplificados de la formación de B₄C cristalino (a) y amorfo (b).

Mediante las micrografías de los polvos obtenidos, se realizó el análisis de morfología y tamaño de partícula mediante el software Gatan Digital Micrograph. Para la mezcla 50 % en peso RLA - 50 % en peso de B₂O₃ con un $T_{tr} = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t_{tr} = 1\text{h}$ como se observa en la Figura 4.2.10 a), muestra partículas en forma de hojuela o laminares con grosor promedio de 10 nm y 40 nm para las nanopartículas incrustadas en las estructuras laminares, mientras que para la mezcla 40 % en peso RLA - 60 % en peso de B₂O₃, $T_{tr} = 900\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t_{tr} = 1\text{h}$ (Figura 4.2.10 b) , muestra partículas con un tamaño en promedio de 34 nm y para la mezcla 30 % en peso RLA - 70 % en peso de B₂O₃, $T_{tr} = 900\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t_{tr} = 1\text{h}$ (Figura 4.2.10 c) muestra partículas tipo hojuela con un grosor de 54 nm y nanopartículas con un diámetro de 30 nm, esto evidencia la presencia de estructuras nanométricas 0D y 2D en los polvos obtenidos, mostradas como nanoestructuras 3D.

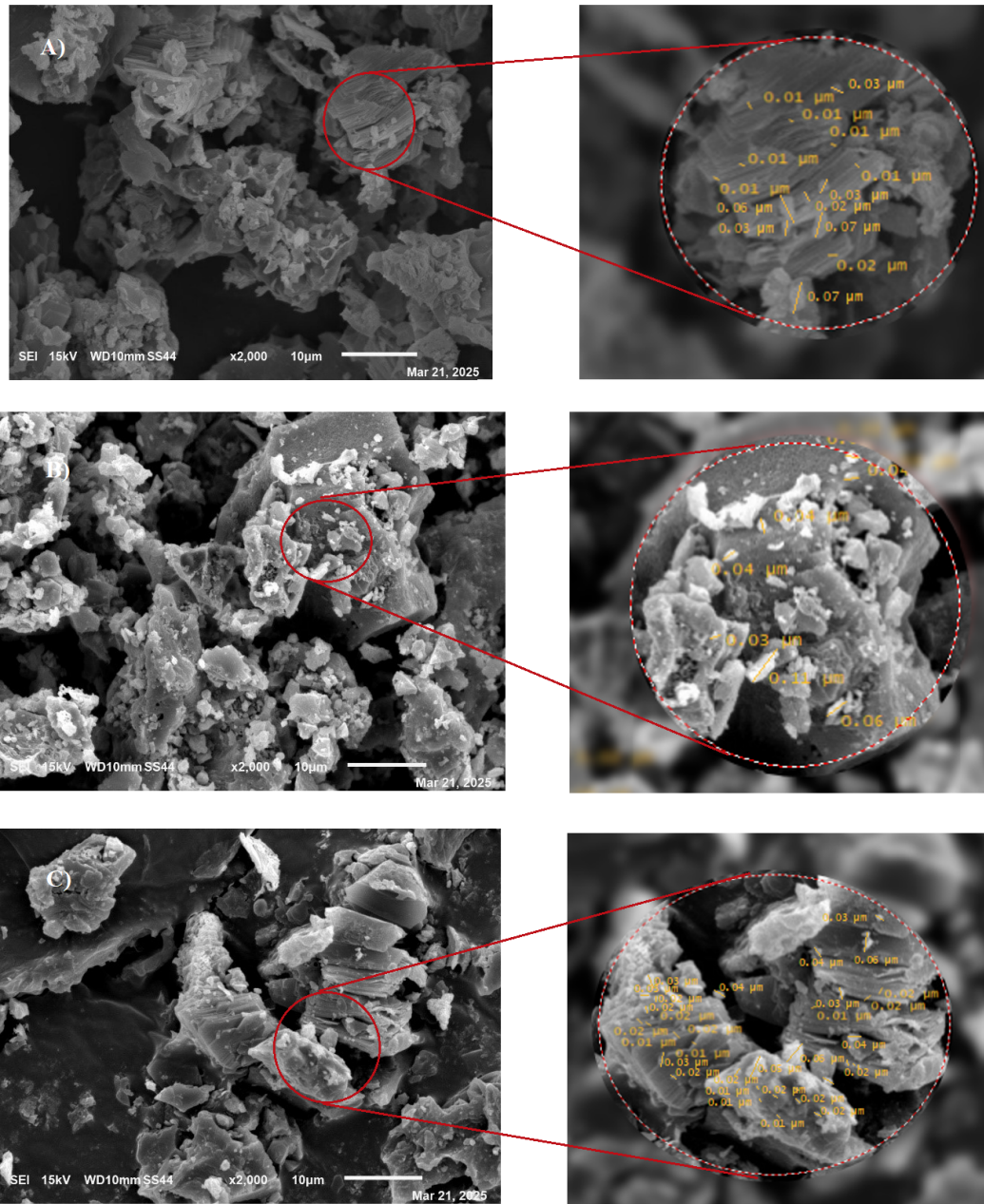


Figura 4.2.10 Tamaño de partícula de las mezclas, a) 50 % en peso RLA - 50 % en peso de B_2O_3 con un $T_{tr} = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t_{tr} = 1\text{ h}$, b) 40 % en peso RLA - 60 % en peso de B_2O_3 , $T_{tr} = 900\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t_{tr} = 1\text{ h}$ y c) 30 % en peso RLA - 70 % en peso de B_2O_3 , $T_{tr} = 900\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t_{tr} = 1\text{ h}$.

4.3. Caracterización de las muestras 3D a partir de las mezclas RLA-B₂O₃.

4.3.1. Análisis de datos de Difracción de Rayos X (DRX)

Con base en la Figura 4.3.1, se puede observar que el uso de compresión axial en la etapa de preparación de la mezcla puede intensificar la formación posterior de varias fases amorfas durante el proceso de sinterización.

El análisis de fase por rayos X después de la sinterización de piezas en bruto 3D compactadas a 5 toneladas, la formación predominante de fases cristalinas se produce únicamente con un alto contenido de RLA (90-80 % en peso) y condiciones de tratamiento térmico de bajas temperaturas o de corta duración (Figura 4.3.1 a, b). A medida que disminuye el contenido de RLA en las mezclas iniciales y aumentan la temperatura y el tiempo de sinterización de las piezas en bruto, se registra un material amorfo (Figura 4.3.1 b, c). La presencia de picos de B₂O₃ en el halo es consecuencia de la reducción carbotérmica del óxido de boro introducido en las reacciones químicas de reducción a boro, la posterior participación del boro en los procesos de reducción borotérmica de óxidos y la oxidación parcial del boro durante el enfriamiento de las muestras en el horno de síntesis (como se indicó en el capítulo anterior 4.2.1). La presencia de Fe, Ca y diferentes fases cristalinas débiles en el halo indica el desarrollo intensivo de procesos de reducción hasta la formación de metales debido a agentes reductores activos como el carbono y el boro. Este proceso complejo de recuperación puede caracterizarse como un proceso por reducción de carbono y boro. Cabe destacar que la fase cristalina B₄C solo se registra en muestras obtenidas de mezclas de 80 % en peso de RLA y 20 % en peso de B₂O₃ tras una $T_{tr} = 900\text{ }^{\circ}\text{C}$ y un $t_{tr} = 1\text{ h}$. Estas condiciones de sinterización garantizan la producción de muestras de C-B₄C con hierro, calcio, etc.

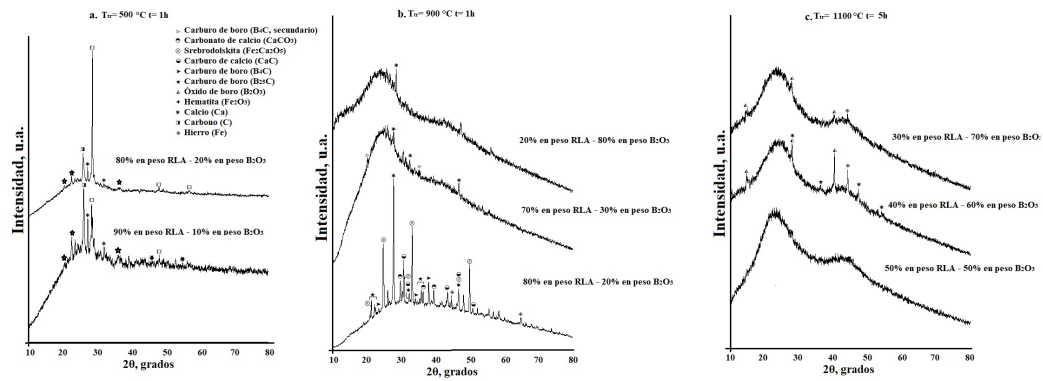


Figura 4.3.1 Patrones de DRX para las mezclas compactadas a 5 Ton, $t_{tr} = 5$ h, a) $T_{tr} = 500$ °C, b) $T_{tr} = 900$ °C, c) $T_{tr} = 1000$ °C.

En las muestras 3D obtenidas mediante prensado a 15 toneladas ($T_{tr} = 1100$ °C, $t_{tr} = 5$ h) se observa un cambio significativo en la forma del halo (Figura 4.3.2). Con un alto contenido de B_2O_3 en las mezclas iniciales, la forma del halo (Figura 4.3.2 a) se aproxima a la de las muestras obtenidas mediante prensado a 5 toneladas (Figura 4.3.1 c), a medida que el contenido de B_2O_3 en las mezclas iniciales disminuye en la región de $2\theta = 40-50^\circ$, la intensidad del halo más débil aumenta (Figura 4.3.2 b, c). En la misma región, se registran picos de hierro y calcio (Figura 4.3.2 b).

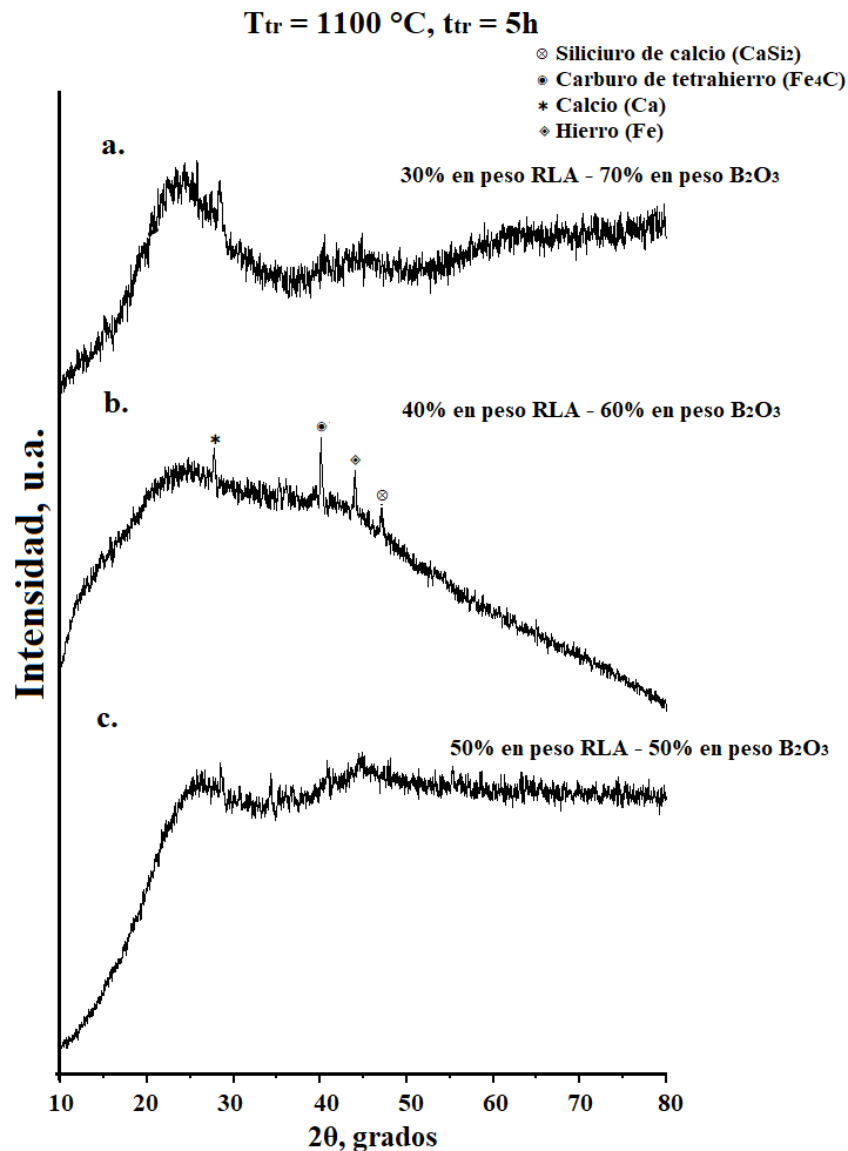


Figura 4.3.2 Patrones de DRX para las mezclas compactadas a 15 Ton, $T_{tr}=1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 5 h.

4.3.2. Análisis de datos de Fluorescencia de Rayos X (FRX)

El análisis de datos presenta grandes cantidades de $\text{Fe}/\text{Fe}_2\text{O}_3$, Ca/CaO , Si/SiO_2 y $\text{Al}/\text{Al}_2\text{O}_3$ (Ver Tablas 4.3.1 - 4.3.3). El contenido de otros óxidos metálicos es significativamente menor. Los elementos/óxidos principales son los que se encuentran en el contenido de RLA. Considerando los datos de FRX y DRX, se puede concluir que el aumento de la intensidad del halo en la región de $2\theta = 40\text{-}50$ grados en los patrones de difracción se debe principalmente a la formación de fases metálicas

amorphas (Fe, Ca, Si).

Tabla 4.3.1 Análisis FRX de la mezcla: 30 % en peso de RLA - 70 % en peso de B_2O_3 , $T_{tr}= 1100\text{ }^{\circ}C$, $t_{tr}= 5$ horas, compactado a 15 Ton.

Elemento	Concentración, %	Fórmula	Concentración, %
Fe	31.53	SiO_2	29.65
Si	20.21	Fe_2O_3	23.93
Ca	14.52	CaO	12.59
Cr	13.03	Cr_2O_3	10.83
Al	7.16	Al_2O_3	5.58
Ti	3.48	TiO_2	3.41
K	2.66	P_2O_5	2.77
Na	2.00	K_2O	2.02
P	1.76	Na_2O	2.00
Mg	1.52	MgO	1.82
Ni	1.50	NiO	0.95

Tabla 4.3.2 Análisis FRX de la mezcla: 40 % en peso de RLA - 60 % en peso de B_2O_3 , $T_{tr}= 1100\text{ }^{\circ}C$, $t_{tr}= 5$ horas, compactado a 15 Ton.

Elemento	Concentración, %	Fórmula	Concentración, %
Fe	29.22	SiO_2	37.79
Si	26.68	Fe_2O_3	21.15
Ca	18.76	CaO	15.34
Al	8.62	Al_2O_3	11.27
Ti	5.25	TiO_2	4.74
K	4.10	K_2O	2.93
Ni	1.85	MgO	2.08
Mg	1.76	P_2O_5	1.96
P	1.39	NiO	1.11

Tabla 4.3.3 Análisis FRX de la mezcla: 50 % en peso de RLA - 50 % en peso de B_2O_3 , $T_{tr}= 1100\text{ }^{\circ}C$, $t_{tr}= 5$ horas, compactado a 15 Ton.

Elemento	Concentración, %	Fórmula	Concentración, %
Fe	44.07	Fe_2O_3	35.23
Si	22.53	SiO_2	33.16
Ca	9.39	CaO	8.40
Cr	6.69	Cr_2O_3	6.10
Al	3.77	Al_2O_3	5.00
K	3.28	TiO_2	3.17
Ti	3.12	K_2O	2.53
Ni	2.81	P_2O_5	2.27
P	1.36	NiO	1.85

4.3.3. Análisis de datos mediante Modelado y Simulación

Por lo tanto, la forma compleja del halo indica un cambio en el contenido de fases amorfas pertenecientes al carbono amorfo y a compuestos amorfos recién formados, incluyendo metales. Para evaluar el cambio en la forma del halo de superposición en función del contenido de carbono amorfo, boro, metales amorfos (Fe, Ca, Al) y Si, se realizó un modelado (Figura 4.3.3). Este se realizó mediante el modelo de la función Gaussiana para simular los patrones de difracción experimentales con este comportamiento amorfo. La simulación mostró que la formación de metales amorfos (Fe, Ca) es la principal causa del cambio en la forma del halo de superposición.

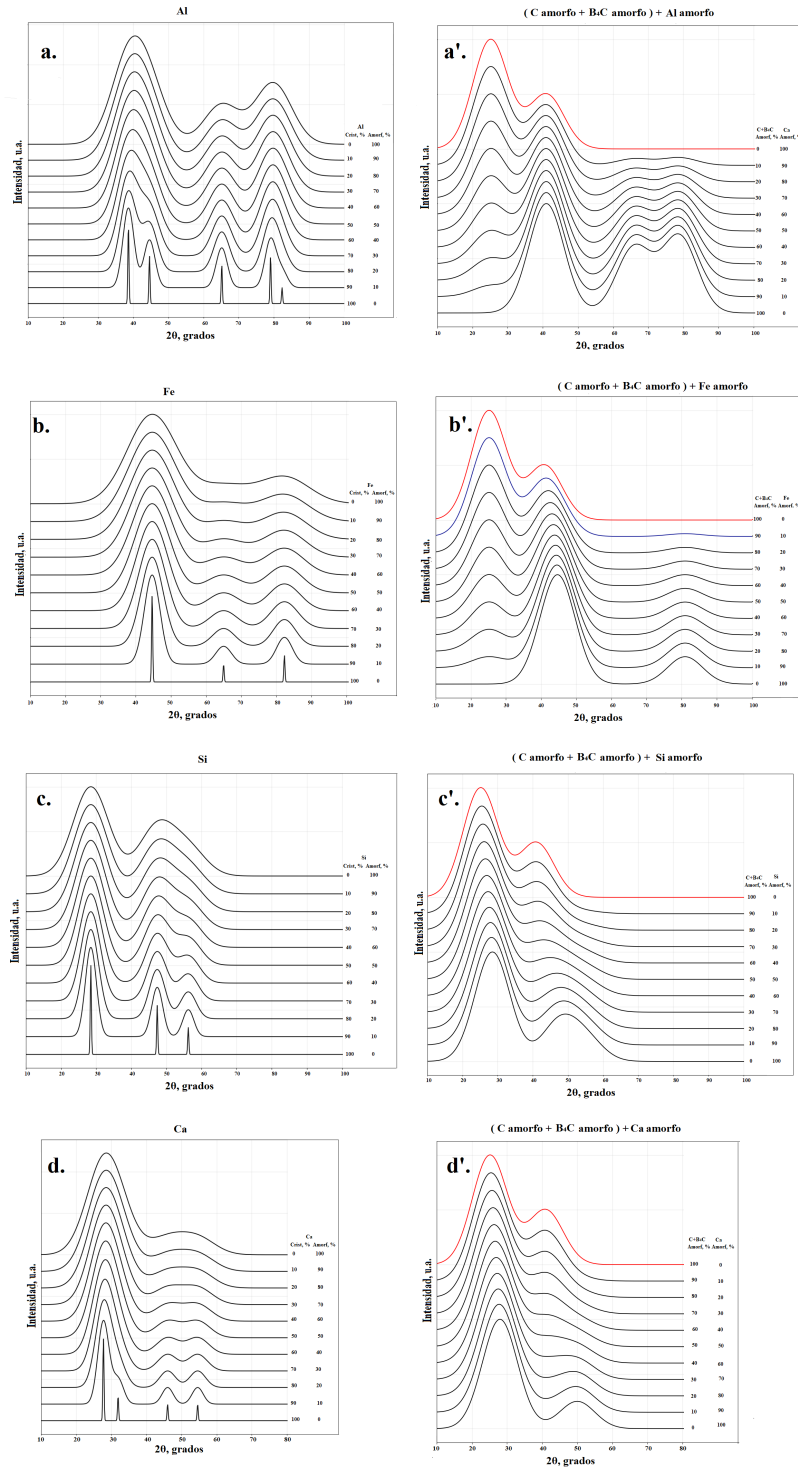


Figura 4.3.3 Simulación de superposición de halos con diferentes componentes: a) Al, a') (C amorfo + B₄C amorfo) + Al amorfo; b) Fe, b') (C amorfo + B₄C amorfo) + Fe amorfo; c) Si, c') (C amorfo + B₄C amorfo) + Si amorfo; d) Ca, d') (C amorfo + B₄C amorfo) + Ca amorfo. Nota: La línea roja consiste de la superposición de 80 % de C amorfo + 20 % de B₄C amorfo y la línea azul es la simulación del halo superpuesto más próximo al experimental.

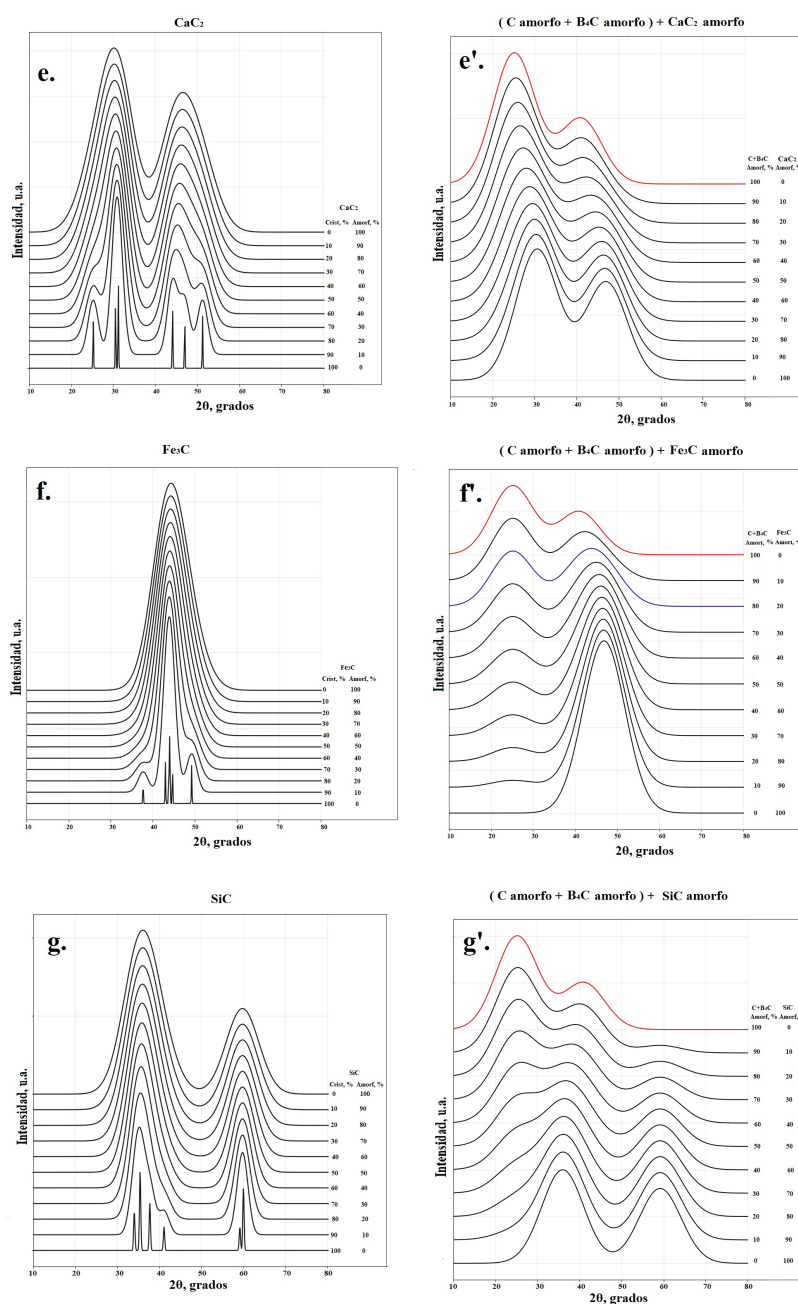


Figura 4.3.4 Simulación de superposición de halos con diferentes componentes: e) CaC₂, e') (C amorfo + B₄C amorfo) + CaC₂ amorfo; f) Fe₃C, f') (C amorfo + B₄C amorfo) + Fe₃C amorfo; g) SiC, g') (C amorfo + B₄C amorfo) + SiC amorfo. Nota: La línea roja consiste de la superposición de 80 % de C amorfo + 20 % de B₄C amorfo y la línea azul es la simulación del halo superpuesto más próximo al experimental.

Para la obtención de los modelados de los diferentes compuestos en forma de elementos y carburos, se realizó principalmente la simulación de C amorfo + B₄C amorfo, el cual se mostró en el capítulo anterior (Figura 4.2.5), que mostró el

porcentaje de B_4C amorfo (10 % y 20 %). Conociendo esta mezcla principal, se realizaron los modelados tomando como base de 80 % C amorfo + 20 % B_4C amorfo (línea roja). En la Figura 4.3.3 b' podemos observar el modelado de la mezcla $(C + B_4C) + Fe$ amorfo, el cual muestra un comportamiento similar a los patrones de DRX de la Figura 4.3.2 a, donde se puede observar el mismo patrón con las siguientes composiciones: 72 % C + 18 % B_4C + 10 % Fe (línea azul); mismo caso para la Figura 4.3.4 f') modelado de $(C + B_4C) + Fe_3C$ amorfo, que se asemeja a el patrón de la Figura 4.3.2 c) con un porcentaje de contenido 64 % C + 16 B_4C + 20 % Fe_3C (línea azul).

En la siguiente Figura 4.3.5 h y h', se puede observar la amorfización de Fe_4C y $CaSi_2$, a su vez en la Figura 4.3.5 i, se superponen halos que corresponden a Fe_4C amorfo + $CaSi_2$ amorfo, del cual se tomó la mezcla 20 % Fe_4C amorfo + 80 % $CaSi_2$ amorfo para lograr simular un patrón semejante al de la Figura 4.3.2 b, formando una composición 48 % C + 32 % B_4C + 4 % Fe_4C + 16 % $CaSi_2$ (línea azul), como se puede observar en la Figura 4.3.5 i'.

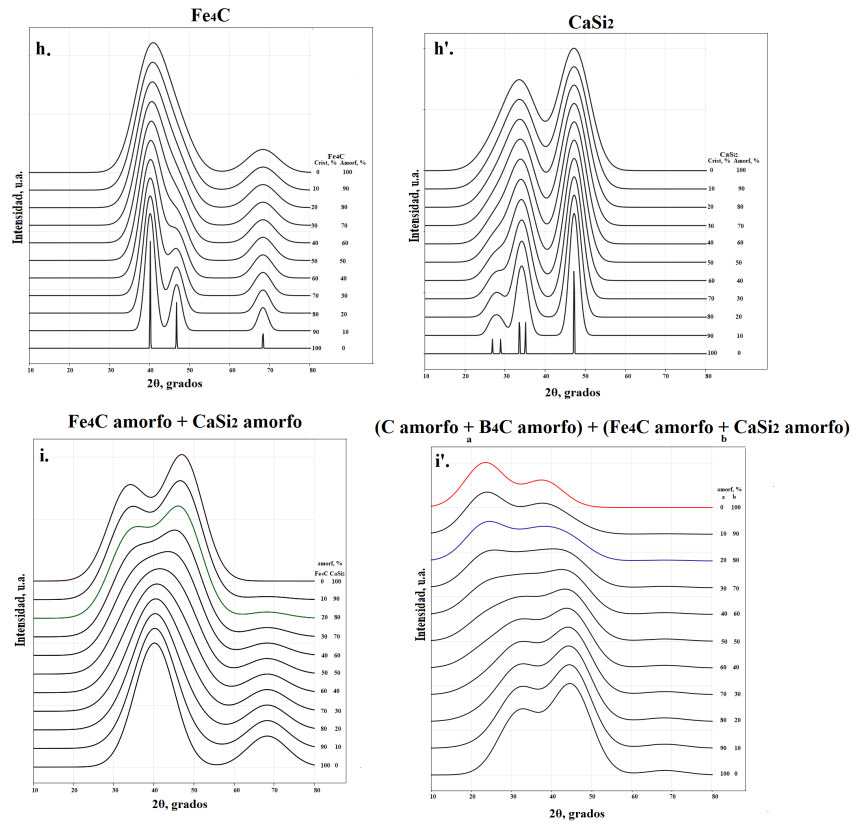


Figura 4.3.5 Simulación de superposición de halos con diferentes componentes: h) Fe_4C , h') $(\text{C amorfo} + \text{B}_4\text{C amorfo}) + \text{Fe}_4\text{C amorfo}$; i) $\text{Fe}_4\text{C amorfo} + \text{CaSi}_2 \text{ amorfo}$, i') $(\text{C amorfo} + \text{B}_4\text{C amorfo}) + (\text{Fe}_4\text{C amorfo} + \text{CaSi}_2 \text{ amorfo})$ (línea verde)). Nota: La línea roja consiste de la superposición de 80 % de C amorfo + 20 % de $\text{B}_4\text{C amorfo}$, y la línea azul es la simulación del halo superpuesto más próximo al experimental.

4.3.4. Análisis de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y el análisis de datos de la Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDS)

Las micrografías electrónicas de barrido (SEM) han demostrado que el tratamiento térmico de mezclas compactadas a 15 toneladas conduce a la formación de muestras altamente porosas Figura 4.3.6. El análisis por SEM muestra que al aumentar el contenido de óxido de boro en las piezas en bruto, la porosidad y el tamaño de poro aumentan. Este efecto indica que a $T_{tr} = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$, el boro participa activamente en el proceso de reducción, aunque el contenido de agente reductor de carbono disminuye. Se puede afirmar que a $T_{tr} \geq 1000 \text{ }^\circ\text{C}$, se produce la reducción térmica de óxidos metálicos por boro, acompañada de la liberación de óxido

de boro.

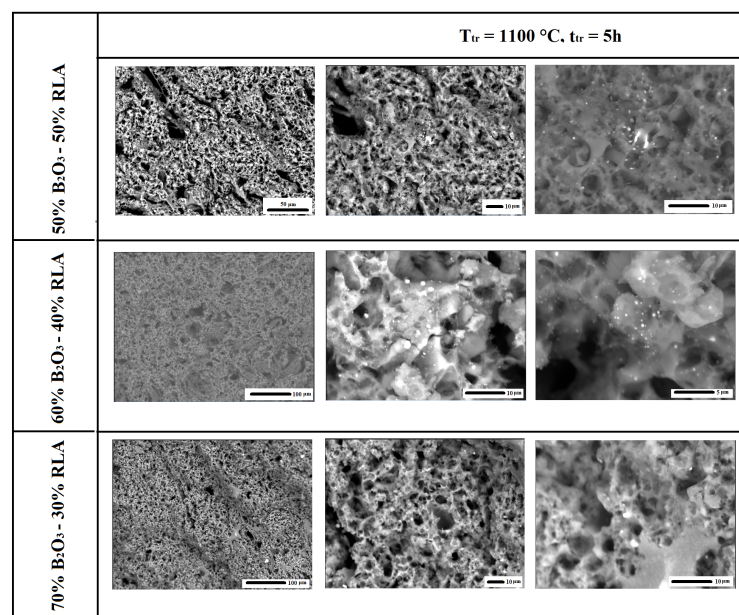


Figura 4.3.6 Micrografías electrónicas de barrido para las piezas compactadas a 15 Ton, $T_{tr} = 1100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Los estudios de EDS han demostrado que las muestras sinterizadas contienen elementos característicos de RLA (véanse las tablas de la Figura 4.3.7), además de carbono y boro. Las imágenes en modo mapa muestran que la distribución de elementos como C y B es similar. Se puede suponer que el B_4C se concentra en estas zonas. Aunque elementos como Si, Al, Ca y O están presentes en las ubicaciones donde se localizan el boro y el carbono, su distribución es más uniforme. La distribución de Fe en esta área del análisis de EDS no es uniforme. Se registran cúmulos de Fe grandes y pequeños. El tamaño de los cúmulos grandes disminuye a medida que aumenta el contenido de óxido de boro en los blancos.

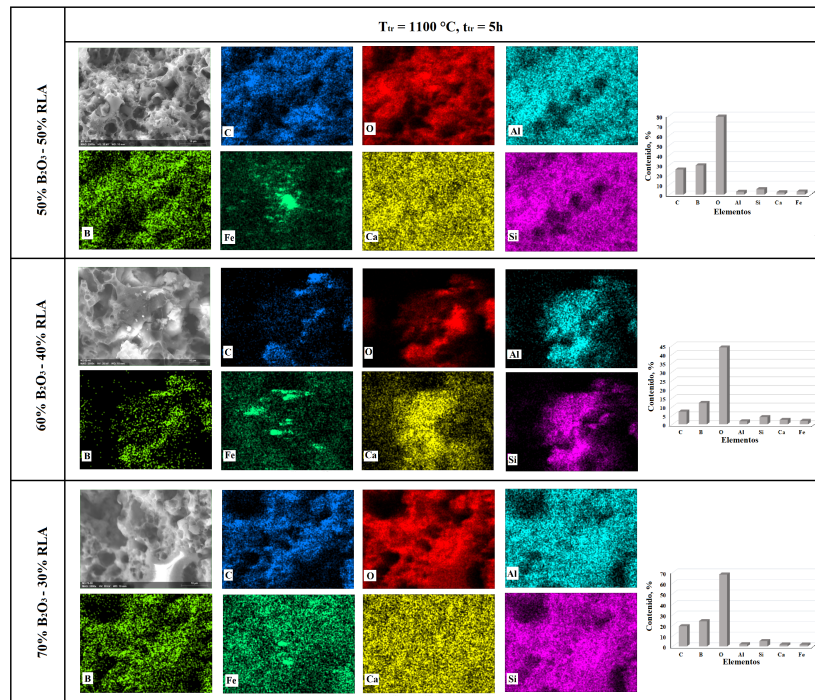
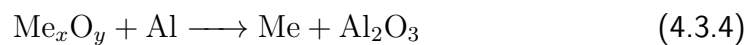
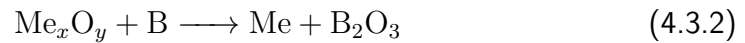


Figura 4.3.7 Distribución elemental de las muestras compactadas a 15 Ton, $T_{tr} = 1100\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t_{tr} = 5\text{ h}$, modo mapeo.

Los histogramas de la Figura 4.3.7 muestran que el contenido de metales y silicio es significativamente menor que el de carbono y boro. Simultáneamente, se observa un mayor contenido de oxígeno y una disminución del contenido de aluminio. Esto se debe al desarrollo de la reducción borotérmica y aluminotérmica de óxidos metálicos (véanse las ecuaciones 4.3.1, 4.3.2, 4.3.3 y 4.3.4).



Los resultados obtenidos nos permiten presentar un modelo de un material cerámico amorfo en el que las inclusiones de impurezas en B₄C Si, Ca, Al, Fe impiden la transición del B₄C a un estado cristalino (Figura 4.3.8).

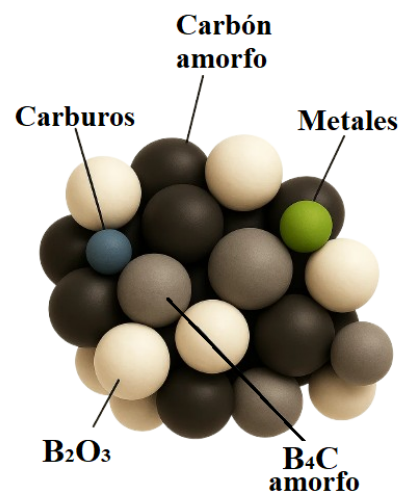


Figura 4.3.8 Modelado de un material amorfo multicompuesto.

Capítulo 5

Conclusiones

1. El análisis de distintos lotes de RLA demostró que pueden contener cantidades variables de minerales (arcilla, arena, yeso, feldespatos y otros), así como componentes adsorbidos del agua residual, los cuales intervienen en el procesamiento de nuevos materiales.
2. El tratamiento térmico del RLA en condiciones de deficiencia de oxígeno promueve la transformación de su fracción orgánica en carbono, el cual propicia procesos carbotérmicos de reducción de óxidos metálicos hasta metales.
3. Los procesos de reducción del B_2O_3 se intensifican con el aumento de la temperatura y del tiempo de tratamiento térmico, así como con la presencia de componentes de óxido sólido adicionales en el RLA.
4. La formación de aluminio, derivada de la descomposición térmica del mineral arcilloso, actúa como un agente reductor que intensifica el proceso de reducción general, generando una reducción metal-carbono.
5. A diferencia de la síntesis tradicional de carburo de boro a partir de mezclas de $C-B_2O_3$, que da como resultado un compuesto cristalino, la síntesis basada en mezclas RLA- B_2O_3 resulta en B_4C en un estado amorfo debido a la presencia de átomos de impurezas y fases recién formadas entre microagregados de partículas de B_4C , lo que impide el desarrollo del proceso de cristalización.
6. En la síntesis de muestras 3D con alto contenido de RLA, tratadas térmicamente a baja temperatura (900 °C), se produce la formación de B_4C cristalino y de un compuesto cerámico $C-B_4C$ que contiene fases de impurezas del RLA tratado térmicamente.

7. La sinterización de los compactados a 1100 °C conduce a la formación de material amorfo o amorfo-cristalino debido a la ocurrencia simultánea de un conjunto de procesos de reducción de óxidos, como el carbotérmico, el aluminotérmico y el borotérmico.
8. El modelado de fases amorfas superpuestas desarrollado constituye una herramienta analítica de referencia para evaluar el contenido de las principales fases amorfas en materiales sintetizados de forma similar.
9. El proceso de reducción de $\text{RLA-B}_2\text{O}_3$ con impurezas conduce a la síntesis de diversas matrices cerámicas, tales como B_4C , $\text{B}_4\text{C} + \text{Fe}$, $\text{B}_4\text{C} + \text{Ca}$ y $\text{B}_4\text{C} + \text{Si}$ poroso amorfo o amorfo-cristalino, lo que plantea la necesidad de un estudio más profundo de sus propiedades y su aplicación en ingeniería.

Capítulo 6

Trabajo a Futuro

La relevancia de los materiales compuestos basados en B_4C abre nuevas perspectivas para la diversificación de sus métodos de obtención. La modificación controlada de los precursores y de las variables operativas constituye el eje central de futuras investigaciones, las cuales se detallan a continuación:

1. Purificación de los RLA.
2. Análisis de lodos residuales de diferentes efluentes y procesos, como por ejemplo (lodos residuales de las aguas de tratamiento de industrias papeleras, lodos residuales granulados, etc).
3. Modificación de la temperatura de tratamiento mayor a 1100 °C.
4. Comprobación de diferentes atmósferas (argón, vacío, helio, agua).
5. Procesos de reducción mediante métodos como: deposición láser, plasma.
6. Realizar pruebas mecánicas, térmicas y eléctricas a los materiales obtenidos.
7. Aplicar los materiales según a sus características y propiedades.
8. Escalar a nivel industrial los procesos de obtención.

Si se realiza un seguimiento a éste método de obtención del compuesto C- B_4C , se recomienda lo siguiente:

1. Almacenamiento adecuado de los RLA, ya que pueden producirse procesos biológicos de descomposición.

2. Trabajar con viales de materiales cerámicos refractarios, para evitar contaminación.
3. Tener en cuenta la disolución del B_2O_3 , ya que no se realiza con agua a temperatura ambiente.

Capítulo 7

Aplicaciones Potenciales

A fin de identificar aplicaciones potenciales de los materiales sintetizados considerando su tamaño y contenido, se llevó a cabo el análisis de porosidad mediante el Software GATAN Digital Micrograph (versión de prueba), se realizó una calibración de imagen y posteriormente la medición de los poros.

Para la muestra 50 % en peso RLA – 50 % en peso B_2O_3 con un contenido basado en el modelado de: 64 % C amorfo + 16 % B_4C amorfo + 20 % Fe_3C amorfo, se observa una porosidad media de $2.7992 \mu m$, con poros desde $0.96 \mu m$ hasta $8.57 \mu m$ como se puede observar en la Figura 7.0.1. Derivado de este análisis las posibles aplicaciones son: ■ Absorción de energía de los impactos o amortiguando las vibraciones en equipos automotrices, aeroespaciales o industriales. ■ La combinación de una fase cerámica amorfa dura (B_4C) y un aglomerante metálico (Fe_3C) puede dar como resultado un material con alta resistencia a la abrasión, ideal para revestimientos o recubrimientos.

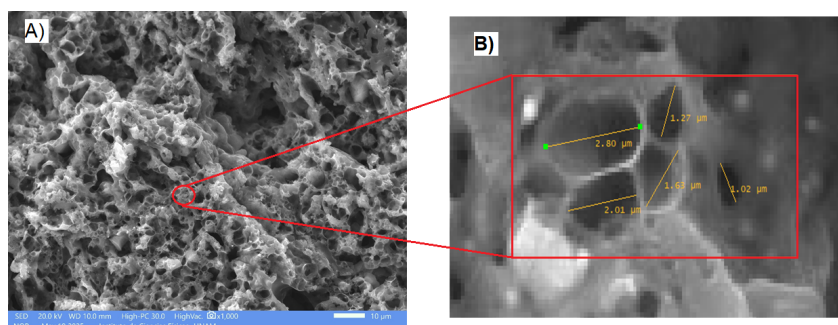


Figura 7.0.1 A) Micrografía Electrónica de Barrido para la mezcla 50 % en peso RLA – 50 % en peso B_2O_3 , compactada a 15 Ton $T_{tr}=1100^{\circ}C$ $t_{tr}=5h$. B) Análisis y medición de tamaño de poro.

La muestra con la mezcla 40 % en peso RLA – 60 % en peso B_2O_3 que tiene un

contenido según el modelado de: 48 % C amorfo + 32 % B_4C amorfo + 4 % Fe_4C amorfo + 16 % $CaSi_2$ amorfo, muestra un tamaño de porosidad media de $4.1618 \mu m$, con una porosidad máxima $25.44 \mu m$ y mínima de $0.99 \mu m$ (Figura 7.0.2). Derivado de estas características sus posibles aplicaciones son [93]:

- Filtración de gases calientes/corrosivos, soporte de catalizador, material de fricción (pastillas de freno).
- Contenido de $B_4C + Fe_4C$: Usado en componentes resistentes al desgaste: boquillas, placas protectoras contra abrasión, juntas, materiales de blindaje ligeros.
- Contenido de $CaSi_2$: Desoxidante utilizado en metalurgia; puede influir en el comportamiento de sinterización y en la estabilidad a altas temperaturas.

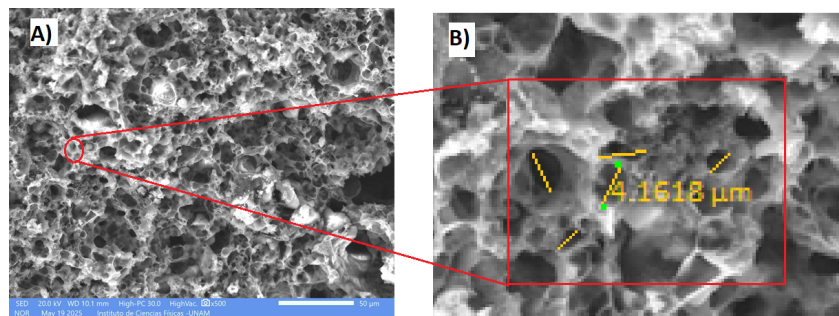


Figura 7.0.2 A) Micrografía Electrónica de Barrido para la mezcla 40 % en peso RLA – 60 % en peso B_2O_3 , compactada a 15 Ton $T_{tr} = 1100 \text{ } ^\circ C$ $t_{tr} = 5h$. B) Análisis y medición de tamaño de poro.

Para la muestra con la mezcla 30 % en peso RLA – 70 % en peso B_2O_3 y un contenido: 72 % C amorfo + 18 % B_4C amorfo + 10 % Fe amorfo, tiene una porosidad media de $4.7626 \mu m$ (Figura 7.0.3), mostrando también una porosidad máxima $12.4 \mu m$ y mínima $1.37 \mu m$. Las posibles aplicaciones son [94, 95]:

- Almacenamiento de energía en microsupercapacitores flexibles y supercapacitores.
- Material activo para electrodos en dispositivos de almacenamiento de energía.

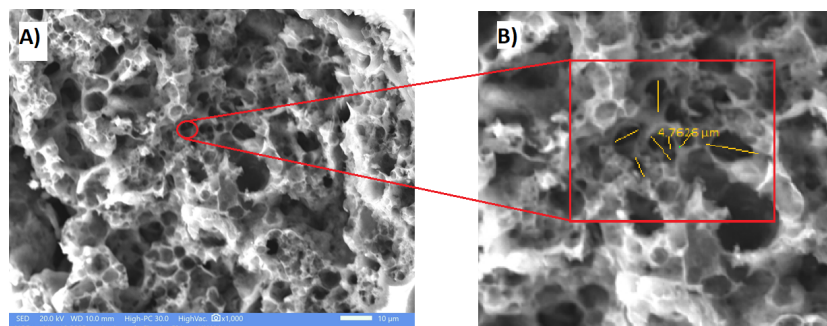


Figura 7.0.3 A) Micrografía Electrónica de Barrido para la mezcla 30 % en peso RLA – 70 % en peso B_2O_3 , compactada a 15 Ton $T_{tr} = 1100 \text{ } ^\circ C$ $t_{tr} = 5h$. B) Análisis y medición de tamaño de poro.

Supercapacitores: Caracterización Electroquímica

Debido a la alta porosidad de las muestras se realizaron diferentes análisis electroquímicos de una muestra en forma de polvo, mezcla 50 % en peso RLA – 50 % en peso B_2O_3 , con el objetivo de evaluar su potencial como material activo en el uso de capacitores.

Para la caracterización electroquímica se utilizó una celda de dos electrodos (Figura 7.0.4) conectada a un potenciostato/galvanostato. El dispositivo de almacenamiento de energía (ESD) basado en óxido de boro/lodos residuales se caracterizó mediante espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS) utilizando una amplitud de potencial de CA de 10 mV, un rango de frecuencia de 0.1 Hz a 30 kHz con 100 lecturas por década y el dispositivo se encontraba en polarización cero a temperatura ambiente. Del mismo modo, el ESD se caracterizó mediante voltamperometría cíclica (CV) a diferentes velocidades de barrido: 10, 20, 50 y 100 $mV s^{-1}$ y una ventana de potencial de -0,5 a 0,5 V.

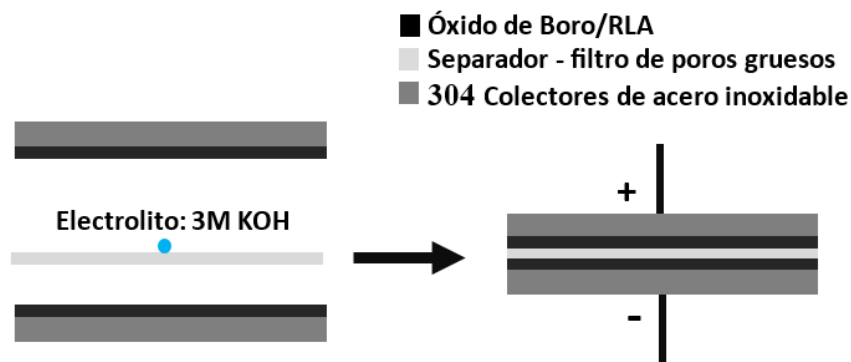


Figura 7.0.4 Esquema del dispositivo de almacenamiento de energía fabricado.

Se llevó a cabo una prueba de carga y descarga para confirmar que el dispositivo tenía capacidad para almacenar energía. El circuito de la Figura 7.0.5 se montó con componentes físicos; se conectó un circuito de resistencia-capacitancia (RC) a una fuente de alimentación de corriente continua (E). En este estudio, C representa la descarga electrostática (ESD).

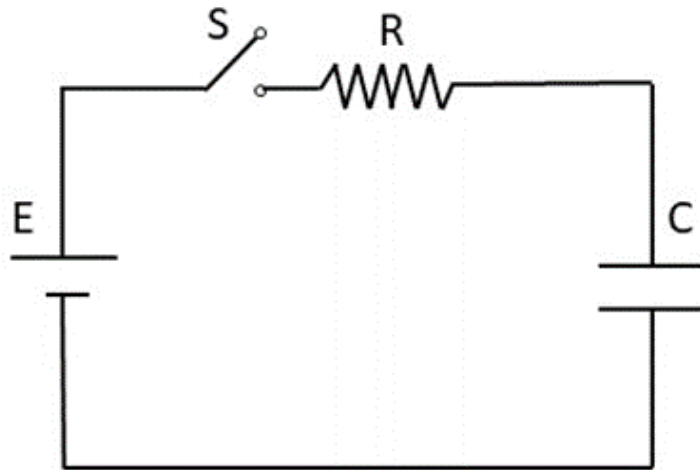


Figura 7.0.5 Circuito eléctrico RC.

Cuando se activa el interruptor S, comienza la fase de carga transitoria del condensador, que viene determinada por la Ecuación 7.0.1.

$$V_c = E \left(1 - e^{-\frac{t}{RC}} \right) \quad (7.0.1)$$

A partir de (7.0.1), la capacitancia del ESD (CESD) puede calcularse en cualquier instante t durante la fase de carga transitoria (Ecuación 7.0.2).

$$C_{ESD} = t / \left[R \times \ln \left(\frac{E}{E - V_c} \right) \right] \quad (7.0.2)$$

Resultados de las pruebas electroquímicas

Se utilizó el CV para caracterizar el comportamiento electroquímico y la cinética de reacción del ESD basado en óxido de boro y lodos residuales. Los voltamogramas se muestran en la Figura 7.0.6. Todos los voltamperogramas presentaban una forma cuasi-rectangular, lo que indica una naturaleza capacitiva debida a la formación de la doble capa eléctrica [96, 97]. Este comportamiento es característico de los supercapacitores.

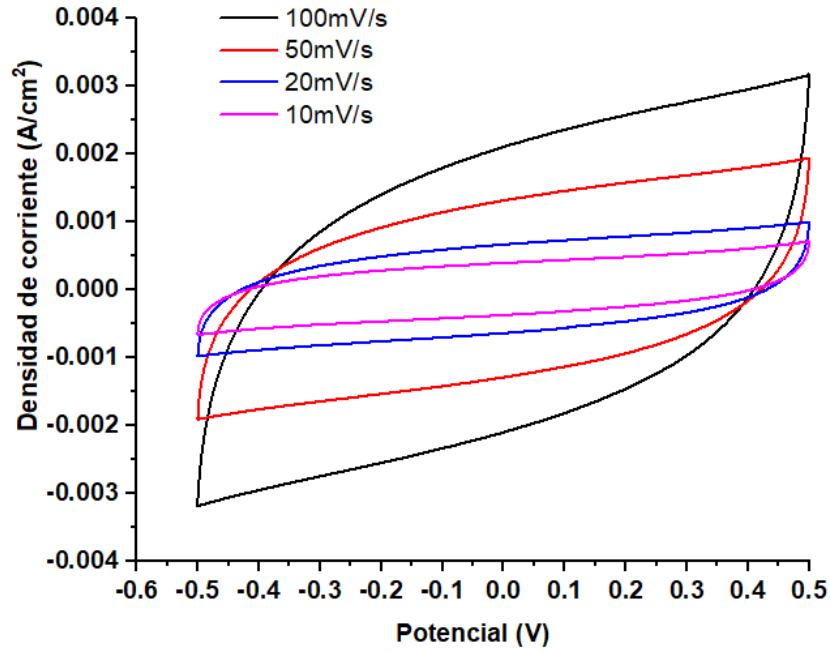


Figura 7.0.6 Curva de carga-descarga del supercapacitor con corriente variable.

La capacitancia específica (C_s) de los supercapacitores de CV se calculó utilizando la siguiente ecuación 7.0.3 [98]:

$$C_s = [mS (V_2 - V_1)]^{-1} \int_{V_1}^{V_2} IdV \quad (7.0.3)$$

Donde S es la velocidad de barrido de tensión, m es la masa de los materiales del electrodo y V_1 y V_2 son los límites de tensión. Según la ecuación 7.0.3, la capacidad C_s del supercapacitor para 10, 20, 50 y 100 mV s^{-1} fue de 2,7, 2,2, 1,7 y 1,4 F g^{-1} , respectivamente.

El valor de C_s depende de muchos factores, como el material de los colectores, el tipo de electrolito y dopante, la velocidad de barrido en la CV, la composición de los electrodos y la resistividad eléctrica del material [99], entre otros. Cabe destacar que los valores de C_s obtenidos demostraron que el material de óxido de boro/lodos residuales puede utilizarse para fabricar dispositivos de almacenamiento de energía, concretamente supercapacitores.

En la Figura 7.0.7 se muestra el diagrama de Nyquist del supercapacitor basado en óxido de boro y lodos residuales. El dispositivo presentó un semicírculo parcial a altas frecuencias relacionado con la resistencia de transferencia de carga (R_{ct}) y

la capacitancia de doble capa (C_{dl}), seguido de una línea recta (aproximadamente a 45° con respecto al eje Z') relacionada con la impedancia de Warburg (W). Esta impedancia está asociada a la difusión de especies químicas hacia o desde el electrodo [100]. En otras palabras, el elemento W refleja cómo la acumulación o el movimiento de iones en el electrolito puede ralentizar la respuesta del sistema, especialmente a bajas frecuencias [101]. Tras la línea recta a 45° respecto al eje Z' , se observó otra línea recta en un ángulo ligeramente superior a 45° respecto al eje Z' . Este comportamiento está relacionado con la capacitancia diferencial de equilibrio (C_{eq}), que indica cómo cambia la carga almacenada en la interfaz electroquímica con un pequeño cambio en el potencial del electrodo, en condiciones de equilibrio [102, 103]. El comportamiento observado en el diagrama de Nyquist es característico de los supercapacitores [104, 105, 106].

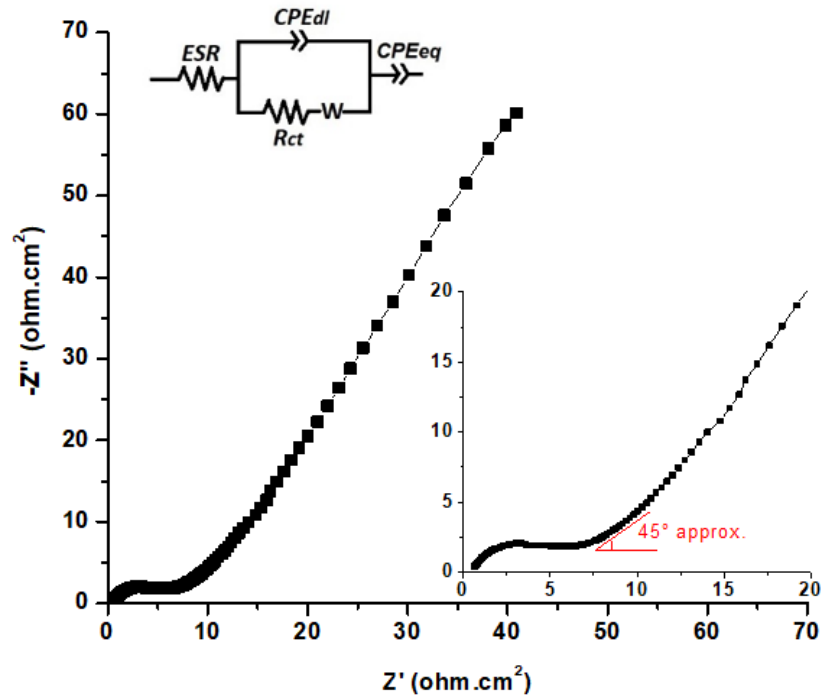


Figura 7.0.7 Diagrama de Nyquist para ESD. Los recuadros muestran el diagrama a altas frecuencias y el modelo de circuito equivalente.

Los datos experimentales obtenidos mediante espectroscopia de impedancia electroquímica se modelaron utilizando el circuito equivalente de la Figura 7.0.7. Esto permitió asociar cada componente del circuito a un fenómeno físico o químico que tiene lugar en el dispositivo. El modelo de circuito equivalente del supercapacitor consta de la resistencia en serie equivalente (ESR) o resistencia interna, que está relacionada con la resistencia de los electrodos [107], C_{dl} , R_{ct} , W y C_{eq} . CPE es

un elemento de fase constante, que sustituye al elemento capacitivo para proporcionar un ajuste más preciso y porque es un elemento cuyo valor de impedancia es una función de la frecuencia angular, cuya fase es independiente de la frecuencia. Estos parámetros del supercapacitor se determinaron utilizando los datos de EIS y el software ZVIEW (véase la Tabla 7.0.1).

Tabla 7.0.1 Parámetros de la simulación de los datos del EIS.

Parámetros	ESD Óxido de Boro/RLA
ESR (ω)	0.5
CPE _{dl} ($Y_0 [\Omega^{-1} s^n]$)	4.9E-5
(n)	0.9
R _{ct} (Ω)	5
W (R _w)	16.8
(s)	0.12
(a)	0.33
CPE _{ea} ($Y_0 [\Omega^{-1} s^n]$)	0.015
(n)	0.66

La ESR del supercapacitor fue de 0,5 Ω . Este valor es muy bajo debido a la alta conductividad iónica del electrolito [96] o al aumento de la conductividad eléctrica y del área de contacto entre el colector de corriente y la capa de óxido de boro/lodos residuales [27]. El bajo valor de R_{ct} indica una mayor difusión iónica [108]. Los valores de CPE_{eq} indican que el dispositivo puede almacenar y liberar carga.

La Figura 7.0.8 muestra la curva de carga y descarga del supercapacitor. El dispositivo alcanzó la tensión de fuente en un tiempo determinado por 5τ , donde $\tau = RC$. Del mismo modo, el dispositivo se descargó hasta alcanzar casi 0 V en el mismo tiempo determinado por τ . El dispositivo se saturó a aproximadamente 0.9 V. Este gráfico de carga y descarga muestra que el dispositivo fabricado almacenó energía, y su curva es característica de un supercapacitor [109, 110, 111].

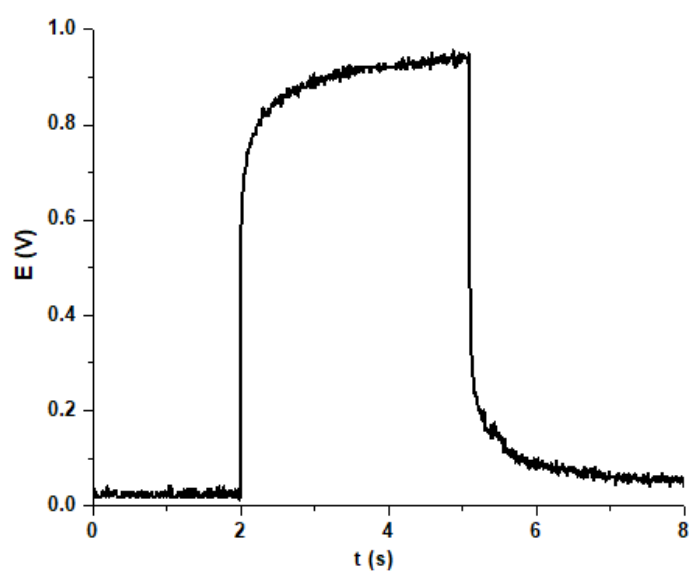


Figura 7.0.8 Curva de carga-descarga del supercapacitor con corriente variable.

Gracias a la caracterización electroquímica se logró evaluar exitosamente a los compuestos de $C-B_4C$ como material activo en supercapacitores, demostrando que el aprovechamiento de residuos industriales es una ruta viable para la fabricación de dispositivos de almacenamiento de energía eficientes y de bajo costo.

Lista de Abreviaturas

Al₂O₃ Óxido de Aluminio. 2, 23, 52–54, 70–72

AS Lodos Activados (por sus siglas en inglés Activated Sludge). 9

B₂O₃ Óxido de Boro. 1–7, 13, 14, 19, 20, 38–40, 42, 43, 46, 66, 67, 71, 72

B₄C Carburo de Boro. 1–7, 15–21, 24, 61–63, 65, 77, 78

CaO Óxido de Calcio. 2

CaSi₂ Siliciuro de Calcio. 2

CO₂ Dióxido de Carbono. 1, 19

DRX Difracción de rayos X. 1, 7, 14

EDS Espectroscopía de Energía dispersiva. 7

EXAFS Estructura Fina de Absorción de Rayos X Extendida. 32

Fe₂O₃ Óxido de Hierro. 2, 27, 70

Fe₄C Carburo de Hierro. 2

FRX Fluorescencia de rayos X. 1, 7

pH Potencial de Hidrógeno. 10

RDF Funciones de Distribución Radial. 32

RLA Lodos Residuales Activados. 1, 2, 4–7, 39, 40, 42, 51–54, 59, 60, 62–65, 68, 70–72

RMN Resonancia Magnética Nuclear. 32

SEM Microscopía Electrónica de Barrido. 1, 2, 7

SiO₂ Óxido de Silicio. 2, 13

WAS Wasted Activated Sludge. 2, 3

XRD X-ray Diffraction. 2

XRF X-ray Fluorescence. 2

Referencias

- [1] Bing Feng, Hans-Peter Martin y Alexander Michaelis. Synthesis of Boron Carbide Powder via Rapid Carbothermal Reduction Using Boric Acid and Carbonizing Binder. En: *Ceramics* 5.4 (octubre de 2022), pp. 837-847. DOI: [10.3390/ceramics5040061](https://doi.org/10.3390/ceramics5040061). URL: <https://doi.org/10.3390/ceramics5040061>.
- [2] Organización Internacional del Trabajo. *Óxido de boro*. Ginebra, abril de 2014. URL: https://chemicalsafety.ilo.org/dyn/icsc/showcard.display?p_version=2&p_card_id=0836&p_lang=es.
- [3] Animal Político. 31.55 % de los residuos generados en México es susceptible de ser aprovechado. En: *Animal Político* (2021). URL: <https://www.animalpolitico.com/hablemos-de/sustentabilidad/residuos-generados-mexico-susceptible-aprovechado>.
- [4] Ana Fernández-Jiménez et al. Valorisation of Inorganic Fractions of Waste Generated by Hydrothermal Treatment of Sewage Sludge in Alkaline Cement. En: *Sustainability* 17.12 (2025), p. 5413. DOI: [10.3390/su17125413](https://doi.org/10.3390/su17125413). URL: <https://www.mdpi.com/2071-1050/17/12/5413>.
- [5] Vladislav Domnich et al. Boron Carbide: Structure, Properties, and Stability under Stress. En: *Journal of the American Ceramic Society* (octubre de 2011). DOI: [10.1111/j.1551-2916.2011.04865.x](https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2011.04865.x). URL: <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2011.04865.x>.
- [6] Poder Ejecutivo del Estado de Morelos. *Programa estatal de la gestión y manejo integral de residuos sólidos urbanos y de manejo especial en Morelos*. Inf. téc. Gobierno del Estado de Morelos, 2022. URL: http://marcojuridico.morelos.gob.mx/archivos/reglamentos_estatales/pdf/PRORESIDUOSMOR.pdf.

- [7] Colegio de Ciencias y Humanidades, UNAM. *Química IV: Unidad 1 y 2*. 2023. URL: https://www.cch.unam.mx/sites/default/files/AZC_QUIMICA_IV_U1yU2.pdf.
- [8] María López-Martínez, Ana Pérez-Piqueres y Rodolfo Canet. *Métodos para la medida de la fermentabilidad de los lodos de las estaciones depuradoras de aguas residuales*. Nota técnica. Institut Valencià d'Investigacions Agràries (IVIA), 2016. URL: <http://hdl.handle.net/20.500.11939/6134>.
- [9] Fondo Nacional de Fomento al Turismo. *Tratamiento de aguas residuales*. 25 de junio de 2018. URL: <https://www.gob.mx/fmt/acciones-y-programas/tratamiento-de-aguas-residuales-162692>.
- [10] Instituto del Agua. *Materia orgánica en aguas residuales: una mirada profunda a su impacto y tratamiento*. URL: <https://institutodelagua.es/aguas-residuales/materia-organica-en-aguas-residualesaguas-residuales/>.
- [11] Silvana Irene Torri et al. Efecto de las zeolitas sobre ciertas propiedades de un suelo enmendado con biosólidos. En: *Revista Internacional de Contaminación Ambiental* 37.53796 (2021). DOI: [10.20937/RICA.53796](https://doi.org/10.20937/RICA.53796). URL: <https://doi.org/10.20937/RICA.53796>.
- [12] Ahmed M. Elgarahy et al. Biosolids management and utilizations: a review. En: *Journal of Cleaner Production* (2024). DOI: [10.1016/j.jclepro.2024.141974](https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2024.141974). URL: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2024.141974>.
- [13] Adrián Pedrozo Acuña y Norma Ramírez Salinas. La eutrofización de cuerpos de agua: un síntoma antropogénico que requiere atención. En: *Perspectivas IMTA* 8 (2020). DOI: [10.24850/b-imta-perspectivas-2020-08](https://doi.org/10.24850/b-imta-perspectivas-2020-08). URL: <https://www.gob.mx/imta/articulos/la-eutrofizacion-de-cuerpos-de-agua-un-sintoma-antropogenico-que-requiere-atencion>.
- [14] Team B. *Sistemas aerobios y anaerobios en el tratamiento de aguas residuales*. 13 de septiembre de 2024. URL: <https://teamb.com.mx/2024/09/13/sistemas-aerobios-y-anaerobios-en-el-tratamiento-de-aguas-residuales/>.

- [15] Martina Vráblová et al. Co-composting of sewage sludge as an effective technology for the production of substrates with reduced content of pharmaceutical residues. En: *Science of the Total Environment* (2024). DOI: [10.1016/j.scitotenv.2023.169818](https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.169818). URL: <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.169818>.
- [16] Fikisiwe Gebashe, Shubhpriya Gupta y Johannes Van Staden. Disease management using biostimulants. En: Elsevier, 2023. ISBN: 978-0-12-823048-0. DOI: [10.1016/B978-0-12-823048-0.00005-8](https://doi.org/10.1016/B978-0-12-823048-0.00005-8).
- [17] Reham M. Abu Shmeis. Water chemistry and microbiology. En: *Comprehensive Analytical Chemistry*. Comprehensive Analytical Chemistry. Elsevier, 2018. DOI: [10.1016/bs.coac.2018.02.001](https://doi.org/10.1016/bs.coac.2018.02.001). URL: <https://doi.org/10.1016/bs.coac.2018.02.001>.
- [18] Yuri Abner Rocha Lebron et al. A survey on experiences in leachate treatment: common practices, differences worldwide and future perspectives. En: *Journal of Environmental Management* (2021). DOI: [10.1016/j.jenvman.2021.112475](https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2021.112475). URL: <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2021.112475>.
- [19] Ihana Aguiar Severo et al. Biodiesel facilities: what can we address to make biorefineries commercially competitive? En: *Renewable and Sustainable Energy Reviews* (2019). DOI: [10.1016/j.rser.2019.06.020](https://doi.org/10.1016/j.rser.2019.06.020). URL: <https://doi.org/10.1016/j.rser.2019.06.020>.
- [20] Laura Quintero-Yepes y Nelson Rodríguez-Valencia. Uso de cales para el tratamiento primario de las aguas residuales del café. En: *Avances Técnicos Cenicafé* 537 (marzo de 2022), pp. 1-8. DOI: [10.38141/10779/0537](https://doi.org/10.38141/10779/0537). URL: https://www.researchgate.net/publication/359573036_Uso_de_cales_para_el_tratamiento_primario_de_las_aguas_residuales_del_cafe.
- [21] American Water Chemicals, Inc. *Hidrólisis térmica*. 2024. URL: <https://www.membranechemicals.com/es/water-treatment/hidrolisis-termica/>.
- [22] HRS Heat Exchangers. *Pasteurización y tratamiento lodos*. 2020. URL: <https://www.hrs-heatexchangers.com/es/medioambiental/pasteurizacion-de-lodos/>.

- [23] American Water Chemicals, Inc. *Secado térmico de sólidos*. 2024. URL: <https://www.membranechemicals.com/es/water-treatment/secado-termico-de-solidos/>.
- [24] M. López Tolentino. El carbono y representación de sus compuestos. En: *Vida Científica Boletín Científico de la Escuela Preparatoria No. 4* 10.19 (2022), pp. 33-35. URL: <https://repository.uaeh.edu.mx/revistas/index.php/prepa4/article/view/8400>.
- [25] André Terra y Alexandre Magalhães. Alótropos do carbono. En: *Revista Ciência Elementar* 11.3 (2023), p. 033. DOI: 10.24927/rce2023.033. URL: <http://doi.org/10.24927/rce2023.033>.
- [26] Surajudeen Sikiru et al. Graphene: outlook in the enhance oil recovery (EOR). En: *Journal of Molecular Liquids* (2020). DOI: 10.1016/j.molliq.2020.114519. URL: <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2020.114519>.
- [27] Daniel Pellicer Roig. *Propiedades del carbono (C)*. National Geographic España. Julio de 2024. URL: https://www.nationalgeographic.com.es/ciencia/propiedades-carbono-c_22621.
- [28] East Carbon. *Propiedades físicas del carbono*. Octubre de 2024. URL: <https://www.eastcarb.com/es/propiedades-fisicas-del-carbono/>.
- [29] Yinghuai Zhu et al. Introduction: basic concept of boron and its physical and chemical properties. En: Elsevier, 2021. ISBN: 978-0-12-822127-3. DOI: 10.1016/B978-0-12-822127-3.00003-X. URL: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-822127-3.00003-X>.
- [30] Luz Adriana Valtierra Nieto. *Nanoestructuras de carbono crecidas en sustrato de carburo de boro*. Tesis de maestría. San Luis Potosí, México: Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, noviembre de 2020. URL: <http://hdl.handle.net/11627/5475>.
- [31] Vladimir L. Solozhenko et al. Thermodynamically Consistent p - T Phase Diagram of Boron Oxide B_2O_3 by in Situ Probing and Thermodynamic Analysis. En: *The Journal of Physical Chemistry C* 119.33 (agosto de 2015), pp. 19221-19227. DOI: 10.1021/acs.jpcc.5b07088. URL: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acs.jpcc.5b07088>.

- [32] B. H. Tran et al. Understanding the tribological impacts of alkali element on lubrication of binary borate melt. En: *RSC Advances* 8 (2018), pp. 28847-28860. DOI: [10.1039/C8RA04658A](https://doi.org/10.1039/C8RA04658A). URL: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2018/ra/c8ra04658a>.
- [33] Ramanathan Arunachalam, Pradeep Kumar Krishnan y Rajaraman Muraliraja. A review on the production of metal matrix composites through stir casting – furnace design, properties, challenges, and research opportunities. En: *Journal of Manufacturing Processes* (2019). DOI: [10.1016/j.jmapro.2019.04.017](https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.04.017). URL: <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.04.017>.
- [34] Dipen Kumar Rajak et al. Recent progress of reinforcement materials: a comprehensive overview of composite materials. En: *Journal of Materials Research and Technology* (2019). DOI: [10.1016/j.jmrt.2019.09.068](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.09.068). URL: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.09.068>.
- [35] Rafael Antonio Balart Gimeno et al. *Análisis de diagrama de tracción en materiales compuestos de matriz polimérica. Interacción fibra matriz y condiciones de isodeformación*. 2023. URL: <https://riunet.upv.es/handle/10251/193106>.
- [36] I. Dulce et al. *Centro de Investigación en Materiales Avanzados. Maestría en Ciencia de Materiales*. Centro de Investigación en Materiales Avanzados, agosto de 2021. URL: <https://cimav.repositorioinstitucional.mx/jspui/bitstream/1004/2618/1/Dulce%20Lizeth%20De%20Diego%20Ayala%20-%20Maestr%3%ada%20en%20Ciencia%20de%20Materiales%20-%202021.pdf>.
- [37] W. Mingchao et al. Effect of fiber type on mechanical properties of short carbon fiber reinforced B4C composites. En: *Ceramics International* 35.4 (2009), pp. 1461-1466. DOI: [10.1016/j.ceramint.2008.07.023](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2008.07.023). URL: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2008.07.023>.
- [38] Sheng-Fong Wang et al. Microstructure and mechanical properties of carbon-precursor-added B4C and B4C-SiC ceramics subjected to pressureless sintering. En: *Journal of the European Ceramic Society* 43.10 (2023), pp. 4244-4254. DOI: [10.1016/j.jeurceramsoc.2023.03.058](https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2023.03.058). URL: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2023.03.058>.

- [39] Wei Zhang. A review of tribological properties for boron carbide ceramics. En: *Progress in Materials Science* (2020). DOI: [10.1016/j.pmatsci.2020.100718](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2020.100718). URL: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2020.100718>.
- [40] Carmen Ojalvo Guiberteau. *Procesado de nuevos materiales ultraduros basados en B₄C*. Tesis doctoral. Universidad de Extremadura, 2020.
- [41] C. M. H. Ramírez. *Modificación superficial de las nanopartículas de carburo de boro mediante polimerización por plasma y su influencia como agente de refuerzo en el desarrollo de compuestos laminados de FC/Epoxi-CB*. Tesis de maestría. Centro de Investigación en Química Aplicada, 2022. URL: <https://ciqa.repositorioinstitucional.mx/jspui/handle/1025/716>.
- [42] Z. Deng et al. Oxidation resistance, ablation resistance and in situ ceramization mechanism of Al-coated carbon fiber/boron phenolic resin ceramizable composites modified with Ti₃SiC₂. En: *Ceramics International* (2023). DOI: [10.1016/j.ceramint.2023.07.211](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.07.211). URL: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.07.211>.
- [43] L. Farbaniec et al. Anisotropy of mechanical properties in a hot-pressed boron carbide. En: *International Journal of Applied Ceramic Technology* 13.6 (2016), pp. 1008-1016. DOI: [10.1111/ijac.12585](https://doi.org/10.1111/ijac.12585). URL: <https://doi.org/10.1111/ijac.12585>.
- [44] S. Volodko et al. Synthesis of nano- and ultra-fine refractory carbide powders by low-temperature calcium-carbothermic process and their grain growth during sintering. En: *Ceramics International* 50.12 (2024), pp. 22141-22148. DOI: [10.1016/j.ceramint.2024.03.327](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.03.327). URL: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.03.327>.
- [45] X. Peng et al. Electric-field-assisted rapid synthesis of boron carbide nanopowders. En: *Ceramics International* 50.8 (2024), pp. 13250-13257. DOI: [10.1016/j.ceramint.2024.01.237](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.01.237). URL: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.01.237>.
- [46] R. Morrell. Ceramic Matrix Materials. En: *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*. Elsevier, 2016. DOI: [10.1016/B978-0-12-803581-8.03893-5](https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803581-8.03893-5). URL: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803581-8.03893-5>.

- [47] Silicon-Carbides.com. *Boron Carbide: A Comprehensive Study of Its Characteristics, Utilization, and Prospects*. 2024. URL: <https://www.silicon-carbides.com/es/blog/boron-carbide-a-comprehensive-study-of-its-characteristics-utilization-and-prospects.html>.
- [48] Christos Agrafiotis, Martin Roeb y Christian Sattler. A review on solar thermal syngas production via redox pair-based water/carbon dioxide splitting thermochemical cycles. En: *Renewable and Sustainable Energy Reviews* (2015). DOI: [10.1016/j.rser.2014.09.039](https://doi.org/10.1016/j.rser.2014.09.039). URL: <https://doi.org/10.1016/j.rser.2014.09.039>.
- [49] Alan Weimer et al. Kinetics of Carbothermal Reduction Synthesis of Boron Carbide. En: *Journal of the American Ceramic Society* 75.9 (1992), pp. 2509-2514. DOI: [10.1111/j.1151-2916.1992.tb05604.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1992.tb05604.x). URL: <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1992.tb05604.x>.
- [50] Muhammet Fatih Toksoy y Richard A. Haber. Modification of commercial boron carbide powder using Rapid Carbothermal Reduction. En: *International Journal of Applied Ceramic Technology* (octubre de 2018). DOI: [10.1111/ijac.13130](https://doi.org/10.1111/ijac.13130). URL: <https://doi.org/10.1111/ijac.13130>.
- [51] Falko Jahn y Steffen Weißmantel. Properties of boron carbide thin films deposited by pulsed laser deposition. En: *Surface and Coatings Technology* 421 (2021), p. 127480. DOI: [10.1016/j.surfcoat.2021.127480](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.127480). URL: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.127480>.
- [52] Q. Fu et al. Micro/nano multiscale reinforcing strategies toward extreme high-temperature applications: Take carbon/carbon composites and their coatings as the examples. En: *Journal of Materials Science & Technology* 96 (2022), pp. 31-68. DOI: [10.1016/j.jmst.2021.03.076](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.03.076). URL: <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.03.076>.
- [53] ALPA Powder Technology. *Aplicación de la ganga de carbón en el campo de los materiales cerámicos densos*. Enero de 2023. URL: <https://www.alpapowder.com/es/125474/>.
- [54] Antonio Fabozzi, Francesca Cerciello y Osvalda Séneca. Nanomateriales carbonosos y óxido de silicio para la remoción de toxinas urémicas: una revisión. En: *Mundo Nano. Revista Interdisciplinaria en Nanociencias y Nanotecnología* 18.34 (2025), e69837. DOI: [10.22201/ceiich.24485691e.2025.34.69837](https://doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2025.34.69837). URL: <https://www.scielo.org.mx/scielo.php?>

script=sci_arttext&pid=S2448-56912025000100006&lng=es&nrm=iso&tlng=es.

- [55] C. B. Bahena. *El uso de cerámicos carbonizados porosos y arcilla activada para la adsorción de colorantes*. El autor, 2019.
- [56] Ángel Esparza Cauto. *Obtención y caracterización de composites ultraduros para herramientas de corte*. Tesis doctoral. Valencia, España: Universitat Politècnica de València, 2022.
- [57] Manuela Alejandra Zalapa Garibay, Christian Marisol Clemente Mirafuentes y Simón Yobanny Reyes López. Obtención de cordierita hexagonal mediante el método de sinterización, partiendo de polvo de vidrio cristalizante y de óxidos comerciales. En: *Memorias del Congreso Internacional de Investigación Academia Journals Celaya 2020*. Vol. 12. 8. Celaya, Guanajuato, México: Academia Journals, noviembre de 2020, pp. 2794-2798. URL: <https://cathi.uacj.mx/bitstream/handle/20.500.11961/16113/Obtenci%C3%B3n%20de%20cordierita%20hexagonal%20mediante%20el%20m%C3%A9todo%20de%20sinterizaci%C3%B3n%20.pdf?sequence=1&isAllowed=y>.
- [58] M. Campos. *Colegio de Ingeniería y Tecnología Facultad de Ingeniería Mochis Posgrado en Ciencias de Ingeniería*. Tesis doctoral. Los Mochis, Sinaloa, México: Universidad Autónoma de Sinaloa, 2020.
- [59] J. Y. C. Alfaro. *Reducción carbotérmica de marmatita (Zn, Fe)S en presencia de CaO*. Tesis de grado. Universidad de Concepción, 2020. URL: <http://repositorio.udec.cl/jspui/bitstream/11594/1130/1/Tesis%20Reduccion%20Carbotermica.pdf>.
- [60] Y. M. Z. Ahmed et al. Thermal properties and formation mechanism of h-BN nanoneedles synthesized via carbothermic reduction reaction. En: *International Journal of Applied Ceramic Technology* 15.1 (2018), pp. 42-52. DOI: 10.1111/ijac.12752. URL: <https://doi.org/10.1111/ijac.12752>.
- [61] Real Academia Española. *polvo*. 2023. URL: <https://dle.rae.es/polvo>.
- [62] Jiyong Wang et al. The Processes for Fabricating Nanopowders. En: *Nanomateriales y recubrimientos avanzados por pulverización térmica*. Elsevier, 2019.

- [63] Guan-Jun Yang, ed. *Advanced Nanomaterials and Coatings by Thermal Spray*. Elsevier, 2019. ISBN: 978-0-12-813870-0. URL: <https://shop.elsevier.com/books/advanced-nanomaterials-and-coatings-by-thermal-spray/yang/978-0-12-813870-0>.
- [64] Carlos Briones Llorente et al. *Nanociencia y nanotecnología: Entre la ciencia ficción del presente y la tecnología del futuro*. Documento en línea. Nanogune, 2017. URL: <https://www.nanogune.eu/sites/default/files/2020-12/1797493800.pdf>.
- [65] M. N. M. S. Issaabadi. Introducción a la nanotecnología. En: *Interface Science and Technology*. Elsevier, 2019, pp. 1-27.
- [66] M. Gómez-Garzón. Nanomateriales, nanopartículas y síntesis verde. En: *Revista Repertorio de Medicina y Cirugía* 27.2 (2018). DOI: [10.31260/repertmedcir.v27.n2.2018.191](https://doi.org/10.31260/repertmedcir.v27.n2.2018.191).
- [67] María Angeles Bonet Aracil. *Nanomateriales: clasificación*. RiuNet. 2019. URL: <https://riunet.upv.es/handle/10251/122108>.
- [68] V. V. Pokropivny y V. V. Skorokhod. Classification of nanostructures by dimensionality and concept of surface forms engineering in nanomaterial science. Inglés. En: *Materials Science and Engineering: C* 27.5-8 (2007), pp. 990-993.
- [69] Navarro Sánchez Felipe Neri, Hernández-Pozos José Luis y Guarín Durán Cesar Augusto. El futuro está en los nanomateriales: conceptos, diseño y fabricación para nuevas tecnologías. En: (2025).
- [70] F. Lemoisson y L. Froyen. Understanding and improving powder metallurgical processes. En: *Powder Metallurgy*. Woodhead Publishing, 2009. Cap. 2, pp. 471-. DOI: [10.1533/9781845690946.2.471](https://doi.org/10.1533/9781845690946.2.471). URL: <https://doi.org/10.1533/9781845690946.2.471>.
- [71] S. V. Kumar y Manu Santhanam. Particle packing theories and their application in concrete mixture proportioning: a review. En: *Indian Concrete Journal* 77 (2003), pp. 1324-1331.
- [72] Aminpro. *Ensayo de compresión uniaxial (UCS)*. 2023. URL: <https://aminpro.com/laboratorio/ensayo-de-compresion-uniaxial-ucs/>.

- [73] Maribel Beltrán Rico y Antonio Marcilla Gomis. *Tecnología de polímeros: procesamiento y propiedades*. Alicante: Publicaciones de la Universidad de Alicante, 2012, p. 276. ISBN: 9788497172325.
- [74] Oleg D. Neikov et al. Production of Refractory Metal Powders. En: *Handbook of Non-Ferrous Metal Powders*. Elsevier, 2019. Cap. 23, pp. 621-678. ISBN: 978-0-08-100543-9. DOI: [10.1016/B978-0-08-100543-9.00023-3](https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100543-9.00023-3).
- [75] Lorraine F. Francis. Powder Processes. En: *Materials Processing: A Unified Approach to Processing of Metals, Ceramics and Polymers*. Academic Press, 2016. Cap. 5, pp. 169-216. ISBN: 978-0-12-385132-1. DOI: [10.1016/B978-0-12-385132-1.00005-7](https://doi.org/10.1016/B978-0-12-385132-1.00005-7).
- [76] William D. Callister. *Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales. Volumen I*. Barcelona: Reverté, 2020.
- [77] U. Buchenau. Amorphous Materials: Low-frequency Vibrations. En: *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*. Elsevier, 2001, pp. 194-196. ISBN: 978-0-08-043152-9. DOI: [10.1016/B0-08-043152-6/00045-0](https://doi.org/10.1016/B0-08-043152-6/00045-0).
- [78] Z.-Q. Hu, A.-M. Wang y H.-F. Zhang. Amorphous Materials. En: *Physical Metallurgy*. 5th. Elsevier, 2014. Cap. 22, pp. 2145-2208. ISBN: 978-0-444-63591-4. DOI: [10.1016/B978-0-444-63591-4.00022-7](https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63591-4.00022-7).
- [79] K.E. Sickafus. Radiation-Induced Effects on Material Properties of Ceramics (Mechanical and Dimensional). En: *Comprehensive Nuclear Materials*. Elsevier, 2012. Cap. 1.05, pp. 123-139. ISBN: 978-0-08-056033-5. DOI: [10.1016/B978-0-08-056033-5.00005-7](https://doi.org/10.1016/B978-0-08-056033-5.00005-7).
- [80] B. Vessal. Amorphous Solids. En: *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*. Elsevier, 2001, pp. 196-204. ISBN: 978-0-12-164135-1. DOI: [10.1016/B978-012164135-1/50013-7](https://doi.org/10.1016/B978-012164135-1/50013-7).
- [81] M. N. Mirzayev et al. Modeling and X-ray Analysis of Defect Nanoclusters Formation in B4C under Ion Irradiation. En: *Nanomaterials* 12.15 (2022), p. 2644. DOI: [10.3390/nano12152644](https://doi.org/10.3390/nano12152644).
- [82] Malvern Panalytical. *Difracción de rayos X (XRD): descripción general*. 2026. URL: <https://www.malvernpanalytical.com/es/products/technology/xray-analysis/x-ray-diffraction>.

- [83] Universidad de Burgos – Parque Científico Tecnológico. *Fluorescencia de Rayos X (FRX)*. 2026. URL: <https://www.ubu.es/parque-cientifico-tecnologico/servicios-cientifico-tecnicos/rayos-x/fluorescencia-de-rayos-x-frx>.
- [84] D. Martínez B., O. D. Gil Novoa y A. J. Barón González. Espectrometría de fluorescencia de rayos X. En: *Revista Colombiana de Física* 38.2 (2006), pp. 790-793.
- [85] Thermo Fisher Scientific. *¿Qué es la microscopía electrónica de barrido?* 2026. URL: <https://www.thermofisher.com/blog/cienciaacelerada/materiales/que-es-la-microscopia-electronica-de-barrido/>.
- [86] ATRIA Innovation. *Microscopía electrónica de barrido (SEM), ¿para qué me sirve?* 2026. URL: <https://atriainnovation.com/blog/microscopia-electronica-de-barrido-sem-utilidades/>.
- [87] Bruker. *What is EDS? – Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*. 2026. URL: <https://www.bruker.com/es/landingpages/bna/technology/what-is-eds.html>.
- [88] Simon Bates et al. Analysis of Amorphous and Nanocrystalline Solids from Their X-Ray Diffraction Patterns. En: *Pharmaceutical Research* 23.10 (2006), pp. 2333-2349. DOI: [10.1007/s11095-006-9086-2](https://doi.org/10.1007/s11095-006-9086-2). URL: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/17021963/>.
- [89] Esko Oksanen y Adrian Goldman. X-ray Crystallography and Phase Determination Methods. En: *Comprehensive Natural Products II*. Ed. por Hung-Wen Liu y Lewis Mander. Elsevier, 2010, pp. 198-232. DOI: [10.1016/B978-0-08-045382-8.00201-9](https://doi.org/10.1016/B978-0-08-045382-8.00201-9). URL: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-045382-8.00201-9>.
- [90] E. H. Kisi. Análisis de Rietveld de patrones de difracción de polvos. En: *Materials Forum* 18 (1994), pp. 135-155.
- [91] Simon Bates et al. Analysis of amorphous and nanocrystalline solids from their X-ray diffraction patterns. En: *Pharmaceutical Research* 23.10 (octubre de 2006), pp. 2333-2349. DOI: [10.1007/s11095-006-9086-2](https://doi.org/10.1007/s11095-006-9086-2). URL: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/17021963/>.

- [92] Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales. *Norma Oficial Mexicana NOM-004-SEMARNAT-2002, Protección ambiental.- Lodos y biosólidos.- Especificaciones y límites máximos permisibles de contaminantes para su aprovechamiento y disposición final*. Publicada en el Diario Oficial de la Federación el 15 de agosto de 2003. 2003. URL: <https://siga.jalisco.gob.mx/assets/documentos/normatividad/nom004semarnat2002.htm>.
- [93] F. Nair y M Hamamci. Effect of In-Situ Synthesized Boride Phases on the Impact Behavior of Iron-Based Composites Reinforced by B₄C Particles. En: *Metals* 10.5 (2020), p. 554. DOI: [10.3390/met10050554](https://doi.org/10.3390/met10050554).
- [94] S Avcioglu. Fabrication of a Novel FeB–B₄C Composite Powder and Evaluating Its Potential for Energy Storage Applications. En: *Eskişehir Technical University Journal of Science and Technology A – Applied Sciences and Engineering* 24.3 (2023), pp. 207-215.
- [95] Y. Chang et al. Application of Hard Ceramic Materials B₄C in Energy Storage: Design of B₄C@C Core–Shell Nanoparticles as Electrodes for Flexible All-Solid-State Micro-Supercapacitors with Ultrahigh Cyclability. En: *Nano Energy* 75 (2020), p. 104947. DOI: [10.1016/j.nanoen.2020.104947](https://doi.org/10.1016/j.nanoen.2020.104947).
- [96] Subramanya Badravyana y Denthaje Krishna Bhat. Novel one-pot green synthesis of graphene in aqueous medium under microwave irradiation using a regenerative catalyst and the study of its electrochemical properties. En: *New Journal of Chemistry* 39 (2014). DOI: [10.1039/C4NJ01359J](https://doi.org/10.1039/C4NJ01359J).
- [97] B.-J. Yoon et al. En: *Chemical Physics Letters* 388 (2004), pp. 170-174.
- [98] M. Mirzaee y G. B. Pour. Design and fabrication of ultracapacitor based on paper substrate and BaTiO₃/PEDOT:PSS separator film. En: *Recent Patents on Nanotechnology* 12 (2018).
- [99] Carlos Fernando Castro-Guerrero et al. Optimization of the Synthesis Parameters and Application of Cellulose Nanocrystals as Binders in Capacitors. En: *International Journal of Polymer Science* 2023 (2023). DOI: [10.1155/2023/2842385](https://doi.org/10.1155/2023/2842385).
- [100] N. O. Laschuk, E. B. Easton y O. V. Zenkina. Reducing the resistance for the use of electrochemical impedance spectroscopy analysis in materials chemistry. En: *RSC Advances* 11 (2021), pp. 27925-27936.

- [101] Jun Huang. Diffusion impedance of electroactive materials, electrolytic solutions and porous electrodes: Warburg impedance and beyond. En: *Electrochimica Acta* 281 (2018), pp. 170-188. DOI: [10.1016/j.electacta.2018.05.136](https://doi.org/10.1016/j.electacta.2018.05.136).
- [102] Bing-Ang Mei et al. Physical Interpretations of Nyquist Plots for EDLC Electrodes and Devices. En: *The Journal of Physical Chemistry C* 122 (2017). DOI: [10.1021/acs.jpcc.7b10582](https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.7b10582).
- [103] A. Ray, J. Roth y B. Saruhan. Laser-Induced Interdigital Structured Graphene Electrodes Based Flexible Micro-Supercapacitor for Efficient Peak Energy Storage. En: *Molecules* 27.1 (2022), p. 329. DOI: [10.3390/molecules27010329](https://doi.org/10.3390/molecules27010329).
- [104] Sumaiyah Najib et al. Tailoring morphology to control defect structures in ZnO electrodes for high-performance super capacitor devices. En: *Nanoscale* (2020). DOI: [10.1039/D0NR03921G](https://doi.org/10.1039/D0NR03921G).
- [105] S. Breitenbach et al. Supercapacitor Electrodes from Viscose-Based Activated Carbon Fibers: Significant Yield and Performance Improvement Using Diammonium Hydrogen Phosphate as Impregnating Agent. En: *C* 6.2 (2020), p. 17. DOI: [10.3390/c6020017](https://doi.org/10.3390/c6020017).
- [106] Shabeeba Pilathottathil et al. Role of a Printed Circuit Board Copper Clad Current Collector in Supercapacitor Application. En: *Journal of Electronic Materials* 48 (2019). DOI: [10.1007/s11664-019-07365-6](https://doi.org/10.1007/s11664-019-07365-6).
- [107] L. Fekri Aval, M. Ghoranneviss y G. Behzadi Pour. High-performance supercapacitors based on the carbon nanotubes, graphene and graphite nanoparticles electrodes. En: *Heliyon* 4.11 (2018), e00862. DOI: [10.1016/j.heliyon.2018.e00862](https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2018.e00862).
- [108] Hengyu Zheng et al. A flexible supercapacitor with high capacitance retention at an ultra-low temperature of -65.0°C. En: *Electrochimica Acta* 424 (2022), p. 140644. DOI: [10.1016/j.electacta.2022.140644](https://doi.org/10.1016/j.electacta.2022.140644).
- [109] Muhammad Rehman et al. A Design of Adaptive Control and Communication Protocol for SWIPT System in 180 nm CMOS Process for Sensor Applications. En: *Sensors* 21 (2021), p. 848. DOI: [10.3390/s21030848](https://doi.org/10.3390/s21030848).
- [110] Murat Akdemir et al. Ruthenium modified defatted spent coffee catalysts for supercapacitor and methanolysis application. En: *Energy Storage* 3 (2021). DOI: [10.1002/est2.243](https://doi.org/10.1002/est2.243).

- [111] Yuedan Wang et al. Flexible supercapacitor with high energy density prepared by GO-induced porous coral-like polypyrrole (PPy)/PET non-woven fabrics. En: *Journal of Materials Science* 53 (2018). DOI: [10.1007/s10853-018-2131-9](https://doi.org/10.1007/s10853-018-2131-9).

Anexo A: Rampas de calentamiento

Rampas de calentamiento para polvos

Tabla 7.0.2 Ejemplo de rampa de calentamiento

Tiempo (min)	Temperatura °C	Objetivo
0	25 (ambiente)	Inicio
25	250	Secado / desgasificación
25	500	Pirólisis de materia orgánica
50	1000	Sinterización activa
60	1000 (isoterma)	Enfriamiento controlado
35	250	Prevención de grietas
-121	Código de terminación	Final

La rampa de 1000°C/1 h sirvió como protocolo base; otras temperaturas se ajustaron proporcionalmente (Figura 7.0.9).

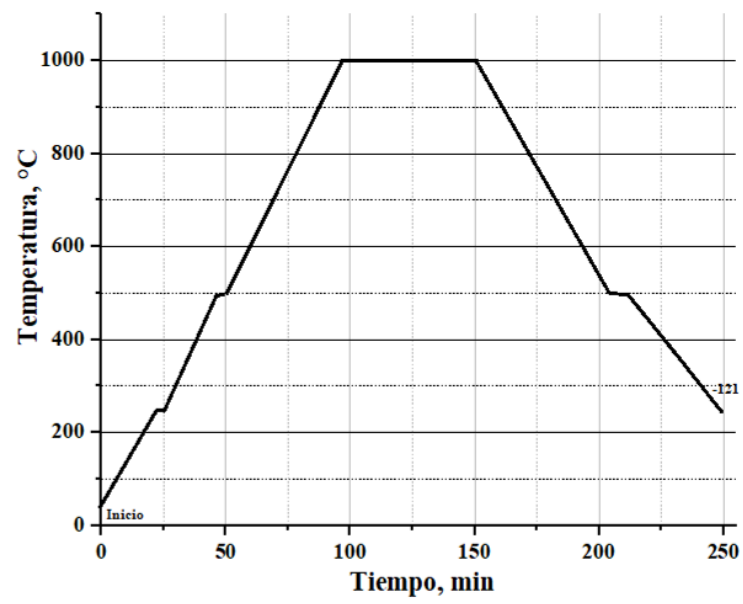


Figura 7.0.9 Rampa de calentamiento a 1000°C durante 1 hora.

Rampa de calentamiento para muestras 3D

Tiempo Inicial (min)	Temperatura °C	Tiempo de estabilización (min)	Objetivo
0	25 (ambiente)	0	Inicio
10	100	30	Eliminación de humedad residual
10	200	30	Descomposición inicial de materia orgánica
10	300	30	Pirólisis de componentes volátiles
10	400	30	Oxidación controlada de residuos carbonosos
10	500	30	Inicio de reacciones sólido-sólido
10	600	30	Activación de difusión atómica
10	700	30	Nucleación de nuevas fases cristalinas
10	800	30	Densificación inicial
10	900	60	Sinterización activa (etapa clave)
55	450	-121 (código de terminación)	Enfriamiento controlado para evitar tensiones térmicas.

Tabla 7.0.3 Ejemplo de rampa de temperatura.

La rampa de 900°C/1 h (Figura 7.0.10) sirvió como protocolo base para las piezas sometidas a 500°C/1 h.

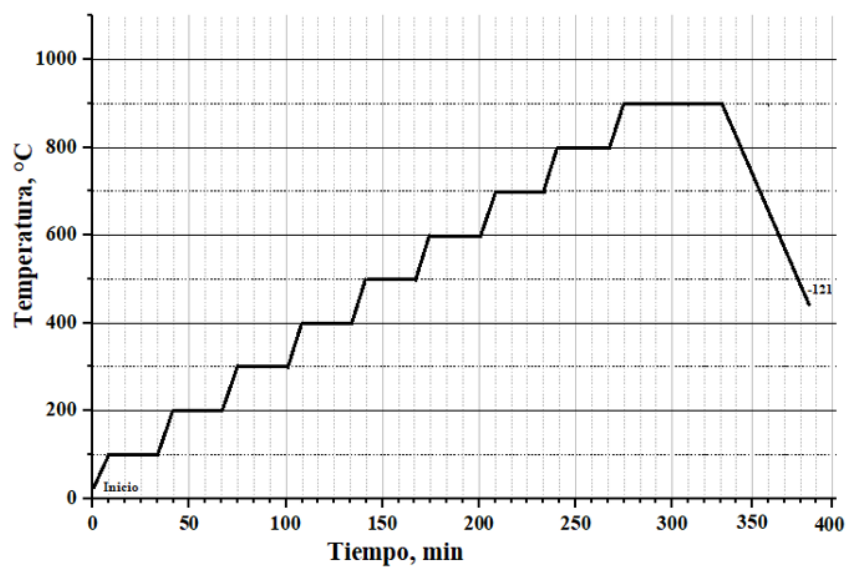


Figura 7.0.10 Rampa de calentamiento a 900°C durante 1 hora.

Anexo B: Productos académicos obtenidos



Formation of an amorphous C-B₄C composites through low temperature processing of WAS-B₂O₃ mixtures

Mónica Torres Álvarez¹ · Abigail Parra Parra¹ · Marina Vlasova¹ · Pedro Antonio Marquez Aguilar¹ · Ulises León Silva¹

Received: 22 September 2025 / Accepted: 19 February 2026
 © The Author(s), under exclusive licence to The Materials Research Society 2026

Abstract

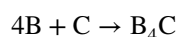
Phase formation during the heat treatment of waste activated sludge (WAS)–B₂O₃ mixtures was studied under oxygen-depleted conditions (0.4 mPa) between 400 and 1100 °C. During heating, WAS was transformed into highly reactive amorphous carbon, which acted as a reducing agent for WAS-derived oxides and B₂O₃, enabling the formation of carbides (B₂₅C, B₄C, CaC, FeC, Fe₄C, Fe₃C), metals (Ca, Fe), alloys (FeAl, CaSi₂), and elemental phases (Si, B, C). The presence of FeAl confirms the reduction of Al₂O₃ from clay decomposition, indicating the contribution of aluminothermic reactions. Increasing the WAS content and processing temperature (T ≥ 800 °C) promoted amorphization, resulting in diffraction patterns characterized by complex halos. The simulation of superimposed amorphous patterns, combined with experimental results, revealed carbon, boron carbide, iron, iron carbides, and CaSi₂ as predominant phases. These results demonstrate the potential of WAS as a carbon source for the synthesis of complex carbide and alloy phases.

Introduction

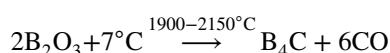
Boron carbide (B₄C) is a refractory, oxygen-free compound with a number of unique chemical, physical, and mechanical properties [1–6]. Its exceptional hardness, low density, chemical stability, and neutron absorption capability have led to applications as abrasives and cutting tools, ballistic armor, nuclear reactor core materials, and aerospace components. B₄C covers a wide range of critical applications. Its ability to withstand extreme conditions while maintaining performance indicates its potential for broader use in

advanced engineering applications. Currently, boron carbide products are produced by hot pressing at temperatures of 2000–2450 °C and pressures of 20–35 MPa. B₄C does not occur naturally; therefore, various methods have been developed for its synthesis [5, 6]. The simplest of these include:

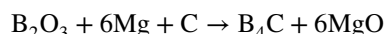
Interaction of elemental boron and carbon via a peritectic reaction:



Reduction of boron oxide with carbon:



Magnesium-thermal reduction of boron oxide in the presence of carbon:



When this method is used, inert diluents (oxides of Mg, Ca, Al, or Si) are introduced into the reaction mixture to prevent explosion, while sodium, calcium, and copper sulfates are employed to reduce the reaction temperature to 650–830 °C. On an industrial scale, boron carbide is commonly produced from boric acid, as the boron source, and petroleum coke as the carbon source. The aim of this work is to demonstrate the possibility of obtaining B₄C using waste activated sludge (WAS), which is generated during

✉ Mónica Torres Álvarez
 monica.torresa@uaem.mx

Abigail Parra Parra
 abigail.parra@uaem.mx

Marina Vlasova
 mvlasova@uaem.mx

Pedro Antonio Marquez Aguilar
 pmarquez@uaem.mx

Ulises León Silva
 ulises.leon@uaem.mx

¹ Centro de Investigaciones en Ingeniería y Ciencias Aplicadas, Universidad Autónoma del Estado de Morelos (CHICAp–UAEM), Av. Universidad No. 1001, Chamilpa, 62210 Cuernavaca, Morelos, Mexico

wastewater treatment processes employing activated sludge. Large-scale WAS waste represents an environmental hazard, and various technologies for its utilization are still under development [7, 8].

Materials and methods

Waste activated sludge (WAS) was obtained from the Jiutepec Water Treatment Plant (ECCACIV S.A. de C.V.), Morelos State, Mexico. The B_2O_3 powder (Sigma-Aldrich, 99% purity) was used as the boron source. In this study, to prepare the WAS- B_2O_3 mixture, B_2O_3 powder was dissolved in boiling water. The resulting solution was added to WAS. The B_2O_3 content varied in the range of 20–70 wt% and WAS content changed in the range of 80–30 wt%. The resulting mixture was dried at room temperature (25 °C). The mixture was fully homogenized by mechanical grinding at 300 rpm for 5 min. The resulting material, in the form of powder or cylindrical briquettes with a diameter of 20 mm, pressed at loads of 49 kN and 141 kN, were placed in steel capsules with covers and subjected to heat treatment in the temperature range of 400–1100 °C for 1 and 5 h in a furnace under vacuum, with a final pressure of 0.4 mPa. The heating rate was set to 10 °C min⁻¹, with a stabilization period of 30 min for every 100 °C increase until the target temperature was reached. Cooling was performed inside the same furnace, with the samples remaining inside until the furnace reached room temperature (approximately 24 h). The synthesized products, including powders and three-dimensional samples, were characterized using X-ray fluorescence spectroscopy (S8 TIGER spectrometer) and X-ray diffraction (Bruker diffractometer, Cu K α radiation). Scanning electron microscopy coupled with energy-dispersive spectroscopy (SEM–EDS) was performed using a JEOL JSM IT-500LV with EDS detector XFlash (6-30 Bruker).

Results and discussion

WAS characterization

Waste activated sludge (WAS) consists primarily of an organic component (sludge) and compounds adsorbed from water, as well as contaminants in the form of clay and sand. According to X-ray fluorescence (XRF) data (Table 1), the waste used in this study contains significant amounts of Si, Fe, Ca, and Al oxides, as well as SO_3 . X-ray phase analysis revealed that WAS contains silica, gypsum, hematite, and feldspar. The intense halo observed corresponds to the organic component (Fig. 1 Ia).

During heat treatment, a significant change in the position and intensity of the halo in the region characteristic of

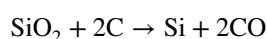
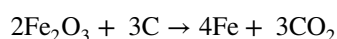
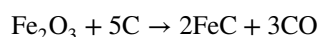
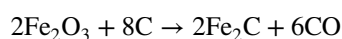
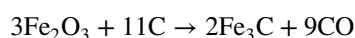
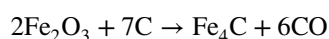
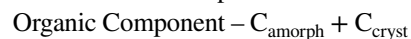
Table 1 X-ray fluorescence of initial WAS

Element	Concentration, %	Formula	Concentration, %
Fe	20.63	SiO ₂	25.47
Si	18.52	SO ₃	17.79
Ca	13.64	Fe ₂ O ₃	13.51
S	12.28	CaO	9.85
Al	7.41	Al ₂ O ₃	8.41
P	5.1	P ₂ O ₅	7.08

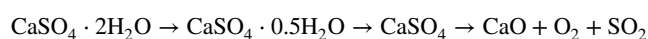
Only the main impurities are listed

amorphous carbon was observed, along with the appearance of a crystalline carbon peak. This indicates that the organic component of WAS is transformed into a carbonaceous phase (Fig. 1 Ib, c). Heat treatment at 1000 °C was accompanied by the formation of Si, Ca, Fe, iron carbides, the FeAl alloy, and several ternary compounds (Fig. 1 Ic).

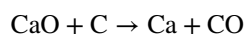
Based on the obtained data, it can be concluded that during heat treatment, WAS is transformed into a composite, carbon-containing inorganic material, with components formed as a result of carbothermic reduction reactions of oxides. Some of the main reactions are presented below.



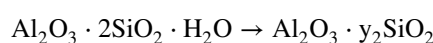
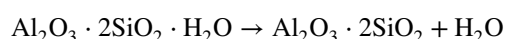
In turn, there is a transformation of gypsum after heat treatment from 100 °C to 1000 °C:

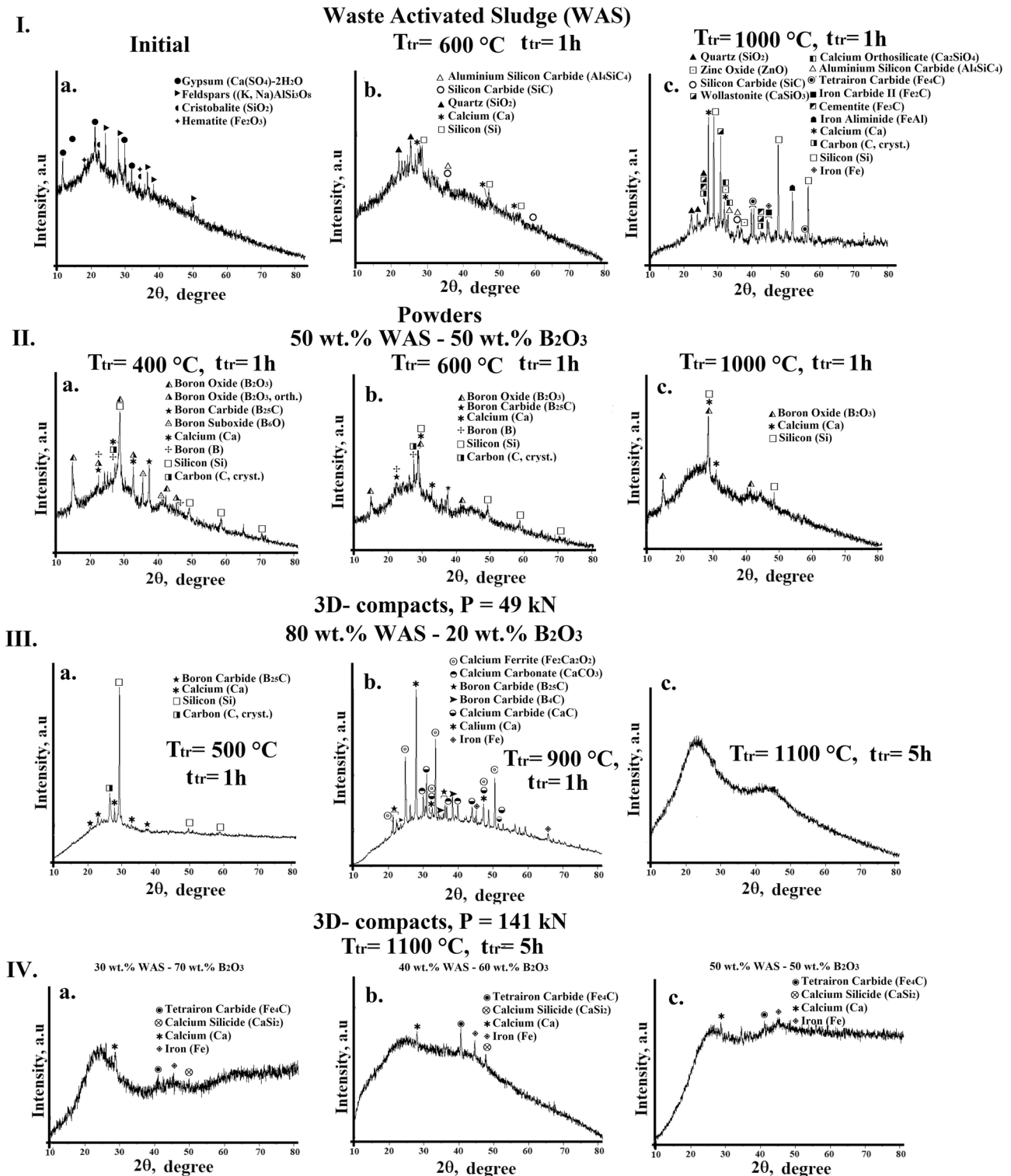


In the presence of carbon, it gives rise to the following reaction:

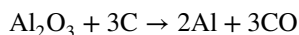


In the presence of clay, the following reactions occur:

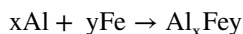



 Fig. 1 X-ray diffraction patterns of WAS (I) and WAS-B₂O₃ mixtures (II-IV) after temperature treatment

When free carbon enters the system, the following reaction occurs.



As a result of the formation of Al, an additional reducing agent for oxide compounds is created. Part of the aluminum forms an alloy with iron.

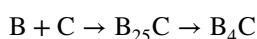
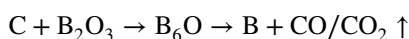


The presence of silicates such as Ca_2SiO_4 and CaSiO_3 indicates that the treatment time was insufficient to achieve complete reduction. Accordingly, during the heat treatment of WAS alone, two reduction processes were identified: carbothermic (primary) and aluminothermic (secondary).

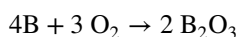
Characterization WAS- B_2O_3 mixtures

The decomposition of boric acid into boron anhydride is known to occur gradually at temperatures above 235 °C [9]. At high synthesis temperatures, boron losses may occur due to evaporation in the form of boric acid, boron oxide, or boron suboxides. According to standard B_4C synthesis technology, significant boron losses are expected in the form of B_2O_3 and B_2O at temperatures above 1127 °C. However, in the present study, the reduction of B_2O_3 and the formation of boron carbide were observed to shift toward lower temperatures, starting at approximately 600 °C (Fig. 1 IIb).

Thus, during the thermal treatment of binary WAS- B_2O_3 mixtures, carbothermic reduction of boron oxide to elemental boron and boron carbides was observed:



The crystalline phase of boron carbide appears in small quantities at treatment temperatures above $T_{tr}=900$ °C. The presence of even small amounts of oxygen in the furnace initiates the following reaction:



A characteristic feature of the synthesis of the binary mixture at $T_{tr}=1000$ °C is the formation of an amorphous phase in the form of a composite halo (Fig. 1 IIc). Since the main components of the initial mixtures were WAS and B_2O_3 , which transform into amorphous carbon and amorphous B_2O_3 during heat treatment, the product of their interaction at low sintering temperatures can form amorphous B_4C . To confirm this assumption, a simulation of superimposed X-ray diffraction patterns consisting of the two amorphous

phases, C and B_4C , was carried out. Among the superpositions with different contributions of individual halos shown in Fig. 2a, halos similar to the experimental ones can be identified. In Fig. 2a, they are shown in red and contain 10 and 20% amorphous B_4C . The conservation of amorphous phases is attributed to the presence of impurity atoms and compounds in WAS, as noted in previous studies [10].

According to the X-ray phase analysis after sintering of 3D blanks prepared at 49 kN, the predominant formation of crystalline phases occurs only at high WAS contents (90–80 wt%) and under low- temperature or short-term heat treatment conditions (Fig. 1 IIIa, b). As the WAS content in the initial mixtures decreases and the sintering temperature and time increase, an X-ray amorphous material is observed (Fig. 1 IIIb, c). The presence of B_2O_3 features within the halo is a consequence of carbothermic reduction of boron oxide introduced into the mixture, the subsequent participation of boron in borothermic reduction of oxides, and the partial oxidation of boron during cooling of the samples in the synthesis furnace. The registration of Fe, Ca, and several weak peaks within the halo indicates the intensive development of reduction processes up to metal formation due to the action of active reducing agents such as carbon and boron. This complex reduction process can be described as a carbon–boro reduction process.

Comparison of the experimental and simulated amorphous composite diffraction patterns reveals that the experimental diffraction pattern in Fig. 1 IIc is close to the simulated pattern in Fig. 2a and contains approximately 20% B_4C and 80% C.

In 3D samples obtained from pressings at 141 kN and $T_{tr}=1100$ °C for $t_{tr}=5$ h, a significant change in the halo shape is observed (Fig. 1 IV). At high B_2O_3 contents in the initial mixtures, the halo shape (Fig. 1 IVa) is similar to that of samples prepared at 49 kN (Fig. 1 IIc). As the B_2O_3 content decreases, the intensity of a secondary halo increases in the 2θ range of 40–50° (Fig. 1 IVb, c), where peaks of iron and calcium are also observed.

The complex halo shape indicates changes in the contribution of amorphous phases associated with amorphous carbon and newly formed amorphous compounds, including metals. Modeling of the superposition halo shows that the formation of amorphous metals (Fe, Ca) makes the main contribution to the observed change in halo shape.

Comparison of the experimental and modeled amorphous composite diffraction patterns shows that the diffraction pattern in Fig. 1.IV a is close to Fig. 2b and consists of 72% C + 18% B_4C + 10% Fe; Fig. 1.IV b is close to Fig. 2 c and consists of 48% C + 32% B_4C + 4% Fe_4C + 16% CaSi_2 ; and Fig. 1.IV c is close to Fig. 2 d and consists of 64% C + 16% B_4C + 20% Fe_3C .

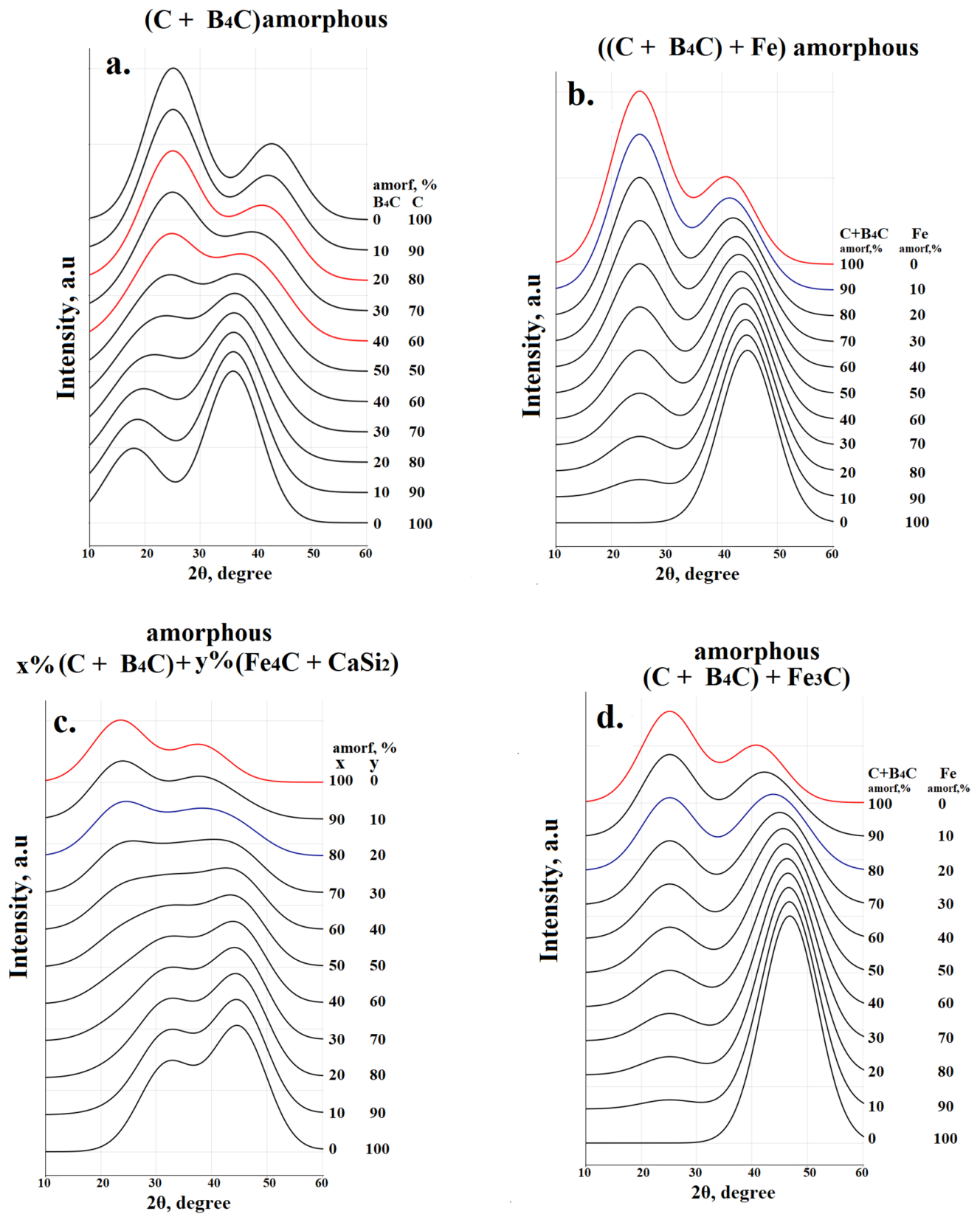


Fig. 2 Modeling of XRD patterns of 3D- compacts from different amorphous phases

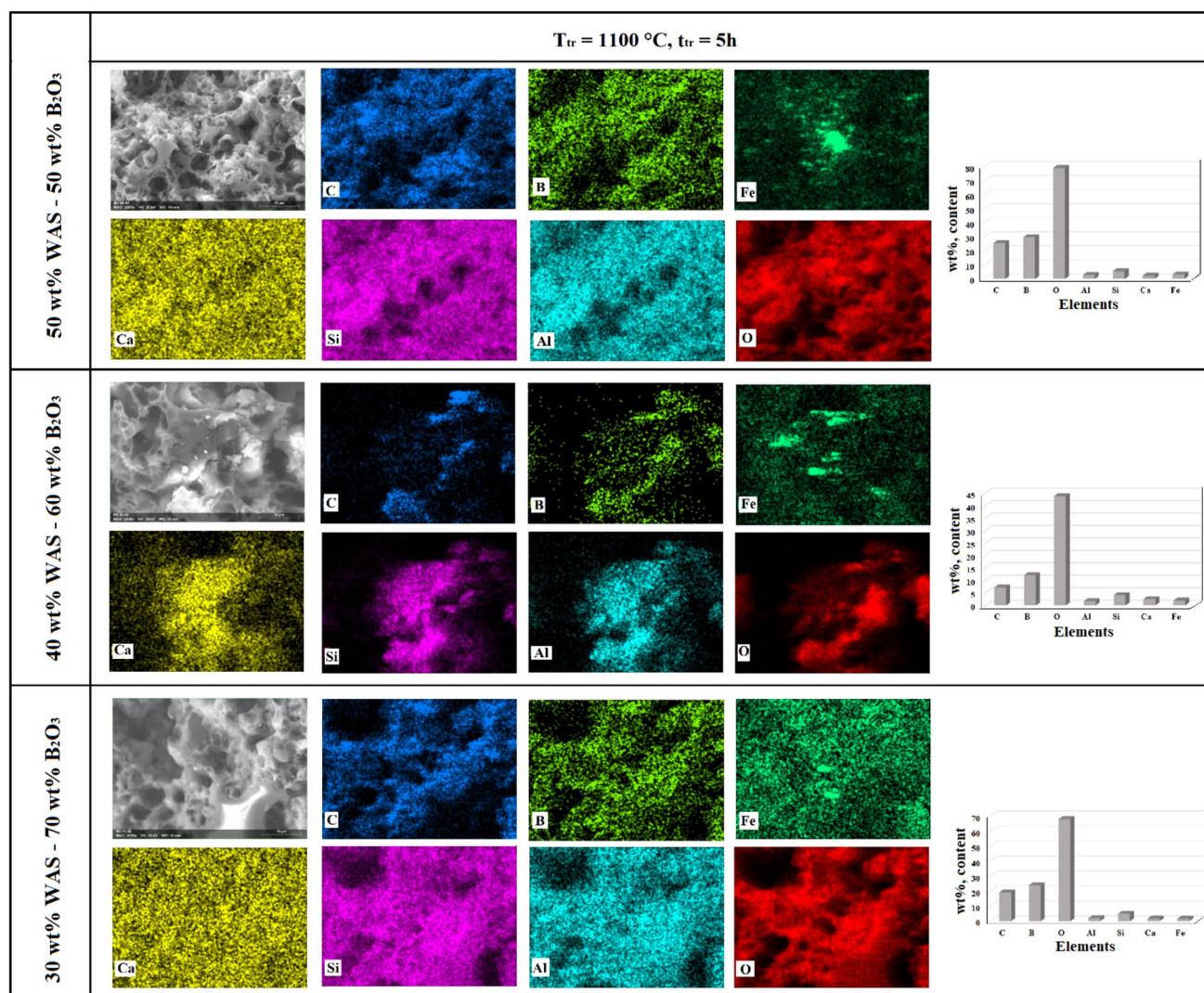


Fig. 3 Map of the distribution of elements on the surface of destroyed 3D samples and the content of elements (right part of Fig. 3)

SEM/EDS analysis showed that the 3D samples are porous (Fig. 3). Elements such as C, B, Ca, Si, and Al are uniformly distributed throughout the sample volume. Only Fe shows localized regions with increased concentration, which is apparently related to the presence of large rust accumulations in the wastewater entering the treatment facilities.

The high oxygen content indicates the incomplete formation of B_4C (only 5 h at $T_{tr} = 1100\text{ }^{\circ}\text{C}$), an excess of free boron, and its oxidation during sample exposure to air. It should be noted that elements such as Al, Si, and Ca present in WAS prevent explosion of the blanks during sintering due to the release of gaseous and volatile products, but they also contribute to the formation of highly porous samples.

Conclusion

The synthesis of boron carbide from the WAS- B_2O_3 mixture differs significantly from conventional synthesis using C- B_2O_3 particle mixtures. In the conventional method, B_4C formation occurs at the contact zones between carbon particles and boron oxide and is accompanied by the formation of crystalline B_4C . In contrast, in the WAS- B_2O_3 system, the resulting boron carbide is stabilized in an amorphous state due to the presence of impurity atoms and newly formed phases between microaggregates of B_4C particles, which inhibit the development of the crystallization process. The use of WAS as a source of highly reactive amorphous carbon enables the low-temperature synthesis of B_4C .

Author contributions Mónica Torres Álvarez— preparation of specimens, XRF, XRD, and SEM/EDS experimental measurements. Marina Vlasova—problem statement, complex analysis of experimental data. Abigail Parra Parra- analysis of XRD, and SEM/EDS results. Pedro Antonio Márquez Aguilar— analysis of experimental data. Ulises León Silva- characterization.

Data availability The datasets generated during and/or analyzed during the current study are available from the corresponding author upon reasonable request.

Declarations

Conflict of interest Conflict of interest On behalf of all authors, the corresponding authors state there is no conflict of interest.

References

1. I.M. Low, Y. Dong, *Composite Materials* (Elsevier, Amsterdam, 2020)
2. S. Mondal, A.K. Banthia, Low-temperature synthetic route for boron carbide. *J. Eur. Ceram. Soc.* **25**, 287–291 (2005). <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2004.08.011>
3. A. Alizadeh et al., Production of boron carbide powder by carbo-thermic reduction from boron oxide and petroleum coke or carbon active. *Adv. Appl. Ceram.* **105**(6), 291–296 (2006). <https://doi.org/10.1179/174367606X146685>
4. T.Y. Kosolapova et al., *Non-metallic Refractory Compounds* (Metallurgy, Moscow, 1985)
5. P.S. Kislyi et al., *Boron Carbide* (Dumka, Kyiv, 1988)
6. T.I. Serebryakova, V.A. Neronov, P.D. Peshev, *High-Temperature Borides* (Metallurgy, Chelyabinsk, 1991)
7. R. Rozada et al., *J. Hazard. Mater.* **124**, 181–191 (2005). <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2005.05.002>
8. N. Ruiz-Gómez et al., Co-pyrolysis of sewage sludge and manure. *Waste Manag.* **59**, 211–221 (2017). <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2016.11.013>
9. M. Kakiage et al., Synthesis of boron carbide powder in relation to composition and structural homogeneity of a precursor using condensed boric acid–polyol product. *Powder Technol.* **221**, 257–263 (2012). <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2012.01.010>
10. P.A. Márquez Aguilar, M. Serrano, M. Vlasova, Formation of composite powders: Amorph carbon with ferromagnetic iron oxides. *MRS Advances.* **9**, 240–246 (2024). <https://doi.org/10.1557/s43580-024-00809-0>

Publisher's Note Springer Nature remains neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.

Springer Nature or its licensor (e.g. a society or other partner) holds exclusive rights to this article under a publishing agreement with the author(s) or other rightsholder(s); author self-archiving of the accepted manuscript version of this article is solely governed by the terms of such publishing agreement and applicable law.

Simulación de patrones de DRX para caracterización de materiales multicompuestos amorfos a base de C-B₄C

Mónica Torres Álvarez^a, Abigail Parra Parra^a, Marina Vlasova^a

^a Centro de Investigación en Ingeniería y Ciencias Aplicadas (CIICAp) de la Universidad Autónoma de Morelos (UAEM). E-mail: monica.mt53@outlook.com

La base para la obtención de compuestos x% C-y% B₄C fue el mecanismo de reducción carbotérmica del óxido de boro (B₂O₃) por el carbono reactivo de bajo orden formado durante la destrucción térmica del WAS, donde el WAS es un producto de desecho del lodo activado y representa un componente orgánico, elementos peligrosos y compuestos adsorbidos de aguas residuales, así como sedimentos de arcilla, arena, yeso y óxido. El tratamiento térmico de las mezclas se realizó en un rango de 500 a 1100 °C en condiciones de deficiencia de oxígeno en el horno de sinterización. Se observó que, con un exceso de WAS, se forma carbono amorfo como fase separada [1, 2]. Paralelamente, parte del carbono amorfo participa en la reducción de compuestos de óxido (arcilla, arena, yeso, óxido de boro) a elementos. En este caso, la reducción aluminotérmica y borotérmica se suma a la reducción carbotérmica de compuestos de óxido. El conjunto de procesos de reducción se acompaña de la formación de fases de carburo (B₂₄C, Fe₄C y B₄C), que inicialmente (900-1100 °C) se forman en forma de compuestos amorfos observando un halo de superposición en difracción de rayos X (DRX). Para evaluar la contribución de cada fase amorfa de rayos X al halo total (superposición), se simuló la transición de fases cristalinas individuales a amorfas, seguida de una suma gradual de las fases binarias, ternarias y cuaternarias. Durante la simulación, solo se consideraron las fases más representativas de estas muestras: C, B₄C, Fe₃C, Fe₄C y CaSi₂. La simulación se desarrolló con una programación en Python usando funciones gaussianas:

$$I(2\theta) = \sum_{fase} A_{fase} \exp\left(-\frac{(2\theta - \mu_{fase})^2}{2\sigma_{fase}^2}\right), \text{ donde } A, \mu, \sigma = \text{amplitud, posición y ancho asociado}$$

a la fase cristalina, que modelan la superposición de halos correspondientes a las fases amorfas y los picos cristalinos. Esta simulación nos mostró halos similares a los obtenidos por los patrones de DRX, y determinaron el contenido de las fases formadas. En el siguiente paso, se realizó la suma de dos fases amorfas, C y B₄C, pero con diferente contenido, obteniendo una familia de fases superpuestas. De la familia de nuevos superposición de halos, se tomó los halos más cercano a los mostrados por los patrones de DRX experimentales. Similar procedimiento se realizó para los sistemas ternarios y cuaternarios. Los resultados de estas superposiciones nos ayudan a conocer el porcentaje de contenido de cada fase amorfa, por ejemplo: de la mezcla 50% RLA - 50% B₂O₃, del T_{tr} = 1100°C, se obtuvo 48%C + 32%B₄C + 4%Fe₄C + 16% CaSi₂.

Referencias

- [1] Vlasova, M., Aguilar, P. A. M., Morelos, J. L. H., Parra, A. P., Serrano, M., González, M. C. R., & Tapia, R. G. (2022). Formation of the amorphous multicomponent iron-based alloy during carbothermal reduction of Fe₂O₃ by waste activated sludge. *Journal of Non-Crystalline Solids: X*, 16, 100122.
- [2] Nava, M. E. S., Morelos, J. L. H., González, M. C. R., Tapia, R. G., Vlasova, M., & Aguilar, P. A. M. (2022). Analysis of wide diffuse halo formation in the x-ray diffraction spectrum during the reduction of Fe₂O₃ by waste-activated sludge (WAS). *Materials Research Express*, 9(9), 095202.



August 2025

TO WHOM IT MAY CONCERN

P r e s e n t

This is to certify that *Mónica Torres Álvarez, Abigail Parra, Marina Vlasova, Jorge Arturo Carreño García, Pedro Antonio Márquez Aguilar* presented the contribution: **PROCESSES OF CARBOTHERMAL REDUCTION OF WAS** as **Poster** modality, in the *B5. Materials and the Environment* Symposium at the **33rd International Materials Research Congress** held in Cancun, Mexico from August 17th to 21st, 2025.

Sincerely,



Dra. Cecilia Noguez Garrido
SMMater President





August 2025

TO WHOM IT MAY CONCERN

P r e s e n t

This is to certify that *Mónica Torres Álvarez, Abigail Parra, Marina Vlasova, Ulises León Silva, Pedro Antonio Márquez Aguilar* presented the contribution: **FORMATION OF AMORPHOUS CARBON-B4C COMPOSITES AT LOW TEMPERATURE PROCESSING OF MIXTURES FROM WASTE ACTIVATED SLUDGE - B_2O_3** as **Oral** modality, in the *G1. Smart Composite Materials and Their Applications* Symposium at the **33rd International Materials Research Congress** held in Cancun, Mexico from August 17th to 21st, 2025.

Sincerely,


Dra. Cecilia Noguez Garrido
SMMater President





CERTIFICADO

DE ASISTENCIA A:

Mónica Torres Álvarez

EN EL II CONGRESO DE MATEMÁTICA APLICADA A LA INGENIERÍA, LLEVADO A CABO EL 6 DE SEPTIEMBRE DE 2024, EN EL CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS, DE LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS.

Dr. Diego Seuret Jiménez
Coordinador del congreso



Se expide el presente documento firmado electrónicamente de conformidad con el ACUERDO GENERAL PARA LA CONTINUIDAD DEL FUNCIONAMIENTO DE LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS DURANTE LA EMERGENCIA SANITARIA PROVOCADA POR EL VIRUS SARS-COV2 (COVID-19) emitido el 27 de abril del 2020.

El presente documento cuenta con la firma electrónica UAEM del funcionario universitario competente, amparada por un certificado vigente a la fecha de su elaboración y es válido de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE ESTADO DE MORELOS emitidos el 13 de noviembre del 2019 mediante circular No. 32.

Sello electrónico

DIEGO SEURET JIMENEZ | Fecha:2024-09-12 14:18:39 | FIRMANTE

Bymwt0MmY+XtPlewAO5hM+hiH6V3Wt7mTrKojS/gx5RwdZOswDUdIUUaf5oExj2kG0Qu2Fcx4XBil/7r8jX9IBZFSoHtGgKO0zi9PKOjhNnSJbk9jqy7+ZVq1yqk7fD+NJQ7SXV5BbxUVWG0Yu4xwaoPmtzg7pziPvclyNE/VCLPC2BhDjtPhHHQMzzZnuPHU9wOC5zoslkNxxQ1QuozW4DY2741x41BJYDAbcWnN5r2C7qt1hSXxZk1jK3ecVarXiNsytqmxsQZ/uAKTN2X42K3PyaClasEDNS7If5oE63uKDQA8+axApY2XFf8Mbt7vPuy4QIRzcEKT0x7V9PhNwIA==



Puede verificar la autenticidad del documento en la siguiente dirección electrónica o escaneando el código QR ingresando la siguiente clave:

6PKSseLT

<https://efirma.uaem.mx/noRepudio/SfdjDihCWqRV2Q4TNzbESygb9aJqcM6z>



UAEM
RECTORÍA
2023-2029

EL INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIAS BÁSICAS Y APLICADAS
DE LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS

Otorga la presente

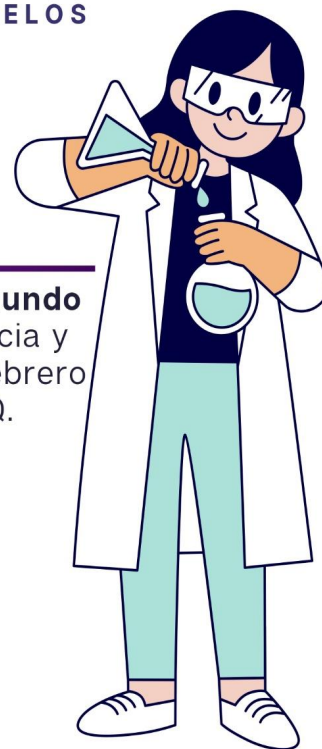
CONSTANCIA A
Mónica Torres Álvarez

Por haber participado con un experimento en el evento **“El mundo necesita más científicas”**, actividad de divulgación de la ciencia y fomento de las vocaciones científicas, llevado a cabo el 11 de febrero del 2025 de manera presencial en las instalaciones del CIQ.

Cuernavaca, Mor. a 17 de febrero de 2025

Atentamente
Por una humanidad Culta

MTRA. MARGARITA FIGUEROA BUSTOS
Secretaria Ejecutiva del IICBA





UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

Se expide el presente documento con firma electrónica UAEM, soportada por el certificado vigente a la fecha de su elaboración y con efectos plenos de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS PUBLICADOS en el ÓRGANO INFORMATIVO UNIVERSITARIO "ADOLFO MENÉNDEZ SAMARÁ" número 117 de fecha 20 de abril de 2021.

Sello electrónico

MARGARITA FIGUEROA BUSTOS | Fecha:2025-02-19 09:13:16 | FIRMANTE

LKEO3giY956ewHFbntUNferLnNPL74FnmMwulsQbnVcUI9Si4T2AL4Rz7JTgjeFG+6RBnQDmHht5A5ZTe6hEdAVQA9+c0nPYjK1NLhNjmxYLOCLqPADErK1y+MK7vJ94YwNN4wMejUFmKif09x6gQ2gjTqhPw/RVhaldGgvUERufWEjgQrdYb/eYM36/cUiTp9YCercoD28p6YSJXZHUXRV0/dX0QKROcwysr21f0mIDvNha4Bg/wsCcOuykbaksbJtkripOsas2dzhqO4ex8hNFXAipu3a97jais3Nq2aR5BfnnYIQJfSeOhX2BypCbWMIzriPc2hO9SyPXL4Q==



Puede verificar la autenticidad del documento en la siguiente dirección electrónica o
escaneando el código QR ingresando la siguiente clave:

[wBkrpf7lo](#)

<https://efirma.uaem.mx/noRepudio/ivLzM55WJfKz7QaSS17k97Un9plCcZ8Y>



UAEM
RECTORÍA
2023-2029



Sociedad Mexicana
de Materiales A.C.



La Sociedad Mexicana de Materiales

OTORGA LA PRESENTE

CONSTANCIA

a: Monica Torres Álvarez

Por su destacada participación como **MIEMBRO** del
Capítulo Estudiantil Estado de Morelos
de la Sociedad Mexicana de Materiales, durante el período **2024 a 2025**

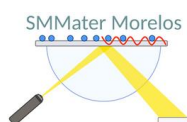
Ciudad de México, 2025

[P.CE.00295]




Dra. Cecilia Noguez Garrido
Presidenta de la SMMater


Dr. Juan Carlos Martínez Orozco
Coordinador de Capítulos Estudiantiles



2° CONGRESO ESTATAL DE MATERIALES DE MORELOS



LA SOCIEDAD MEXICANA DE MATERIALES A TRAVÉS DEL CAPÍTULO ESTUDIANTIL DEL ESTADO DE MORELOS (CE-SMMATER-MORELOS), OTORGA LA PRESENTE CONSTANCIA A:

Mónica Torres Álvarez, Abigail Parra Parra, Marina Vlasova

POR LA PRESENTACIÓN DEL PÓSTER TITULADO:

"Processes of carbothermal reduction of WAS "

El día 4 de abril de 2025 en
Cuernavaca, Morelos.

MTRO. JUAN PABLO CASTREJÓN MARTÍNEZ
PRESIDENTE

DR. NAVEEN KUMAR REDDY BOGIREDDY
SUPERVISOR

DR. VÍCTOR BARBA LÓPEZ
SUPERVISOR

DR. JUAN CARLOS MARTÍNEZ OROZCO
COORDINADOR DE CEE-SMMATER



MORELOS
LA TIERRA QUE NOS UNE
GOBIERNO DEL ESTADO
2018 - 2024

CCYTEM
CONSEJO DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA
DEL ESTADO DE MORELOS

MUSEO DE CIENCIAS
DIRECCIÓN DEL MUSEO DE CIENCIAS DE MORELOS

EL CONSEJO DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA
DEL ESTADO DE MORELOS
OTORGA LA PRESENTE

CONSTANCIA

a:

Mónica Torres Álvarez

Por su participación como tallerista en el evento "Soy Mujer y Hago Ciencia".
Morelos, 26 de Febrero de 2025

Jaime Eugenio Arau Roffiel
Director General del Consejo de Ciencia y Tecnología
del Estado de Morelos

Alejandra Ramírez Mendoza
Directora del Centro Morelense de
Comunicación de la Ciencia





**LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS ,
A TRAVÉS DEL CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS**

OTORGA LA PRESENTE CONSTANCIA A

Ing. Mónica Torres Álvarez

Por su destacada participación como tallerista en el programa de “Un día de tinta al CIICAp”, que se llevó a cabo el pasado 24 de junio de 2025; actividad de difusión, divulgación y fomento de las vocaciones científicas en colaboración con la ruta de la ciencia del Consejo de Ciencia y Tecnología del Estado de Morelos; dirigido a estudiantes de Nivel Medio Superior del CBTIS 223 de Zacatepec.



Atentamente
Por una humanidad Culta

DR. J JESÚS ESCOBEDO ALATORRE
ENCARGADO DE DESPACHO DE LA DIRECCIÓN DEL
CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN INGENIERÍA Y
CIENCIAS APLICADAS DE LA UAEM



Folio: 202

UAEM
RECTORÍA
2023-2029



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

Se expide el presente documento con firma electrónica UAEM, soportada por el certificado vigente a la fecha de su elaboración y con efectos plenos de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS PUBLICADOS en el ÓRGANO INFORMATIVO UNIVERSITARIO "ADOLFO MENÉNDEZ SAMARÁ" número 117 de fecha 20 de abril de 2021.

Sello electrónico

J JESUS ESCOBEDO ALATORRE | Fecha:2025-06-30 14:58:20 | FIRMANTE

Moiue6J6rSS9v3KjkgFwFFRNv3ffR668GMQV3AuLatTwjaKiqRur+PWWNC+tUc8t/GfMJB27N/+nesLFE7alc0pHFQCR/qpcbpXOSI1zDU374kz/oQJGsCcA2zbhfi8QtFN9pUxnhlokEuOW8WQ/NouDrm1KOrgSyMYymMmhFdH5yKPRvsm2IF1pgFyjqFIqw92bgzpH3UNv5JlugDeFfPx0vUyA3t1ZiepbLHrNJByOXFuxhy2+bzZ2IEFaX6DxZOmulkUUFFKr3HV7Lzs9RM9dlhkgxpCL9ryEgvUgJSJix1ww/W4p35oLFA/QKoBh6WVvkhkZRCfClwnMbvDg==



Puede verificar la autenticidad del documento en la siguiente dirección electrónica o
escaneando el código QR ingresando la siguiente clave:

Cr3fe0iW6

<https://efirma.uaem.mx/noRepudio/eTXbJY2t26bPk4DIX8ohtnRctfACr6Rm>



UAEM
RECTORÍA
2023-2029



**LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS ,
A TRAVÉS DEL CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS**

OTORGA LA PRESENTE CONSTANCIA A :

ING. MONICA TORRES ALVAREZ

Por su destacada participación como tallerista en el programa de "Visitas Guiadas al CIICAp", que se llevó a cabo el pasado 20 de Noviembre de 2024; actividad de difusión, divulgación y fomento de las vocaciones científicas; dirigido a estudiantes de Nivel Medio Superior del Colegio de Bachilleres del Estado de Morelos (COBAEM), plantel 01 Cuernavaca.



Atentamente
Por una humanidad Culta

DR. J JESÚS ESCOBEDO ALATORRE

TITULAR DE LA DIRECCIÓN
CIICAP-UAEM



Folio:513/24

UAEM
RECTORÍA
2023-2029



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

Se expide el presente documento firmado electrónicamente de conformidad con el ACUERDO GENERAL PARA LA CONTINUIDAD DEL FUNCIONAMIENTO DE LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS DURANTE LA EMERGENCIA SANITARIA PROVOCADA POR EL VIRUS SARS-COV2 (COVID-19) emitido el 27 de abril del 2020.

El presente documento cuenta con la firma electrónica UAEM del funcionario universitario competente, amparada por un certificado vigente a la fecha de su elaboración y es válido de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE ESTADO DE MORELOS emitidos el 13 de noviembre del 2019 mediante circular No. 32.

Sello electrónico

J JESUS ESCOBEDO ALATORRE | Fecha:2024-11-29 13:13:35 | FIRMANTE

Lp8eeOeCaBHRNNTwechlthjSbsjRSY1/Lhb1WdVXuiWJhZ5Y/HcQJjDvTf1JFVvaEiG33sHvRLMhtLQgE/cuZAUZ6YEXZ/ILBNuxeqyD3hVjTyIj+hr59CFOEZSEjKjk4HNXqljstPEyclalODaXvJT6nhp+P+cltgdWQhMydY62eQfPQ/llBnCY/70zwfWDSvmNuvE2Z5pXYy/JahvnDAVVPzKm8K97fgALh1h09KeS4jSCuF79Utnkg6RNVVUX6LSa5QVBZo4foLHz0XJnUJj06nJd4TDI95DM/GCoB4quHTNmZovDuaLkzEjCYvecAJ4OwmdJdp6DMU5NEw==



Puede verificar la autenticidad del documento en la siguiente dirección electrónica o
escaneando el código QR ingresando la siguiente clave:

[RHHVcMEfU](#)

<https://efirma.uaem.mx/noRepudio/VhThkSuypSTcK4Jwc9DfL9N1btvekk>



UAEM
RECTORÍA
2023-2029



**LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS ,
A TRAVÉS DEL CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS**

OTORGA LA PRESENTE CONSTANCIA A

ING. MÓNICA TORRES ÁLVAREZ

Por su destacada participación como tallerista en el programa de "Visitas Guiadas al CIICAp", que se llevó a cabo el 25 de septiembre de 2025, actividad de divulgación y fomento de las vocaciones científicas; dirigido a estudiantes de la licenciatura en Bioingeniería.



Atentamente
Por una humanidad Culta

DR. J JESÚS ESCOBEDO ALATORRE

ENCARGADO DE DESPACHO DE LA DIRECCIÓN DEL
CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN INGENIERÍA Y
CIENCIAS APLICADAS DE LA UAEM



Folio: 249

UAEM
RECTORÍA
2023-2029



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

Se expide el presente documento con firma electrónica UAEM, soportada por el certificado vigente a la fecha de su elaboración y con efectos plenos de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS PUBLICADOS en el ÓRGANO INFORMATIVO UNIVERSITARIO "ADOLFO MENÉNDEZ SAMARÁ" número 117 de fecha 20 de abril de 2021.

Sello electrónico

J JESUS ESCOBEDO ALATORRE | Fecha:2025-10-01 14:15:01 | FIRMANTE

LusIqVyrDi4ZWwRWwJdVHjdBu/ioc/Ky0z94237KpGjfkwnvzPrWA+bY+B2XbX/eFeIYZBvXjcgJdJ3aNh7SIASqJR8LyC1fLp8IOCFmnUAtrbER3W75+1tYwdCGQTKqfmY8hKEw0Yisxf7zzBaGPNTIifcn6WOMIqNgvKJ8Y5wO/UvKy4OSIViq
ajJlBZN8ITk1jD53kFFzBvCUGLx/Is1QQc8eCBx1stTAnhgz7M3RqDD6yHHNv/EFZSY8XdtmSfL8HmiyLGnnv/5/Yx72yHCK0UHecp7bFex8d33i/y7mcfzS5SQrgbuG2R3Jd7vodj0THTBHaWqfzcES0Pw==



Puede verificar la autenticidad del documento en la siguiente dirección electrónica o
escaneando el código QR ingresando la siguiente clave:

[hwAMW34ZO](#)

<https://efirma.uaem.mx/noRepudio/REjSV3u32EHgBFvE91ntBsWMziZRm80>



UAEM
RECTORÍA
2023-2029



**LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS ,
A TRAVÉS DEL CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS**

OTORGA LA PRESENTE CONSTANCIA A :

ING. MONICA TORRES ÁLVAREZ

Por su destacada participación como tallerista en el programa de "Visitas Guiadas al CIICAp", que se llevó a cabo el pasado 13 de Noviembre de 2024, actividad de divulgación científica y difusión de los programas educativos de posgrado; dirigido a estudiantes de la Ingeniería en Nanotecnología de la UTEZ.



Atentamente
Por una humanidad Culta

DR. J JESÚS ESCOBEDO ALATORRE

TITULAR DE LA DIRECCIÓN
CIICAP-UAEM



Folio:440/24

UAEM
RECTORÍA
2023-2029



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

Se expide el presente documento firmado electrónicamente de conformidad con el ACUERDO GENERAL PARA LA CONTINUIDAD DEL FUNCIONAMIENTO DE LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS DURANTE LA EMERGENCIA SANITARIA PROVOCADA POR EL VIRUS SARS-COV2 (COVID-19) emitido el 27 de abril del 2020.

El presente documento cuenta con la firma electrónica UAEM del funcionario universitario competente, amparada por un certificado vigente a la fecha de su elaboración y es válido de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE ESTADO DE MORELOS emitidos el 13 de noviembre del 2019 mediante circular No. 32.

Sello electrónico

J JESUS ESCOBEDO ALATORRE | Fecha:2024-11-20 12:26:38 | FIRMANTE

bpmW3fzR8XdpUMZQ+Y89/5Hlm64Pa4cnLnQM3mvkATM92sAT55pxspLJzG0O3feje5yC7VSnq8nQgDbLbX460FXSukwGDzd6d7zizRI/qveYKVmc/YrmACYdU9jBNUBjgGLbytAr4fvZNoikcEoyeDdBXXHXsA4rQ1fR9U0crDdMRY+M/VcWZxUL4wdgmBXCXY2X1BA2jhfg062LAlrGsXm1mDwhtq/oKTW8D9PSzPuND5HNerD1q123NOxlo0IZSKZZT4+sU7Qq6MfAYs0NqiFbwH5juNzYbi5GlyZoy4VMfRO4mW1Cr5YevJJfzVvI5P4R1BVNmdVtrCO3SV8cew==



Puede verificar la autenticidad del documento en la siguiente dirección electrónica o
escaneando el código QR ingresando la siguiente clave:

[szTuKeXhx](#)

<https://efirma.uaem.mx/noRepudio/CtuEjHaH37bvonqxOITE431G8nDL5xLO>



UAEM
RECTORÍA
2023-2029



**LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS ,
A TRAVÉS DEL CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS**

OTORGA LA PRESENTE CONSTANCIA A :

Monica Torres Alvarez

Por su destacada participación como TALLERISTA en la “Noche de Observación Estelar”, actividad de divulgación de la ciencia y fomento de las vocaciones científicas dirigido a público en general.
Que se llevó a cabo el pasado 14 de noviembre de 2024, en las instalaciones del
Centro de Investigación en Ingeniería y Ciencias Aplicadas.



Atentamente
Por una humanidad Culta

DR. J JESÚS ESCOBEDO ALATORRE

TITULAR DE LA DIRECCIÓN
CIICAP-UAEM



Folio: O620

UAEM
RECTORÍA
2023-2029



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

Se expide el presente documento firmado electrónicamente de conformidad con el ACUERDO GENERAL PARA LA CONTINUIDAD DEL FUNCIONAMIENTO DE LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS DURANTE LA EMERGENCIA SANITARIA PROVOCADA POR EL VIRUS SARS-COV2 (COVID-19) emitido el 27 de abril del 2020.

El presente documento cuenta con la firma electrónica UAEM del funcionario universitario competente, amparada por un certificado vigente a la fecha de su elaboración y es válido de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE ESTADO DE MORELOS emitidos el 13 de noviembre del 2019 mediante circular No. 32.

Sello electrónico

J JESUS ESCOBEDO ALATORRE | Fecha:2024-11-29 13:08:29 | FIRMANTE

oqNchDyOGRm0qt7A2beGei94NnQ8CcWK9uccGMveEhqkKQVGOPvhGN0/Zcfv3glEiLiIDY5+AAD1gXMImZzGqskYutdCAQyyWsVPAATg21Z7kjrNgFeNzeQ2qRvZUNFIBYImvZmqLz4FwchDJSc4DU/0IOB2LrxSkKakuffzmW3jAUnQzhyQXrUzK0Y3r+Z7FpV+gULOrRIWMQftnZWKxqEkRon1UNjDIG7HMrgYBPA9gb/7SUR6su0DLEhYEntWiiMc6j5ST22r4eMewKtLhLukSLbOcveqko/pd1DSk+jApyy9td0f3TUIzU8NQjInImkB80zUcUJ7Jgz7cbnfJow==



Puede verificar la autenticidad del documento en la siguiente dirección electrónica o
escaneando el código QR ingresando la siguiente clave:

[XfjLPVvWx](#)

<https://efirma.uaem.mx/noRepudio/1Q2vN0sXhGMh879STRA1dfllHaa3mcMJ>



UAEM
RECTORÍA
2023-2029

Mónica Torres Álvarez



Escuela de Nano-Espectroscopia



REDEC UNAM

08 – 11 Diciembre 2025
CDMX, México

CONSTANCIA N°: ENE-N078

Constancia de participación

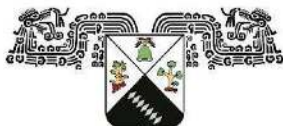
Se otorga la presente constancia a Mónica Torres Álvarez por haber participado como ASISTENTE en la ●●●**Escuela de Nano-Espectroscopia (ENE)**. Realizada en el Instituto de Ciencias Aplicadas y Tecnología de la Universidad Nacional Autónoma de México, CDMX, México del 08 al 11 de diciembre del 2025, con un total de 30 horas.

Agradecemos a Ud. su participación como **ASISTENTE**.

Dra. Herlinda Montiel Sánchez
Directora
ICAT – UNAM

Dra. Elsi Violeta Mejía Uriarte
Presidenta de la ENE 2025
ICAT – UNAM





UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS



Instituto de
Investigación en
Ciencias
Básicas y
Aplicadas



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIAS BÁSICAS Y APLICADAS

JEFATURA DE POSGRADO EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS

Cuernavaca, Morelos, a 24 de abril de 2026.

DR. ARTURO MOLINA OCAMPO
COORDINADOR DEL POSGRADO EN
INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS
P R E S E N T E

Atendiendo a la solicitud para emitir DICTAMEN sobre la revisión de la TESIS titulada: FORMACIÓN DE COMPUESTOS DE C-B₄C (NANOPOLVOS Y MUESTRAS 3D) DURANTE LA REDUCCIÓN CARBOTÉRMICA DEL B₂O₃ que presenta la alumna **MÓNICA TORRES ÁLVAREZ**, para obtener el título de **MAESTRÍA EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS**.

Nos permitimos informarle que nuestro voto es **APROBATORIO**.

Atentamente

DR. PEDRO ANTONIO MÁRQUEZ AGUILAR
DR. ULISES LEÓN SILVA
DR. JORGE LUIS HERNÁNDEZ MORELOS
DRA. ELVIA TERÁN SALGADO
DRA. ABIGAIL PARRA PARRA

Se adiciona efirma UAEM





UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

Se expide el presente documento con firma electrónica UAEM, soportada por el certificado vigente a la fecha de su elaboración y con efectos plenos de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS PUBLICADOS en el ÓRGANO INFORMATIVO UNIVERSITARIO "ADOLFO MENÉNDEZ SAMARÁ" número 117 de fecha 20 de abril de 2021.

Sello electrónico

PEDRO ANTONIO MARQUEZ AGUILAR | Fecha:2026-04-27 12:57:22 | FIRMANTE

csp/XtB682yG2Cgw4ymtNBT6Zqcxw5b8cARLKj2Uduz9FDD/psk5aHwBx+mMjoXTi15EFzHQDLE2cQ8xzLu5/K/vg0hxxAg2OaS01HkK30RM7crIK9UdzRDJnla0dxoYzVLvB2Q6v0HxmRPLEfHmHHZr3yL+RhqiAVOJbPYsdINw3fQYZNt8lx+MfUy4lbS30CK4DdOC9ZR0e7DWYSECDbEOYA2H3EDkCdA/xKB7Sv5w8uNoWeDGD5ESVBoklYwvpBoD+iqaX+WbY1/aAdfCdev37eOmFQ4pHLCqAfETidJy3QACnEHZtp/L1WhxHplzgAo96mMCE+oGCnRlgrhng==

JORGE LUIS HERNANDEZ MORELOS | Fecha:2026-04-27 13:04:34 | FIRMANTE

i9plGGUjS+x/m0cuiZn3lftHxmdyEcNzpfOgwV54Dyqy/ONRYcGLWqPaKYDL+kzYx8czMVqVl6NlcAuaUKAUosmVvjwnHQx98jOvV5QFAlDcMfdqF8Qmc/k9D2fFTyGlgcTToW5JdQ5EiJLydzidh5c8ogltS+Qf58NjCWHq+U1TrKVW9CaETzUtPMO/MczS+dHxI7vmt58Mi6Ghm2JvvWXYGqWjmPcK9ax0d7LER8n87e2sfS4tYt3yPSkfB6wbvAdwLM8Y61QmlU9utUnsX1vrtCuL/b2V1S4OIXiADdJbXqQeRXjuMc2rcrurCPIYZu+ZcM+2QI9ZlMq01ufKvg==

ULISES LEON SILVA | Fecha:2026-04-28 10:12:03 | FIRMANTE

PFtg5e/vfaTRnpsJxGXz2a4vTiDjXSJXq0ivJwW1yHmht+iS6Z1JZ+Tl6fPviG2WxbnHXiL0PR4rpQndsikAajREGA673RneASCxHP82Hn5BBbTFUpT4Evr86Ur5BihRnNXK72mqpz/yVseVJ1FqgS2+a45QbRO7UvoaMC/WBlqO/1e/1rExW9lvvfv17dpAFTubWLnmoF9XfNYfDniKM97U7hQWsu88IW9x11LZ0VZAEgKekGy7ble4jic9ftoNukRNO4E2oZTogKuyx5fC/DwfCZzOdqepXKkloy+nHMSM8M4V+pZTm9nGpdwCk9pv+O7tadLhwmwLRuEs8w==

ELVIA TERÁN SALGADO | Fecha:2026-04-29 09:22:29 | FIRMANTE

J3tGcEWQ4FEAtcuJsGRw04Mzp31J/WZUuT/HTODSg8Q3WRmGwSYpuTsproD826XMbjKlp78dQR2Ss4DXInvy6rWQRdW5BsTIZ0XMaGw3C4uUUiB0qn8uubppSHXr/xznvnX/mKsuB0ttxrERqdOSGB2kYeZyp1ExzhM1U/9IMK6CE9XXNf47Yuw3oCeomN0brKvog/vyBzvTM4hPXXkqDTyr64CX3VXnNOvW1lbeH5HwT/pBTPvyvF5nkiewDFbl6A+DDZLdOmkb1UImtpX0Adly6S0YatA9asT/SILrxEjCf0Qb971KuF/LT2p2J6AnvStvZr4+422XxzBSPtRg==

ABIGAIL PARRA PARRA | Fecha:2026-05-20 13:17:58 | FIRMANTE

G1oMiXbDbC4urLROxLnvdiWISvm11tguYry9w0ROuPwpDjxc2MrX24F8Wmh7gTm3nNgo5w6zR+XJMWMMen8vhckZmBlmtYZ+IUB2nF/aHB8Nju3+JtwUcRPo16T8ZXP8Kvhj5y7llok5k49r4UOZLCSlyl5cCd2nv0tjxR0s8q4cpFHKTfFw1sSutKqHwHA/z6BxHx4ekNq9wZLpmzj/n30tqFpY6UHCNNMmIhsVDDfh379h3Edh2eCDD05nseH4sY6mJD2BUfTEd3ZM20/Wt4diYSeLg7b9a7puUYOk7cg9dVvG+CrDF7nsDSr01sjOuZ70Gx8kLtyOSymjB6zqOA==

Puede verificar la autenticidad del documento en la siguiente dirección electrónica o
escaneando el código QR ingresando la siguiente clave:



YoGfdscp9

<https://efirma.uaem.mx/noRepudio/Bqnk0nm5rKyUWASamusRWVDO0JnZqahD>



UAEM
RECTORÍA
2023-2029