

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS E INGENIERÍA



LICENCIATURA EN INGENIERÍA QUÍMICA

**“DISEÑO DE UNA PLANTA INDUSTRIAL PARA LA REUTILIZACIÓN  
DEL VIDRIO RESIDUAL DE PANTALLAS DE TELEVISIÓN”**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:

**INGENIERO QUÍMICO**

PRESENTA

**HÉCTOR IVÁN CÁRDENAS RAMÍREZ**

DIRECTORES

DR. GERARDO CESAR DÍAZ TRUJILLO

M.C. GUSTAVO ENRIQUE CAMARGO NEGRETE

TIJUANA, B. C.

ENERO DE 2012

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA  
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS E INGENIERÍA

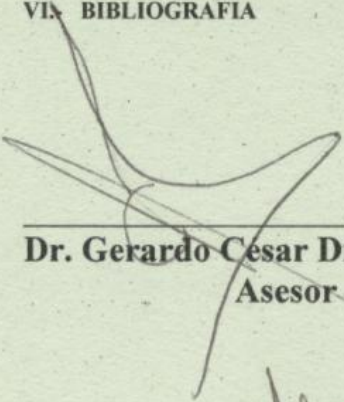
Folio No.020/11  
Tijuana, Baja California  
Enero /12

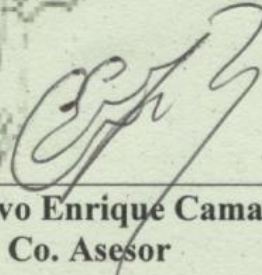
**C. CARDENAS RAMIREZ HECTOR IVAN**  
**Pasante de Ingeniero Químico**  
**Presente**

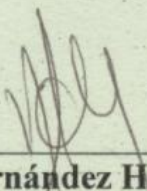
El tema de trabajo y/o tesis para su examen profesional, en la  
Opción TESIS  
es propuesto por (el, la) Dr. Gerardo César Díaz Trujillo

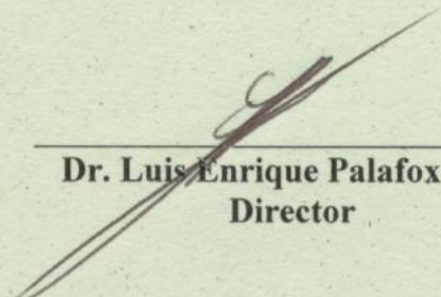
quién será responsable de la calidad de trabajo que usted presenta, referido al tema:  
"Diseño de una planta industrial para la reutilización del vidrio residual de  
pantallas de televisión " el cual deberá desarrollar, de acuerdo con el siguiente orden:

- I.- INTRODUCCION
- II.- MARCO TEORICO Y CONCEPTUAL
- III.- MATERIALES Y METODOS
- IV.- RESULTADOS Y DISCUSION
- V.- CONCLUSIONES
- VI.- BIBLIOGRAFIA

  
\_\_\_\_\_  
**Dr. Gerardo Cesar Díaz Trujillo**  
Asesor

  
\_\_\_\_\_  
**M.C. Gustavo Enrique Camargo Negrete**  
Co. Asesor

  
\_\_\_\_\_  
**Q. Noemí Hernández Hernández**  
Sub- Director

  
\_\_\_\_\_  
**Dr. Luis Enrique Palafox Maestre**  
Director

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA  
DE BAJA CALIFORNIA



FACULTAD DE CIENCIAS  
QUÍMICAS E INGENIERÍA

## **DEDICATORIA**

A mi madre, mis hermanos, mi familia, y mi pareja.  
Siempre están conmigo; nos llevamos en el corazón y en el pensamiento.

## AGRADECIMIENTOS

Agradezco a Dios por darme la oportunidad de llegar hasta donde me encuentro y por mantener siempre iluminado mi camino.

Agradezco a mis padres por la confianza depositada en mí para seguir adelante, a mi familia por el apoyo incondicional.

Agradezco al equipo de trabajo que me asesoró en el desarrollo de esta investigación: al Dr. Gerardo Cesar Diaz Trujillo, al M.C. Gustavo Enrique Camargo Negrete y al I.Q. José Luis Villegas Chávez.

Agradezco al Cuerpo Académico de Química Aplicada de la UABC, así como al M.C. Omar Novelo Peralta y a la física Adriana Tejeda Cruz, ambos del Instituto de Investigaciones en Materiales UNAM.

Por último, pero no menos importante, a mis maestros y amigos que me acompañaron durante la carrera, que compartieron su conocimiento y que siempre dieron su apoyo para seguir adelante.

# INDICE

	Pág.
LISTA DE FIGURAS .....	vii
LISTA DE TABLAS .....	ix
RESUMEN .....	x
I. INTRODUCCIÓN .....	11
I.1 Objetivo general .....	13
I.2 Objetivos específicos.....	13
I.3 Hipótesis.....	13
II. MARCO TEÓRICO Y CONCEPTUAL .....	14
II.1 Definiciones de residuos peligrosos.....	14
II.2 Procesos de recuperación de residuos.....	17
II.2.1 Ácidos y álcalis .....	17
II.3 Pantallas PDP y generación de residuos de vidrio.....	19
II.3.1 Principio de funcionamiento de las pantallas de plasma .....	19
II.3.1.1 Estructura básica de los circuitos de una televisión PDP .....	20
II.3.1.2 Estructura básica de la pantalla PDP.....	22
II.3.3 Estado del mercado de PDP .....	33
II.4 Antecedentes .....	34
III. MATERIALES Y MÉTODOS.....	37
III.1 Materiales .....	37

III.2 Desarrollo de los sistemas vitro-cerámicos .....	37
III.3 Métodos .....	39
III.3.1 Caracterización Química .....	40
III.3.1.1 Fluorescencia de Rayos X .....	40
III.3.2 Caracterización Mineralógica .....	41
III.3.2.1 Difracción de Rayos-X.....	41
III.3.2.1.1 Ley de Bragg .....	44
III.3.3 Preparación de las muestras .....	46
III.3.4 Análisis de la microestructura .....	46
III.3.5 Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) .....	47
III.3.6 Preparación de las muestras .....	50
III.3.7 Microscopia de Fuerza Atómica .....	51
III.4 Descripción del proceso por áreas de producción .....	54
III.4.1 Diagramas de Flujo .....	57
III.4.2 Lista de bienes y servicios .....	59
IV. RESULTADOS Y DISCUSIONES .....	63
IV.1 Composición Química de residuo de vidrio .....	63
IV.2 Caracterización morfológica .....	69
V. CONCLUSIONES .....	75
VI. BIBLIOGRAFÍA .....	77

## LISTA DE FIGURAS

Figura	Pág.
Figura 1. Circuitos de una televisión PDP.....	21
Figura 2. FPC's vista frontal .....	21
Figura 3. FPC's vista trasera .....	21
Figura 4. Mecanismo del funcionamiento de la pantalla PDP. ....	22
Figura 5. Distribución de las capas de PDP.....	26
Figura 6. Capas del vidrio PDP frontal .....	27
Figura 7. Capas del vidrio PDP trasero .....	27
Figura 8. Vidrio PDP sin capas.- .....	28
Figura 9. Microscopia electrónica de barrido del vidrio PDP frontal. ....	29
Figura 10. Composición química cualitativa del vidrio PDP frontal. ....	29
Figura 11. Microscopia electrónica de barrido del vidrio PDP trasero. ....	29
Figura 12. Composición química cualitativa del vidrio PDP trasero. ....	29
Figura 13. Diagrama de flujo del proceso de producción de pantallas PDP. ....	32
Figura 14. Escala estimada de producción mundial de PDP 2006-2010, por modelo de pantalla. ....	33
Figura 15. Escala estimada de producción mundial de televisiones 2006-2010, por tipo de pantalla .....	34
Figura 16. Diagrama de flujo recomendado para el reciclaje de CRT. ....	35
Figura 17. Tendencia típica mensual de la generación y disposición de vidrio PDP residual 2008.....	36
Figura 18. Esquema de un tubo de Rayos-X. ....	42

Figura 19. Difracción de rayos X por un cristal. ....	44
Figura 20. Funcionamiento de un AFM en su interior. ....	52
Figura 21. Diagrama de proceso para la recuperación de residuos peligrosos sólidos. ....	57
Figura 22. Diagrama de flujo de las áreas de servicio y soporte al proceso principal. ....	58
Figura 23. Distribución de la planta. ....	62
Figura 24. Diagrama básico de los componentes de una pantalla PDP.....	63
Figura 25. Difractograma (DRX) de material elaborado VC-1 .....	65
Figura 26. Difractograma (DRX) de material elaborado VC-2 .....	66
Figura 27. Difractograma (DRX) de material elaborado VC-3 .....	67
Figura 28. Difractograma (DRX) de material elaborado VC-4 .....	68
Figura 29. Micrografías (MEB) de sistema $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CaO}$ , tratado a $900^\circ\text{C}/10\text{ h}$ .....	71
Figura 30. Micrografías (MEB) de sistema $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$ , tratado a $900^\circ\text{C}/10\text{ h}$ . ....	72
Figura 31. Micrografías (MEB) de sistema $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-ZnO}$ , tratado a $900^\circ\text{C}/10\text{ h}$ .....	73
Figura 32. Micrografías (MEB) de sistema $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CaO-ZnO}$ , tratado a $900^\circ\text{C}/10\text{ h}$ .....	74

## LISTA DE TABLAS

Tabla	Pág.
Tabla 1. Composición de una televisión PDP de 50 pulgadas. ....	20
Tabla 2. Características de las capas del vidrio PDP frontal. ....	24
Tabla 3. Características de las capas del vidrio PDP trasero. ....	25
Tabla 4. Composición (% p/p) de sistemas vitrocerámicos. ....	38
Tabla 5. Lista de equipos principales, de servicios y auxiliares. ....	59
Tabla 6. Resumen de Fases cristalina identificadas .....	68

## **RESUMEN**

En la actualidad, el vidrio residual de las pantallas de plasma es dispuesto directo a confinamiento, lo cual deja sin reaprovecharse a los minerales que lo componen. De acuerdo a los objetivos actuales del país con el medio ambiente y la reutilización de los residuos, se propone en esta investigación, un proceso para la recuperación y reutilización de los mismos.

Para las empresas manufactureras de pantallas de plasma, el residuo generado tiene un valor negativo, económicamente hablando, puesto que además de tener que pagar por su recolección, disposición y confinamiento, se está perdiendo el valor económico de los minerales que lo componen y el trabajo que se invirtió en el.

En la investigación se utilizó el residuo de vidrio PDP para la elaboración de materiales vitrocerámicos, realizando sus análisis químicos y de caracterización para identificar las fases de los materiales.

Verificando la utilidad de los residuos y la factibilidad de su reutilización, se diseñó el proceso a nivel industrial, incluyendo cada área del proceso de recuperación y su descripción.

Finalmente se establecieron los resultados sobre los materiales preparados y se discutió sobre el diseño de la planta, la distribución de los equipos y sobre la factibilidad técnica.

## I. INTRODUCCIÓN

Tijuana, Baja California, ciudad que se encuentra en una zona industrializada, donde el giro que predomina es la industria maquiladora; dentro de este rubro se encuentra la fabricación y ensamble de televisiones de plasma, las cuales cuentan con una pantalla Plasma Display Panel (PDP) (motivo de esta investigación), que por diferentes razones llega a ser desechada, ya sean defectos de fabricación o daños generados durante el manejo de las mismas.

La materia prima de estas pantallas entra a la región bajo el régimen de importación temporal, el cual dice que: “Los materiales y residuos peligrosos generados en los procesos de producción, transformación, elaboración o reparación en los que se haya utilizado materia prima introducida en el país bajo el régimen de importación temporal, deberán ser retornados al país de procedencia”.<sup>1</sup>

Estas pantallas, debido a su composición química, según lo establece la SEMARNAT, se consideran un residuo sólido peligroso, por lo cual, para ser dispuestas, deben pasar por un tratamiento térmico o estabilización y después son debidamente confinadas en el país de origen.

El tener que exportar de regreso estos residuos sólidos peligrosos y darles un tratamiento previo a su disposición, genera a las empresas un costo, además de la pérdida del material del que están hechas las pantallas.

---

<sup>1</sup> **RLGPGIR.** *Reglamento de la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos.* México : Diario Oficial de la Federación 11 diciembre 2006.

La idea de este trabajo entonces, es investigar la factibilidad de reutilizar estas pantallas como alternativa de materia prima en el mismo proceso o para otros procesos productivos, y que en vez de salir del ciclo productivo, volviéndose un desecho o residuo, sigan dentro del mismo y no se pierdan todos los componentes de las mismas al ser confinadas, y diseñar de acuerdo a la metodología de Ulrich<sup>2</sup> el proceso a nivel industrial.

---

<sup>2</sup> **Gael D. Ulrich, Palligarnai T. Vasudevan** *Chemical Engineering Process Design and Economics a Practical Guide* 2nd Edition; EUA 2004.

## I.1 Objetivo general

Siguiendo las corrientes actuales, tanto de la industria como de la sociedad en general, de llevar a cabo un desarrollo sustentable y objetivos tanto ambientales como económicos, de aprovechar los residuos y el valor que aun puedan estos tener para la industria, se obtiene el planteamiento del objetivo principal de la siguiente investigación:

“El diseño de un proceso industrial para la reutilización de las pantallas PDP residuales económicamente factible.”

## I.2 Objetivos específicos

I.2.1 Reutilizar el vidrio PDP residual.

I.2.2 Diseñar el proceso para la reutilización del vidrio PDP residual.

I.2.3 Realizar el estudio económico para evaluar la factibilidad del proceso.

## I.3 Hipótesis

El vidrio de las pantallas PDP residuales puede ser procesado mediante operaciones unitarias adecuadas para ser reutilizado como materia prima en diversos procesos industriales.

## II. MARCO TEÓRICO Y CONCEPTUAL

### II.1 Definiciones de residuos peligrosos

Los conceptos utilizados en la presente tesis son las definiciones contenidas en la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente (LGEEPA)<sup>3</sup>, la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos (LGPGIR)<sup>4</sup>, y en los reglamentos correspondientes y en las definiciones contenidas en la Norma Oficial Mexicana NOM-052-2005. Los principales se indican a continuación:

- Aprovechamiento de los residuos. Conjunto de acciones cuyo objetivo es recuperar el valor económico de los residuos mediante su reutilización, remanufactura, rediseño, reciclado y recuperación de materiales secundarios o energía.
- Constituyente tóxico. Cualquier sustancia química contenida en un residuo y que hace que éste sea peligroso por su toxicidad, ya sea ambiental, aguda o crónica.
- CRETIB. El acrónimo de clasificación de las características a identificar en los residuos peligrosos y que significa: Corrosivo, Reactivo, Explosivo, Tóxico, Inflamable y Biológico Infeccioso.
- CRIT. El acrónimo de clasificación de las características a identificar en los residuos peligrosos y que significa: Corrosivo, Reactivo, Inflamable y Tóxico Ambiental.

---

<sup>3</sup> **LGEEPA.** *Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente.* México : Diario Oficial de la Federación 5 julio 2007.

<sup>4</sup> **LGPGIR.** *Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos.* México : Diario Oficial de la Federación 19 junio 2007.

- Disposición final. Acción de depositar o confinar permanentemente residuos en sitios e instalaciones, cuyas características permitan prevenir su liberación al ambiente y las consecuentes afectaciones a la salud de la población y a los ecosistemas y sus elementos.
- Generación. Acción de producir residuos a través del desarrollo de procesos productivos o de consumo.
- Generador. Persona física o moral que produce residuos, a través del desarrollo de proceso productivos o de consumo.
- Manejo integral. Las actividades de reducción en la fuente, separación, reutilización, reciclaje, co-procesamiento, tratamiento biológico, químico, físico o térmico, acopio, almacenamiento, transporte o disposición final de residuos, individualmente realizadas o combinadas de manera apropiada, para adaptarse a las condiciones y necesidades de cada lugar, cumpliendo objetivos de valorización, eficiencia sanitaria, ambiental, tecnológica, económica y social.
- Residuo. Material o producto cuyo propietario o poseedor desecha y que se encuentra en estado sólido o semisólido, o es un líquido o gas contenido en recipientes o depósitos, y que puede ser susceptible de ser valorizado o requiere sujetarse a tratamiento o disposición final.
- Residuos peligrosos. Son aquellos que poseen alguna de las características de corrosividad, reactividad, explosividad, toxicidad, inflamabilidad o que contengan agentes infecciosos que les confieran peligrosidad, así como envases, recipientes, embalajes y suelos que hayan sido contaminados cuando se transfieren a otro sitio.

- Residuos sólidos urbanos. Los generados en las casas habitación, que resultan de la eliminación de los materiales que utilizan en sus actividades domésticas, de los productos que se consumen y de sus envases, embalajes o empaques; los residuos que provienen de cualquier otra actividad dentro del establecimiento o en la vía pública que genere residuos con características domiciliarias, y los resultantes de la limpieza de las vías y lugares públicos, siempre que no sean considerados como otro tipo de residuo en la LGPGIR.
- PECT. Procedimiento de Extracción de Constituyentes Tóxicos.
- Secretaria. La Secretaria de Medio Ambiente y Recursos Naturales
- Toxicidad. La propiedad de una sustancia o mezcla de sustancias de provocar efectos adversos en la salud o en los ecosistemas.
- Toxicidad Ambiental. La característica de sustancia o mezcla de sustancias que ocasiona un desequilibrio ecológico.
- Valorización. Principio y conjunto de acciones asociadas cuyo objetivo es recuperar el valor remanente o el poder calorífico de los materiales que componen los residuos, mediante su reincorporación en procesos productivos, bajo los criterios de responsabilidad compartida, manejo integral y eficiencia ambiental, tecnológica y económica.
- Extracto PECT. El lixiviado a partir del cual se determinan los constituyentes tóxicos del residuo y su concentración, con la finalidad de identificar si éste es peligroso por su toxicidad al ambiente.

## II.2 Procesos de recuperación de residuos

### II.2.1 Ácidos y álcalis

#### a. Ácido nítrico.

El ácido nítrico concentrado caliente es un oxidante fuerte que disuelve todos los metales comunes, salvo el aluminio y el cromo que se vuelven pasivos ante este reactivo por la formación de óxidos de superficie. Cuando se tratan aleaciones que contienen estaño, tungsteno o antimonio con el reactivo caliente, se forman óxidos hidratados ligeramente solubles, como el  $\text{SnO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ . Después de la coagulación, estos materiales coloidales se pueden separar de otras especies metálicas por filtración<sup>5</sup>.

#### b. Ácido clorhídrico.

El ácido clorhídrico concentrado es el disolvente por excelencia para muestras inorgánicas. Se utiliza de forma general para disolver muchos óxidos metálicos, así como metales que se oxidan más fácilmente que el hidrógeno, y suele ser mejor disolvente de óxidos que los ácidos oxidantes<sup>6</sup>.

#### c. Mezclas oxidantes.

Es posible lograr la combustión húmeda más rápidamente con la utilización de mezclas de ácidos o la adición de agentes oxidantes a un ácido mineral. Una muy conocida es el agua regia, mezcla que contiene tres volúmenes de ácido clorhídrico concentrado por uno de ácido nítrico. La adición de bromo o peróxido de hidrógeno a ácidos minerales suele incrementar su

---

<sup>5 6</sup> **Skoog, D. A. y West, D. M.** *Fundamentos de química analítica*. 4a edición. EUA : Reverté, 1996.

acción disolvente y acelerar la oxidación de materiales orgánicos en la muestra. También es útil para este fin la mezcla crómica, formada por la adición de dicromato de potasio 0,02 M en ácido sulfúrico 1M<sup>7</sup>.

d. Ácido sulfúrico.

Muchos materiales se descomponen y disuelven con ácido sulfúrico concentrado caliente, que debe en parte a su efectividad como disolvente a su punto de ebullición alto (cercano a 340°C). Numerosos compuestos orgánicos se deshidratan y oxidan a esa temperatura, con lo que con este tratamiento de calcinación húmeda se eliminan de las muestras en forma de dióxido de carbono y agua. También son numerosos los metales y aleaciones que son atacados por ácido caliente <sup>8</sup>.

e. Ácido fluorhídrico

El uso primordial del ácido fluorhídrico es la descomposición de minerales y rocas de silicato de la determinación de diversas especies, con la excepción de la sílice. En este tratamiento, el silicio evoluciona en la forma de tetrafluoruro. Después de completada la descomposición, el exceso de ácido fluorhídrico se elimina por evaporación con ácidos sulfúrico o perclórico. Es frecuente que su eliminación completa sea indispensable para el éxito del análisis, ya que el ion fluoruro reacciona con diversos cationes y forma complejos muy estables, que interferirán en la determinación de los cationes<sup>9</sup>.

---

<sup>7 8 9</sup> **Skoog, D. A. y West, D. M.** *Fundamentos de química analítica*. 4a edición. EUA : Reverté, 1996.

f. Hidróxidos de sodio y potasio.

El hidróxido de potasio y el hidróxido de sodio son bases fuertes de uso común. Tiene muchos usos tanto industriales como comerciales. La mayoría de las aplicaciones explotan su reactividad con ácidos y su corrosividad natural<sup>10</sup>.

### II.3 Pantallas PDP y generación de residuos de vidrio.

#### II.3.1 Principio de funcionamiento de las pantallas de plasma

Una pantalla PDP es un dispositivo electrónico que funciona mediante el fenómeno de liberación de rayos UV de gases nobles cuando se les aplica voltaje, los cuales al interactuar con los fósforos, se producen los rayos visibles. Una pantalla de PDP esta integrada por millones de celdas que poseen fósforos rojos, verdes y azules. Las celdas están contenidas entre 2 placas de vidrio selladas al vacío que contienen una mezcla de gases nobles (xenón, neón, argón y helio), por las cuales atraviesan un par de electrodos horizontales y un electrodo vertical<sup>11</sup>. La televisión de plasma está integrada por los circuitos electrónicos y la pantalla PDP (Figuras 1, 2 y 3). Los pesos de las partes de la televisión se indican en la Tabla 1<sup>12</sup>.

---

<sup>10</sup> **Skoog, D. A. y West, D. M.** *Fundamentos de química analítica*. 4a edición. EUA : Reverté, 1996.

<sup>11</sup> <sup>12</sup> **Samsung.** SERIWorld. *Samsung Economic Research Institute*. [En línea] 2004-2009. [Citado el: 16 de Julio de 2009.] [www.seriworld.org](http://www.seriworld.org).

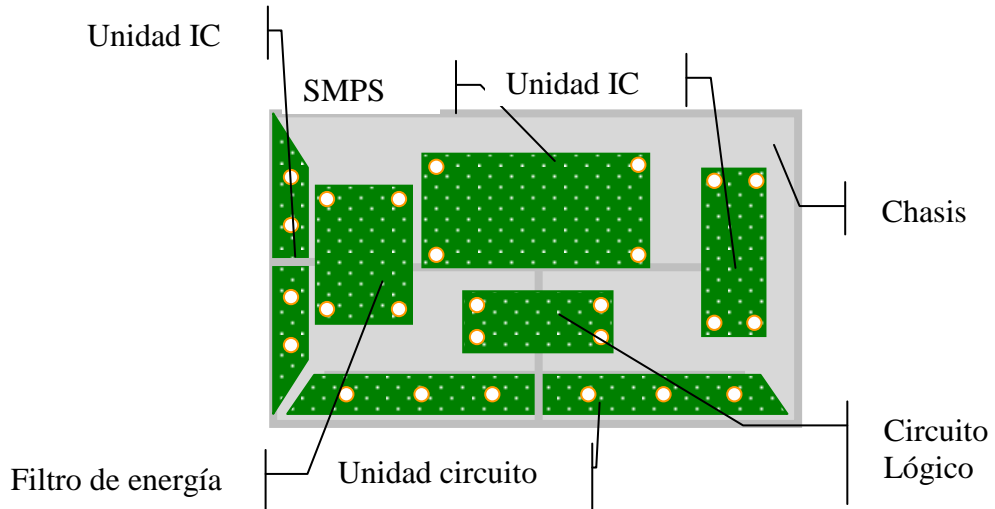
Tabla 1. Composición de una televisión PDP de 50 pulgadas.

	<b>Peso, kg</b>	<b>% en peso</b>
<b>Cabina y circuitos</b>	30,4	73,4
<b>Base de la pantalla</b>	4,0	9,7
<b>Pantalla de vidrio</b>	7,0	16,9
<b>Peso Total</b>	41,4	100%

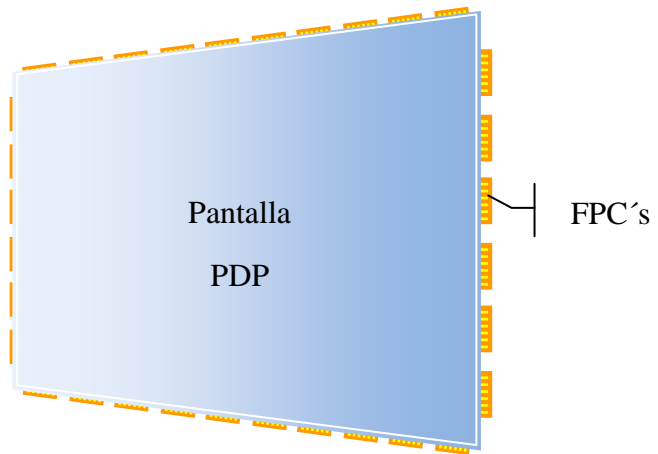
### II.3.1.1 Estructura básica de los circuitos de una televisión PDP

La circuitería de una televisión PDP sirve para operar los electrodos de transporte (X, Y) y direccional de la pantalla. Funcionamiento por parte:

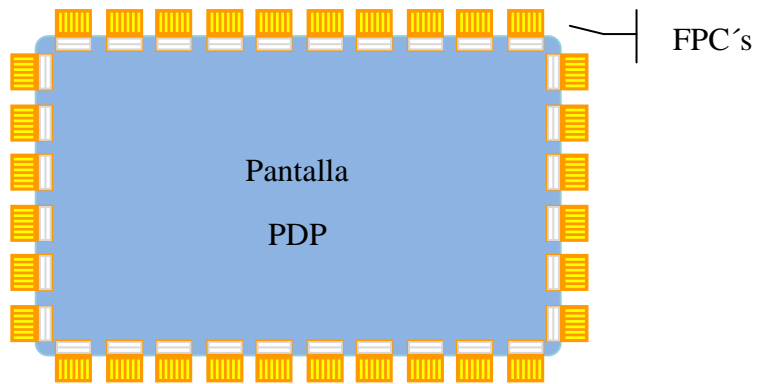
- **Circuito Lógico.** Recibe la señal de la imagen y controla la separación de la señal en los electrodos de transporte (X, Y) y direccional. Controla la potencia aplicada.
- **Unidad Circuito.** Recibe las señales del Circuito Lógico y las transmite a la Unidad IC (Integrated Circuit).
- **Unidad IC.** Distribuye los comandos del Circuito Lógico a cada electrodo.
- **FPC (Flexible Printed Circuit).** Conecta el electrodo de la pantalla y la Unidad Circuito (X, Y, Direccional).
- **SMPS.** Transforma la electricidad necesaria por cada parte del circuito.
- **Filtro de energía AC.** Rectifica la electricidad externa (Remoción de ruido, etc.).
- **Chasis.** Protege la pantalla y los circuitos.



**Figura 1. Circuitos de una televisión PDP**



**Figura 2. FPC's vista frontal**

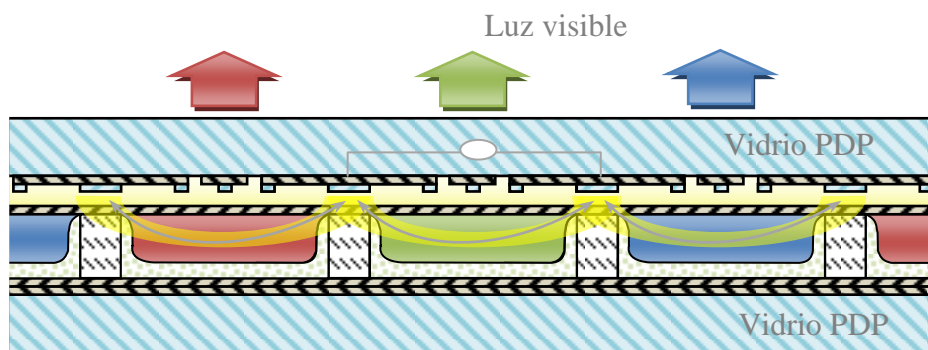


**Figura 3. FPC's vista trasera**

### II.3.1.2 Estructura básica de la pantalla PDP

Dos placas de vidrio con electrodos, son dispuestos en una configuración hueca con numerosas barreras pequeñas divisoras, con un espacio entre ellas para contener el gas de descarga y la estructura se sella bajo presión. Después de cargar la PDP con el gas en el espacio entre las placas superior e inferior, los rayos ultravioleta son generados a través de una descarga eléctrica y son inducidos a la capa de fósforos para producir la luz visible<sup>13</sup>.

En Figura 4 se muestra el principio de funcionamiento de la PDP<sup>14</sup>, y en la figura 5 una micrografía que permite apreciar la distribución de las capas de la PDP.



**Figura 4. Mecanismo del funcionamiento de la pantalla PDP.**

La pantalla de PDP está constituida por dos placas de vidrio que contienen capas de óxidos metálicos. En la Figura 5 se muestra la configuración de las capas en cada placa<sup>15</sup>. En la Figuras 6 y 7 se muestran fotografías microscópicas del vidrio PDP frontal y trasero, donde se observa la distribución de las capas, respectivamente.

---

<sup>13</sup> <sup>13</sup> <sup>14</sup> **Samsung**. SERIWorld. *Samsung Economic Research Institute*. [En línea] 2004-2009. [Citado el: 16 de Julio de 2009.] [www.seriworld.org](http://www.seriworld.org).

<sup>15</sup> **Ryley, James**. FreePatentsOnline.com. [En línea] 2004-2009. [Citado el: 16 de Julio de 2009.] [www.freepatentsonline.com](http://www.freepatentsonline.com).

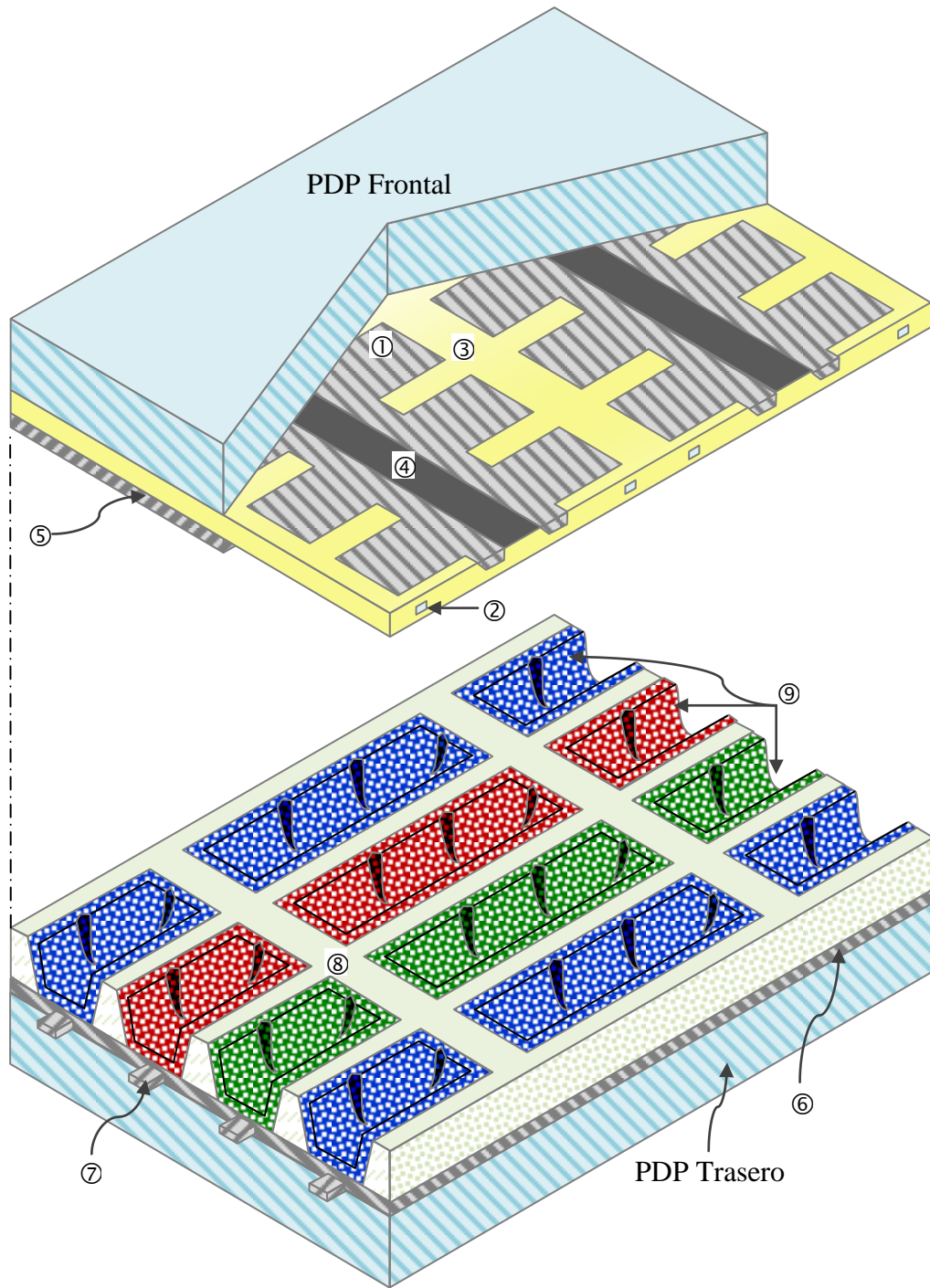


Tabla 2. Características de las capas del vidrio PDP frontal.

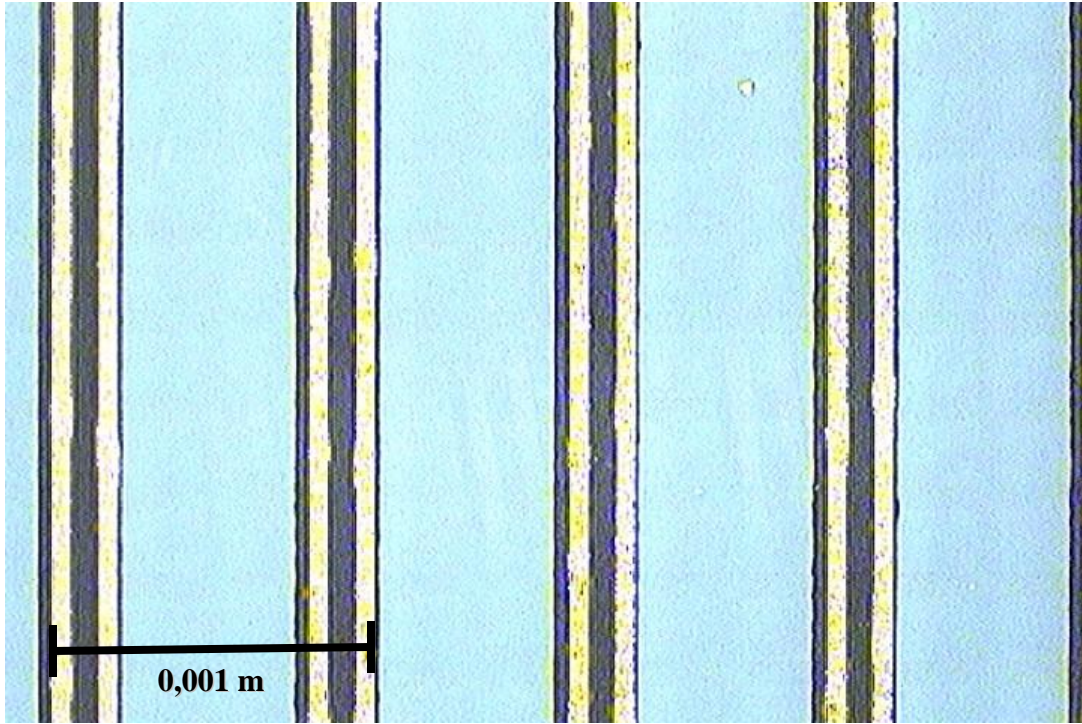
<b>VIDRIO PDP FRONTAL</b>		
Nombre de la capa	Descripción	Composición
<b>1. Electrodo ITO</b>	Induce la descarga dentro de la celda y mantiene el voltaje. La transmisión de la luz visible es alta.	<b>Óxido de itrio y estaño</b>
<b>2. Electrodo de transporte</b>	Se genera un valor de compensación de resistencia relativamente grande en el electrodo transparente. El mismo voltaje es aplicado en todas (o en la mayoría) de las celdas de descarga.	<b>Pasta de plata</b>
<b>3. Electrodo transparente</b>	Obliga la descarga de corriente. Se mantiene el aumento de la descarga. Produce la carga acumulada en la placa.	<b>Óxidos de cinc, boro y litio</b>
<b>4. Black Stripe</b>	Eleva la escala oscura de la imagen	<b>Óxidos de silicio, titanio, aluminio, circonio, tantalio, germanio, itrio y cinc</b>
<b>5. Capa de MgO</b>	Capa dieléctrica transparente para protección de la colisión de iones. Disminuye la descarga de voltaje.	<b>Óxido de magnesio</b>

**Tabla 3. Características de las capas del vidrio PDP trasero.**

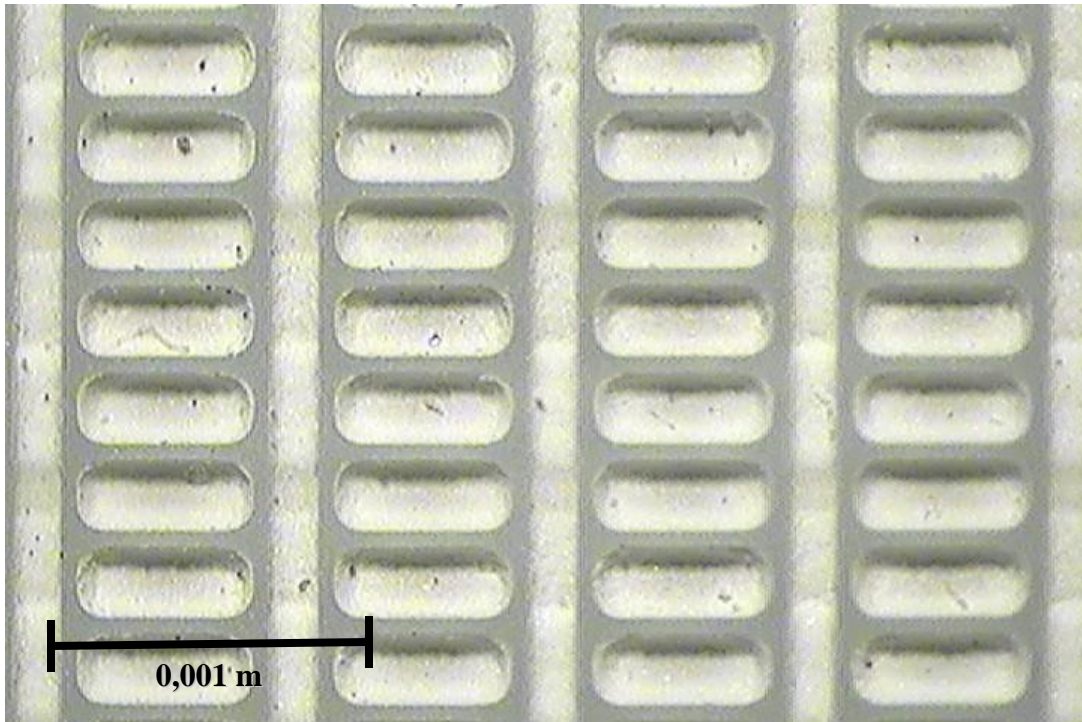
<b>VIDRIO PDP TRASERO</b>		
Nombre de la capa	Descripción	Composición
<b>6. Capa dieléctrica</b>	Protege al electrodo direccional. Proporciona un gran refuerzo de insulación y destrucción. Aumenta la transmisión de luz.	<b>Óxidos de cinc, boro y litio</b>
<b>7. Electrodo direccional</b>	Baja la resistencia de electrodo	<b>Pasta de plata</b>
<b>8. Barrera divisora</b>	Espacio que asegura la descarga en cada celda de fósforos aislados evitando su mezcla.	<b>Sulfuro de cinc</b>
<b>9. Capas de fósforos</b>	Reciben los rayos generados por la descarga y los transforman en luz visible (rojo, verde, azul). Tienen una excelente transformación de luz, lo cual produce una gran pureza de color.	<b>Aluminato de cobre, óxido de itrio y sulfuro de cinc.</b>



**Figura 5. Distribución de las capas de PDP.**

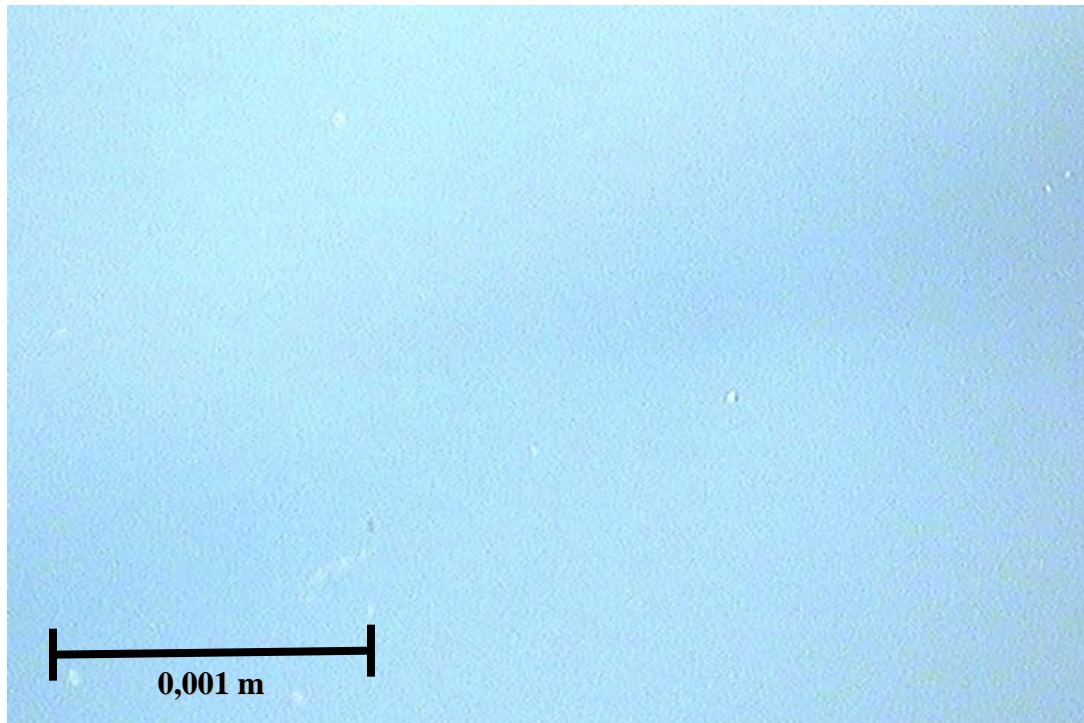


**Figura 6. Capas del vidrio PDP frontal**



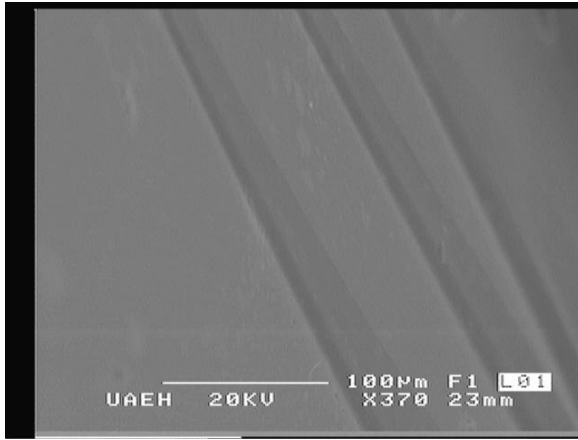
**Figura 7. Capas del vidrio PDP trasero**

En la Figura 8 se muestra una fotografía tomada al vidrio PDP limpio. El porcentaje en peso de las capas de recubrimiento del vidrio PDP frontal es de 3,32% y del vidrio PDP trasero es 5,55% (8,87% en total). El porcentaje fue calculado por diferencia de peso del vidrio con recubrimientos con respecto al vidrio limpio:  $\% \text{ peso} = 100 * (\text{peso de vidrio con capas} - \text{peso de vidrio limpio}) / \text{peso del vidrio con capas}$ .

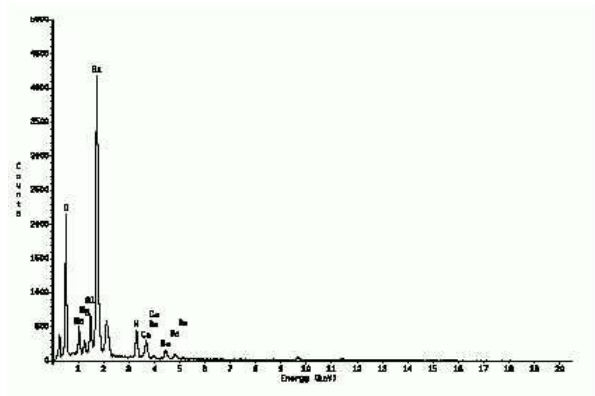


**Figura 8. Vidrio PDP sin capas.-**

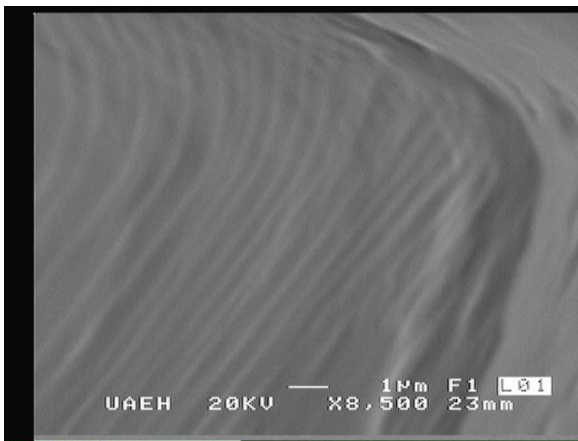
En las figuras 9 y 10 se muestran micrografías por microscopio electrónico de barrido y en las figuras 11 y 12 se indican los constituyentes químicos, se para el vidrio PDP frontal y trasero, respectivamente.



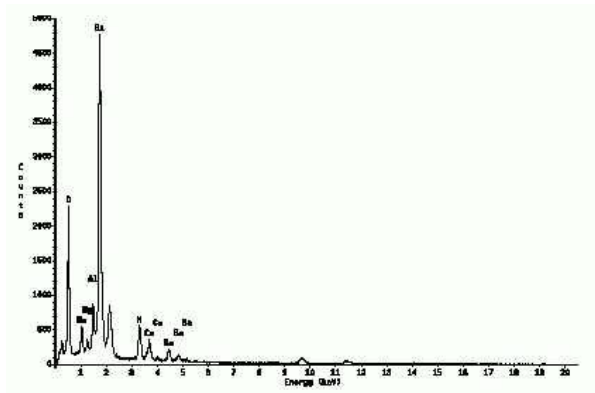
**Figura 9. Microscopia electrónica de barrido del vidrio PDP frontal.**



**Figura 10. Composición química cualitativa del vidrio PDP frontal.**



**Figura 11. Microscopia electrónica de barrido del vidrio PDP trasero.**



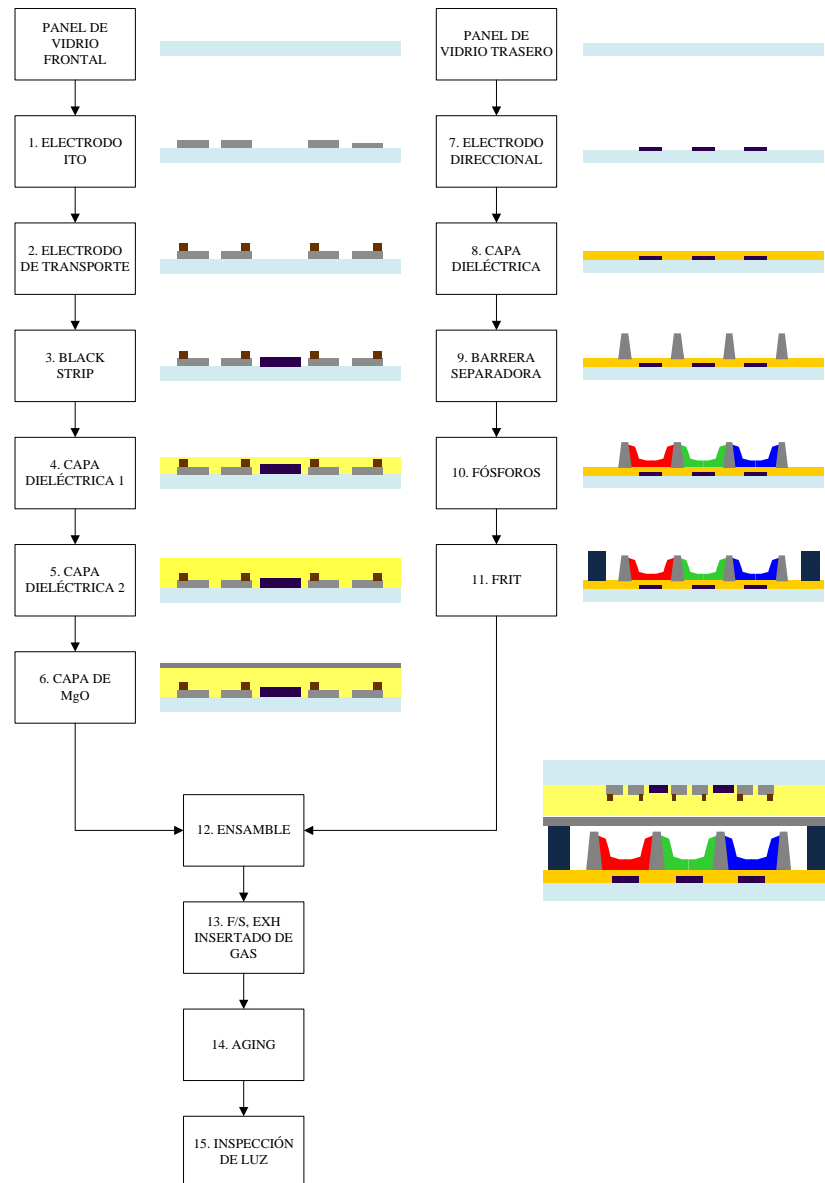
**Figura 12. Composición química cualitativa del vidrio PDP trasero.**

### II.3.2 Proceso de fabricación de pantallas de plasma

El proceso de fabricación de pantallas PDP se compone de las siguientes etapas y se indican en el diagrama de flujo de la Figura 9 (7):

1. Electrodo ITO. Se fotolitografía la capa de ITO que está plastificado por el cátodo (sputter), para generar los patrones de ITO correspondientes a los electrodos descargados principales.
2. Electrodo de transporte. Se genera el patrón fotolitografiando la pasta de plata de sobre el electrodo ITO.
3. Línea negra. Se genera mediante el método de impresión patronal en la zona de semi-descarga con la misma dirección paralela que el electrodo ITO.
4. Capa dieléctrica 1. Se forma por medio de impresión en la pantalla sobre los electrodos fotolitografiados.
5. Capa dieléctrica 2. Se forma por medio de impresión en la pantalla sobre la capa dieléctrica 1.
6. Capa de MgO. La capa de óxido de magnesio es depositada mediante el principio de ion-plating (anodizado).
7. Electrodo direccional. Se genera a través de la impresión mediante el patrón de la fotorresistencia de pasta de plata.
8. Capa dieléctrica. Se forma por medio de impresión en la pantalla sobre el electrodo direccional.
9. Barreras separadoras. Son generadas mediante el proceso de chorro de arena (sandblasting).
10. Capa de fósforos. Se forma por medio del patrón de impresión.

11. Frita. Se forma por el método de dispensado con la finalidad de sellar el panel frontal y trasero.
12. Ensamble (alineación de panel). Se ensambla ajustando el panel frontal y trasero.
13. Sellado de frita / escape. Se presiona el panel frontal con el panel trasero, se elimina el aire para generar vacío y se llena con el gas de descarga (xenón, argón, neón, helio).
14. Añejamiento. Se aplica voltaje a la pantalla durante 10 a 15 horas para asegurar las características óptimas de descarga.
15. Inspección de luz. La pantalla es inspeccionada para decidir la calidad de la imagen.

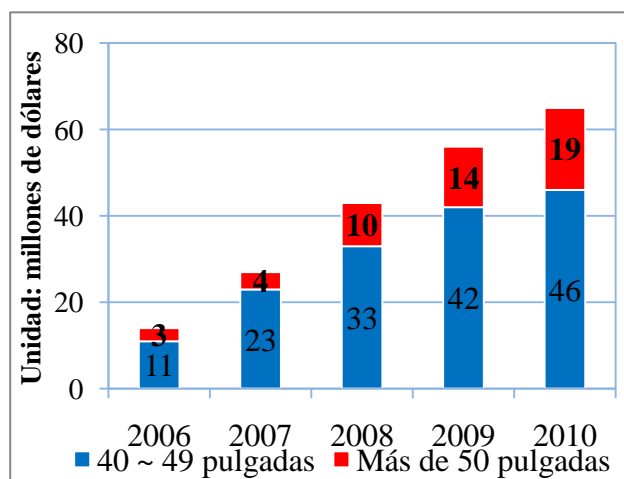


**Figura 13. Diagrama de flujo del proceso de producción de pantallas PDP.**

### II.3.3 Estado del mercado de PDP

El mercado de las pantallas planas de plasma está creciendo a una velocidad increíble. Se considera que los cargamentos de televisiones de PDP aumentarán en 30% cada año, generando 25 millones de unidades para el año 2010<sup>16</sup>.

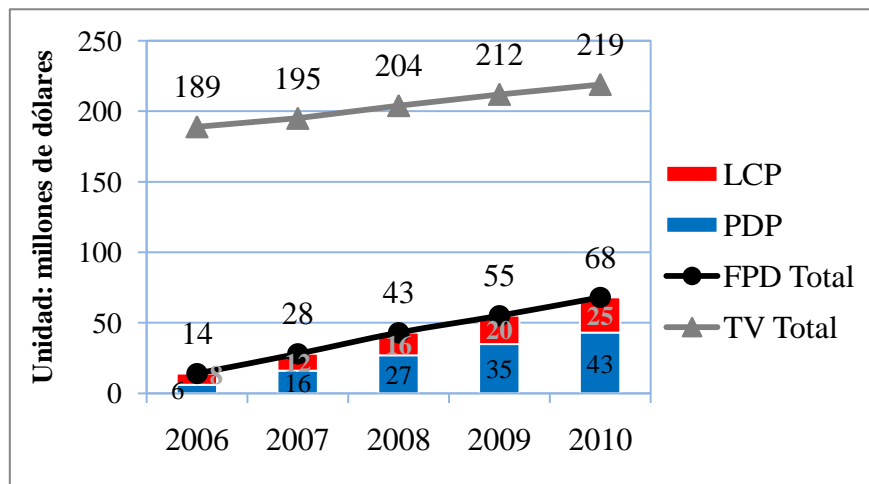
La investigación en desarrollo de pantallas pronostica que el mercado se incrementara por un 11.4% anual del 2006 al 2010, debido al incremento de la demanda de tamaños grandes de televisiones (mayor de 40 pulgadas) y al surgimiento de nuevos mercados multimedia. Esto aumentará por 16 billones de dólares en volumen para el 2010, Figuras 10 y 11<sup>17</sup>.



**Figura 14. Escala estimada de producción mundial de PDP 2006-2010, por modelo de pantalla.**

---

<sup>16</sup> <sup>17</sup> **Samsung.** SERIWorld. *Samsung Economic Research Institute.* [En línea] 2004-2009. [Citado el: 16 de Julio de 2009.] [www.seriworld.org](http://www.seriworld.org).



**Figura 15. Escala estimada de producción mundial de televisores 2006-2010, por tipo de pantalla**

#### II.4 Antecedentes

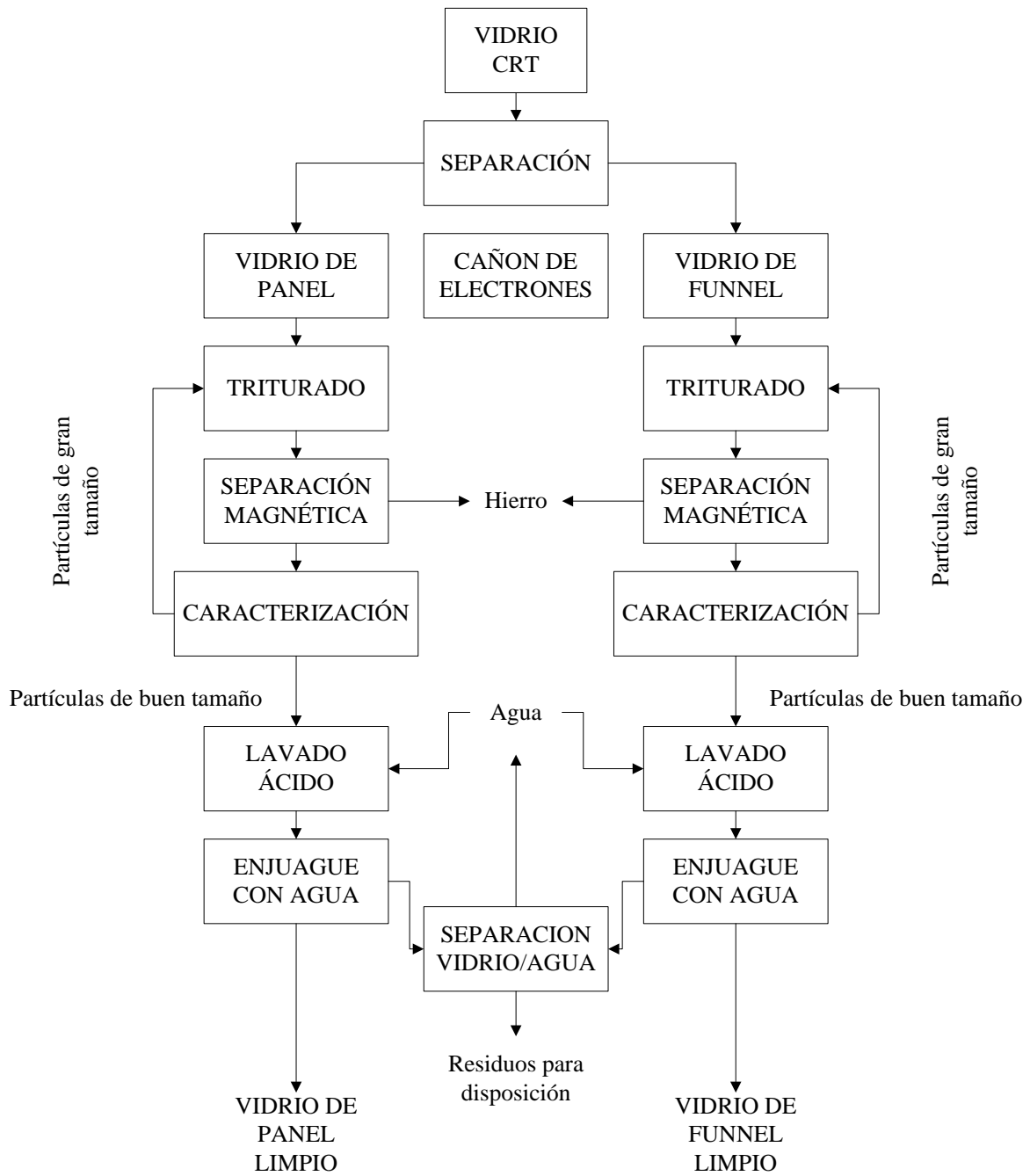
El vidrio PDP residual se dispone por confinamiento directo realizando un tratamiento de estabilización térmica. El material no es reciclado debido a la falta de tecnología necesaria para su recuperación.

Se tienen antecedentes de los procesos de recuperación del vidrio CRT. Estos métodos de reciclado no pueden ser empleados directamente en la recuperación de vidrio PDP para la remoción de las capas de recubrimiento, porque no contienen los mismos componentes químicos y el proceso de deposición de las capas de sustancias químicas en el vidrio PDP es diferente al proceso de recubrimiento del vidrio CRT.

El proceso de reciclado de CRT se describe en el diagrama de flujo de la figura 16<sup>18</sup>:

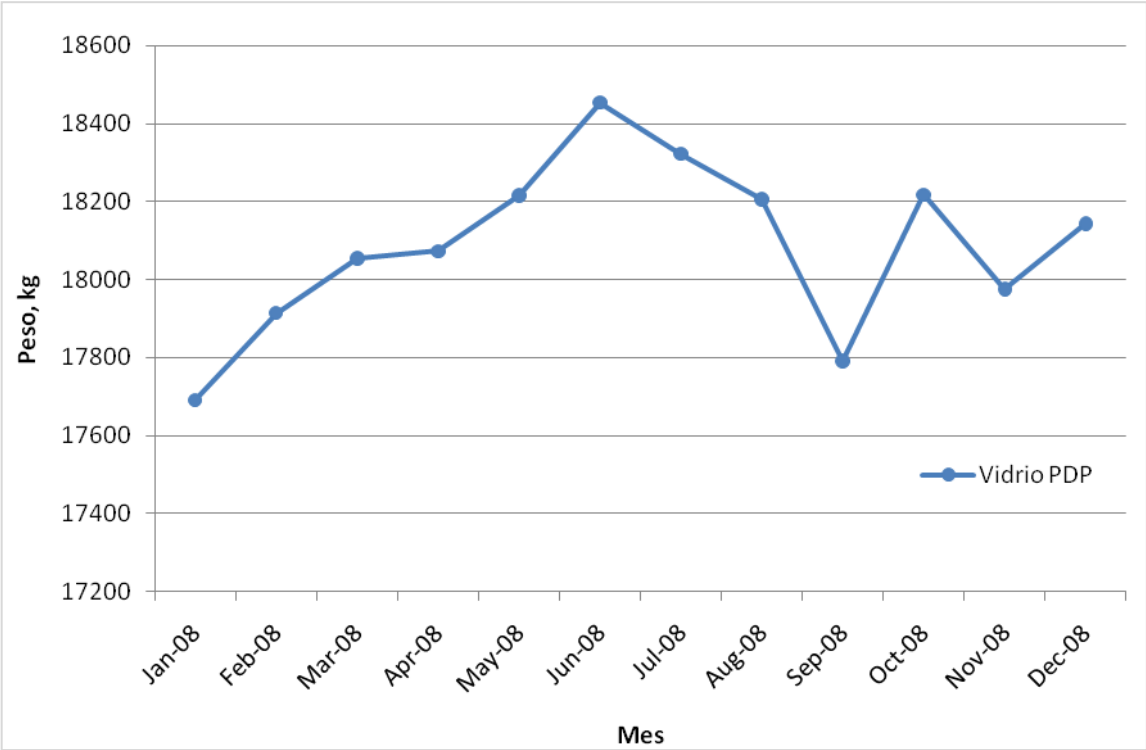
---

<sup>18</sup> Lee, Ching-Hwa y Hsi, Chi-Shiung. *Recycling of Scrap Cathode Ray Tubes*. 2005. págs. 69-75.



**Figura 16. Diagrama de flujo recomendado para el reciclaje de CRT.**

En la Figura 17 se muestra el comportamiento de la disposición de vidrio PDP residual de una empresa típica que produce televisiones de plasma de 50 pulgadas.



**Figura 17. Tendencia típica mensual de la generación y disposición de vidrio PDP residual 2008.**

### III. MATERIALES Y MÉTODOS

#### III.1 Materiales

Se sabe de antemano que la composición química de la pantalla PDP es  $\text{SiO}_2$  mayoritariamente, la cual es la base de los sistemas vitro-cerámicos; esto vuelve de vital interés al vidrio PDP considerado como un residuo, puesto que ahora podemos tomar en cuenta a este como una fuente de  $\text{SiO}_2$ , además de poder incorporar a los demás componentes de la pantalla a la matriz de los sistemas vitro-cerámicos propuestos en el presente trabajo.

Para esto es necesario realizar análisis químico cuantitativo y cualitativo de las pantallas PDP y de ahí poder conocer cuáles son los componentes de la misma y en qué proporción se encuentra cada uno de ellos.

Para el análisis de las pantallas se procedió como se describe a continuación:

1. Se molieron finamente muestras del vidrio PDP, por separado, tanto de la parte trasera como de la parte delantera.
2. Se tamizaron las muestras para tener solo partículas finas,
3. Se procedió a realizar análisis mineralógico.

De aquí partimos para plantear las formulaciones para nuestros sistemas vitro-cerámicos.

#### III.2 Desarrollo de los sistemas vitro-cerámicos

Se seleccionaron cuatro composiciones de materiales vitrocerámicos tradicionales;  $\text{SiO}_2$  –  $\text{Al}_2\text{O}_3$  – R en donde R = CaO, MgO, ZnO y CaO-ZnO, se utilizaron los residuos industriales

como sustituto de materia prima tradicional; SiO<sub>2</sub> con residuo de vidrio de pantalla PDP y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> con sales de aluminio y TiO<sub>2</sub> como agente nucleante.

En la Tabla 4 se ofrece el % p/p de cada componente.

**Tabla 4. Composición (% p/p) de sistemas vitrocerámicos**

	Vidrio residual SiO <sub>2</sub>	Residual de sales de Aluminio Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	ZnO	TiO <sub>2</sub>
<b>VC-1</b>	53.4	17.7	20.13	---	---	11.8
<b>VC-2</b>	42.8	30.2	---	14	---	13
<b>VC-3</b>	50.9	23.2	---	---	18.5	7.4
<b>VC-4</b>	53.4	17.7	10	---	7.8	11.8

Las materias primas seleccionadas se llevaron a molienda, mezcla y homogeneización, posteriormente a dos tratamientos térmicos; el primero de fusión-nucleación-crecimiento de cristales; 900°C/60min (eliminación de gases) + 1450°C/2hrs. (fusión) + 900°C/1hr. (Nucleación) + 1000°C/4hrs. (crecimiento de cristales) y el segundo a 900 °C/10hrs. a una velocidad de calentamiento de 5 °C/min.

La composición mineralógica de los materiales vitrocerámicos obtenidos fue determinada por medio de Difracción de Rayos –X, en todos ellos, se identifica claramente la presencia de fase vítrea por el fondo (banda ancha entre 10 ° y 15 ° en los materiales GC-1 y GC-4) y de SiO<sub>2</sub>. En la Figura 4 se ofrecen la serie de difractogramas de los materiales obtenidos después de aplicar un tratamiento térmico de 900 °C/10 Hs., tiempo considerado adecuado para formar las fases.

### III.3 Métodos

La determinación de las propiedades Químicas, Físicas y Tecnológicas de los materiales tanto cerámicos como vítreos, resulta esencial para interpretar el comportamiento y delimitar las aplicaciones de dichos materiales. El disponer de una caracterización micro-estructural completa requiere de múltiples y variados aspectos, como son: el tipo de elementos de que está constituido el material, el estado de oxidación, la naturaleza y la intensidad de su enlace, su índice de coordinación, el grado de orientación reticular, la posible existencia de heterogeneidades y su composición, el nivel de homogeneidades químicas y la distribución de los distintos componentes, el estado de la superficie y sus posibles alteraciones, el tamaño de grano, temperaturas de fusión y/o de sinterización lo más exacto posible, etc.

Dado que no existe un método específico para estudiar los materiales del tipo cerámico que pueda aportar esta serie de datos simultáneamente, es necesario recurrir a un conjunto de técnicas instrumentales que permitan obtener resultados para hacer un análisis y posterior evaluación del material elaborado. En este caso el campo de investigación es amplio y variado, para una caracterización más completa de los materiales obtenidos para evaluar la calidad y aplicaciones de estos materiales se han determinado:

- a) Caracterización Química
- b) Caracterización Mineralógica,
- c) Caracterización Micro-estructural.

### III.3.1 Caracterización Química

#### III.3.1.1 Fluorescencia de Rayos X

La fluorescencia de rayos X por energía dispersiva (EDXRF) es una técnica de muestreo versátil, rápida y no destructiva (en algunos casos en los que la penetración de los rayos X no fuera suficiente se requerirían cortes o pulidos, dependiendo también de la uniformidad de la muestra) relativamente nueva, que reconoce un gran número de elementos químicos (no compuestos químicos) y presenta los resultados en tiempo real, permitiendo decidir la necesidad de muestreo adicional ante resultados analíticos no concluyentes. Logra alcanzar unos límites de detección de hasta 0.002% (20 ppm).

La técnica EDXRF utiliza la emisión secundaria o fluorescente de radiación X que se genera al excitar una muestra con una fuente emisora de rayos X. La radiación X incidente o primaria expulsa electrones de capas interiores del átomo. Entonces, los electrones de capas más externas ocupan los lugares vacantes, y el exceso energético resultante de esta transición se disipa en forma de fotones: la llamada radiación X fluorescente o secundaria. Esta radiación de fluorescencia es característica para cada elemento químico. Por lo tanto, es posible identificar un elemento dentro del espectro de la muestra si se conoce la energía entre los orbitales atómicos implicados (longitud de onda). La concentración de cada elemento se detecta midiendo la intensidad de la energía asociada a cada transición de electrones. Es decir, la salida de un análisis EDXRF es un espectro que muestra la intensidad de radiación en función de la energía<sup>19</sup>.

---

<sup>19</sup> Beckhoff, B., Kanngießner, B., Langhoff, N., Wedell, R., Wolff, H., *Handbook of Practical X-Ray Fluorescence Analysis*, Springer, 2006.

### III.3.2 Caracterización Mineralógica

#### III.3.2.1 Difracción de Rayos-X

Los rayos-X son radiaciones en el espectro electromagnético de longitud de onda corta producida por la desaceleración de electrones de elevada energía o por transiciones electrónicas que implican electrones de los orbitales internos de los átomos. El intervalo de longitudes de onda de la espectroscopía de rayos-X convencional abarca la región de aproximadamente 0,1 Å a 25 Å. Los rayos-X para usos en experimentos de difracción se obtienen de varias maneras, la fuente más usual de rayos-X es el tubo de rayos-X (algunas veces llamado tubo de Coolidge) Figura 3, en donde se produce una colisión de un haz de electrones con un blanco metálico (cobre), y cuando el voltaje alcanza un determinado valor (potencial crítico, que depende del elemento del ánodo), al haz de electrones en los orbitales internos de los átomos<sup>20 21</sup>.

Las fuentes de rayos-X, producen un espectro continuo y otro discontinuo (líneas de rayos característicos). La radiación continua se llama también radiación blanca o frecuentemente "Bremsstrahlung", que proviene del alemán strahlung (que significa radiación), y brems (que significa frenar, es decir, desacelerar), la cual según el nombre se interpreta como: radiación que proviene de la desaceleración de partículas. La radiación

---

<sup>20</sup> **L. V. Azaroff**, *"Elements of X-ray Crystallography"*. John Wiley and Sons Inc. New York (1964).

<sup>21</sup> **Cuinier**, *"Theorie et technique de la radiocristallographie"*, Ed. Dunod, Paris (1964).

continua es el resultado de las colisiones entre los electrones del haz incidente y los átomos del material del blanco. En cada colisión, el electrón se desacelera y la energía que pierde el electrón aparece en forma de radiación como un fotón de energía de rayos-X siendo muchos de los fotones discretos cuyas longitudes de onda varían desde  $\lambda_{\min}$  hasta  $\lambda_{\infty}$  correspondiendo a las diferentes pérdidas de energía en los choques individuales.

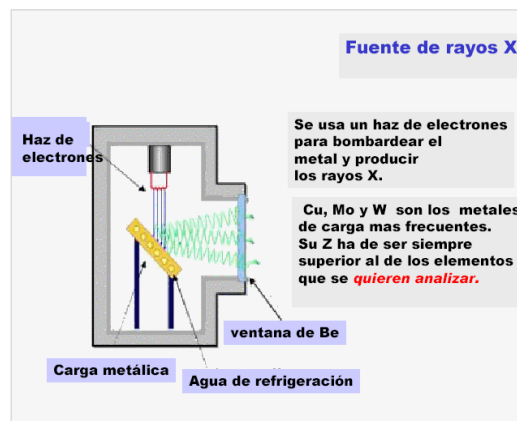


Figura 18. Esquema de un tubo de Rayos-X.

La energía del fotón será igual a la diferencia entre la energía cinética del electrón antes y después de la colisión. Esto se calcula mediante la siguiente expresión:

En donde:

$K$  = energía cinética inicial del electrón

$K'$  = energía cinética final del electrón

también se puede escribir como :

—

y la longitud de onda para el fotón es:

---

En donde:

h: cte. de Planck =  $6.62 \times 10^{-27}$  erg/seg

c: velocidad de la luz =  $3 \times 10^{10}$  cm/seg

e: carga del electrón =  $1.6029 \times 10^{-29}$  Coulomb

V: potencial de aceleración

Sustituyendo los valores numéricos, la ecuación queda:

La interacción entre el vector eléctrico de la radiación-X y los electrones de la materia por la que pasa da lugar a una dispersión. Cuando los rayos-X son dispersados por el entorno ordenado de un cristal, tienen lugar interferencias (tanto constructivas como destructivas) entre los rayos dispersados ya que las distancias entre los centros de dispersión son del mismo orden de magnitud que la longitud de onda de la radiación. El resultado es la difracción.

El método usado en este estudio se conoce con el nombre de difracción de rayos-X de polvo cristalino, el cual es el único método analítico que es capaz de suministrar información cualitativa y cuantitativa sobre los compuestos presentes en una muestra sólida.

En este método, la muestra cristalina se tritura hasta obtener un polvo fino homogéneo. Esto trae consigo, que el enorme número de pequeños cristales presenten orientaciones en todas las direcciones posibles; y por consecuencia, cuando un haz de rayos-X atraviesa el material, se esperaría que un número significativo de partículas esté orientado de tal manera

que cumpla la condición de Bragg para la reflexión para todos los espaciados interplanares posibles.

### III.3.2.1.1 Ley de Bragg

En 1912, W.L. Bragg estudió la difracción de rayos-X mediante el uso de cristales, mostrando que cada uno de los planos atómicos (capas) compuestos en los cristales, reflejan la radiación en la misma forma como la luz es reflejada por un espejo. Cuando un rayo-X alcanza la superficie de un cristal a cualquier ángulo  $\theta$ , una fracción es dispersada por la capa de átomos de la superficie. La fracción no dispersada penetra en la segunda capa de átomos donde otra vez una parte es dispersada y la que queda pasa a la tercera capa, (Figura 19).

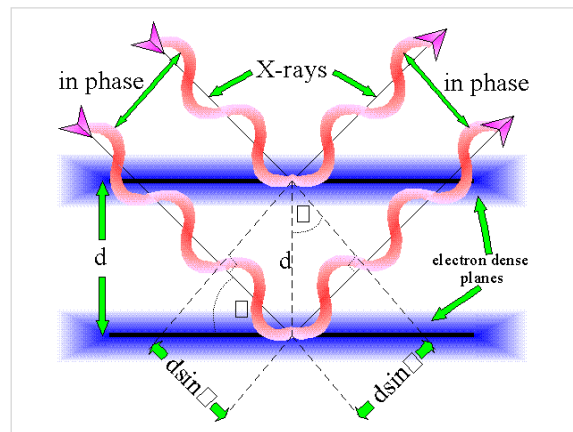


Figura 19. Difracción de rayos X por un cristal.

Si la distancia:

En donde:

$n$  = número entero

Y el valor de :

Entonces:

Y tendremos:

Ecuación de Bragg:

—

Hay que señalar que los rayos-X parecen ser reflejados por el cristal sólo si el ángulo de incidencia corresponde con los ángulos de Bragg, para que el haz reflejado esté en fase y nos dirija a una interferencia constructiva, se debe satisfacer la ley de Bragg. Las condiciones para la difracción de rayos-X consiste en 2 puntos: que la distancia entre capas de átomos sea aproximadamente igual a la longitud de onda de la radiación y que los centros de dispersión estén distribuidos en el espacio de forma muy ordenada

Para la identificación de un material completamente desconocido la difracción es rápida y sencilla. Una vez obtenido el difractograma se utiliza la base de datos con los archivos de difracción de polvos (Powder Diffraction File, Joint Comite on Powder Diffraction Standards, Swarthmore, USA) previamente conocidos como archivo ASTM, para la composición e identificación de las fases.

### III.3.3 Preparación de las muestras

La muestra cristalina se tritura en un mortero de ágata hasta obtener un polvo fino homogéneo, procediendo a extender la muestra en una placa plana (porta muestra) con un área de 1.5 cm y un espesor de 0.5 mm.

### III.3.4 Análisis de la microestructura

Los diversos aspectos que involucran la caracterización de los materiales están relacionados con la química, la estructura y su morfología. La caracterización química involucra identificar los elementos o compuestos, determinar su abundancia relativa, su composición química, su homogeneidad y la distribución de los elementos dentro del material. El análisis estructural permite identificar las fases presentes en el material y describir el arreglo atómico de varios elementos químicos dentro de las fases, además de obtener información sobre las dimensiones de la celda y el grado de cristalinidad. El estudio de la morfología provee una imagen de la estructura generalmente superficial del material como el tamaño, la forma y la distribución de las fases y de las impurezas, la micro porosidad, la naturaleza y la concentración de los defectos, las micro fracturas, la rugosidad superficial, entre otras.

### III.3.5 Microscopia Electrónica

La microscopia electrónica ofrece la solución a limitaciones de resolución que presenta el microscopio de luz visible. La longitud de onda de la radiación es menor a 1 Å (Amstrong), así que la resolución atómica puede ser posible. Cuando un haz de electrones acelerados, con energías desde unos cientos de eV hasta unas decenas de keV, incide sobre la superficie de la

muestra, un gran número de interacciones ocurren a nivel atómico y los patrones generados pueden ser transformados directamente en imágenes utilizando lentes apropiadas. Este haz de electrones puede ser estático o de barrido sobre la superficie de la muestra siguiendo una trayectoria de líneas paralelas.

Entre las radiaciones producidas de estas interacciones están los electrones secundarios, electrones retrodispersados, Rayos X, electrones Auger, y fotones de varias energías.

En microscopía electrónica se trabaja siempre en el vacío, esto se consigue con potentes bombas. Las presiones a las que se trabaja oscilan entre los  $10^{-7}$  y los  $10^{-10}$  Bar, es decir, se reduce la presión por debajo de una millonésima parte de la presión atmosférica. La columna debe estar lo más libre posible de moléculas de gas, esto se debe a que como se opera con electrones que viajan con una trayectoria prefijada desde la fuente hasta su destino es imprescindible que esta trayectoria no sea desviada por la presencia de átomos o moléculas que no sean las de la muestra a analizar, permitiendo obtener imágenes de gran resolución de superficies de materiales orgánicos, metálicos, biológicos, etc<sup>22</sup>.

### III.3.5 Microscopio Electrónico de Barrido (MEB)

En el Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) es necesario acelerar los electrones en un campo eléctrico, para aprovechar de esta manera su comportamiento ondulatorio, lo cual se lleva a cabo en el cañón del microscopio, donde se aceleran por una diferencia de potencial de 1,000 a 30,000 V.

---

<sup>22</sup> **T. G. Rochow, Ann M. Thomas, and Martin C. Botty** , *Electron Microscopy*, Anal. Chem., 1960, 32 (5), 92-103 (1960).

Los electrones acelerados por un voltaje pequeño son utilizados para muestras muy sensibles, como podrían ser las muestras biológicas sin preparación adicional, o muestras muy aislantes. Los altos voltajes se utilizan para muestras metálicas, ya que éstas en general no sufren daños como las biológicas, y de esta manera se aprovecha la menor longitud de onda para tener una mejor resolución. Los electrones acelerados salen del cañón, y son enfocados por las lentes condensadora y objetiva, cuya función es reducir la imagen del filamento, de manera que incida en la muestra un haz de electrones lo más pequeño posible (para así tener una mejor resolución). Con las bobinas deflectoras se barre este fino haz de electrones sobre la muestra, punto por punto y línea por línea<sup>23 24</sup>.

### **Microanálisis de Rayos X por Dispersión de Energías**

Cuando el haz incide sobre la muestra, se producen muchas interacciones entre los electrones del mismo haz, y entre los átomos de la muestra; puede haber por ejemplo, electrones rebotados como las bolas de billar. Por otra parte, la energía que pierden los electrones al "chocar" contra la muestra puede hacer que otros electrones salgan despedidos (electrones secundarios), y producir rayos-X, electrones Auger, etc. Para poder ver cada uno de estos "productos", se necesita un detector apropiado. El más común de éstos es el que detecta electrones secundarios, y es con el que se hacen la mayoría de las imágenes de microscopios de barrido. Si el laboratorio cuenta con suficientes recursos, se puede adquirir un detector que "vea" electrones rebotados (llamados retrodispersados). Se puede adquirir

---

<sup>23</sup>**Dykstra, M.** 1992. *Biological electron microscopy: theory, techniques and troubleshooting*. Plenum Press.

<sup>24</sup>**Víctor Poblete P.M. Pilleux C. Etal** (2001) *Ciencia De Los Materiales "Microscopia Electrónica de Barrido"* Universidad de Chile. Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas

también un detector de rayos-X, y aprovechar la característica de que los rayos-X tienen la "firma" del elemento que los produjo, y por lo tanto podemos hacer un análisis químico en áreas de la resolución del instrumento, esto es, del orden de 1 nm; además, con la ventaja de no tener que deshacer la muestra.

En el método de formación de imagen, como ya se mencionó, se hace barrer el haz sobre la muestra. Para ejemplificar el método, se supone que se comienza con la esquina superior izquierda, esto define la posición  $x$ ,  $y$ ; al mismo tiempo, nos fijamos en cuántos electrones secundarios recibe nuestro detector, y esto se registra como intensidad. Por lo tanto, en un tubo de rayos catódicos (monitor), "escribimos" en la esquina superior izquierda la intensidad que nos dio el detector. Ahora movemos el haz un poco hacia la derecha del primer punto, y se lee cuánta "intensidad" da el detector, esto lo "escribe" el monitor como intensidad en la posición derecha de la anterior. Así sucesivamente se barre toda el área de interés punto por punto y se escriben las intensidades, también punto por punto en el monitor de despliegue de imagen.

Cuando se termina el proceso, se vuelve a empezar, así podemos estar generando imágenes continuamente. La calidad de imagen que obtengamos va a depender de varios factores, entre ellos la rapidez con que hagamos el barrido, no damos tiempo a que haya una buena producción de electrones secundarios y por lo tanto la razón de señal a ruido es baja (esto es, poca señal en comparación al ruido); si por el contrario se hace el barrido muy lentamente, damos tiempo a que haya una buena cantidad de señal, y por lo tanto tenemos una imagen de mejor calidad.

La amplificación de la imagen en estos casos va a estar dada simplemente por la razón entre el tamaño de la imagen (en el monitor, o en la placa fotográfica) y el tamaño del área

barrida en la muestra. En los microscopios modernos, también existe la facilidad de guardar imágenes en memoria de circuitos integrados (memoria RAM), y por lo tanto, desplegarla y reproducirla a voluntad. Para aplicaciones más específicas, también se pueden guardar imágenes en discos flexibles, discos compactos, cinta, etc. De cualquier manera, siempre debe existir algún medio de reproducirlas en papel (como polaroid, impresión basada en negativo, etc.) para su eventual publicación.

El hecho de que la muestra a observar esté al vacío (para que los electrones no se pierdan por colisiones con las moléculas del aire), y además sea barrida con electrones nos limita a que las mismas deban estar secas y ser buenas conductoras de la electricidad. Lo anterior no es crítico cuando se observan metales, pero cuando se observan materiales aislantes o biológicos es necesario, a veces, cubrirlos con una capa conductora (por ejemplo de oro), si se desea tener imágenes de mejor calidad.

### III.3.6 Preparación de las muestras

La muestra se corta con disco aro de diamante y se lleva a un proceso de pulido utilizando paño de fibra con pasta de diamante de 6, 3 y 1  $\mu\text{m}$  de tamaño de grano, por espacio de 15 minutos en cada una de ellas. Posteriormente, se lleva a un ataque con HF al 3 % v por 5 minutos a fin de eliminar la fase vítrea presente en la superficie.

Cuando se desea visualizar una muestra en un microscopio electrónico de barrido ésta debe ser conductora ya que, de no ser así, se produce una acumulación de carga que desvía el haz electrónico y, como consecuencia, aparecen distorsiones en la imagen. Una solución a este problema es recubrir la muestra con una película conductora, de un espesor entre 10 y 25 nm. La técnica empleada para mejorar la conductividad de la muestra para su estudio al

microscopio electrónico de barrido es el recubrimiento por en Evaporador de Alto Vacío. Este proceso consiste en bombardear la superficie de un electrodo (blanco) con iones de gases nobles con el objetivo de extraer átomos de dicho electrodo para posteriormente depositarlos sobre un sustrato formando láminas delgadas o recubrimientos de metales puros o aleaciones, por lo general es Oro y se coloca sobre una cinta adhesiva de grafito. Para el presente proceso de caracterización, se utilizó un Microscopio Electrónico de Barrido JEOL JSM 5300 con resolución máxima de 4 nm. A un voltaje de 15 kV y una distancia de 15 mm. Acoplado un con detector para analizar elementos a partir del Carbono.

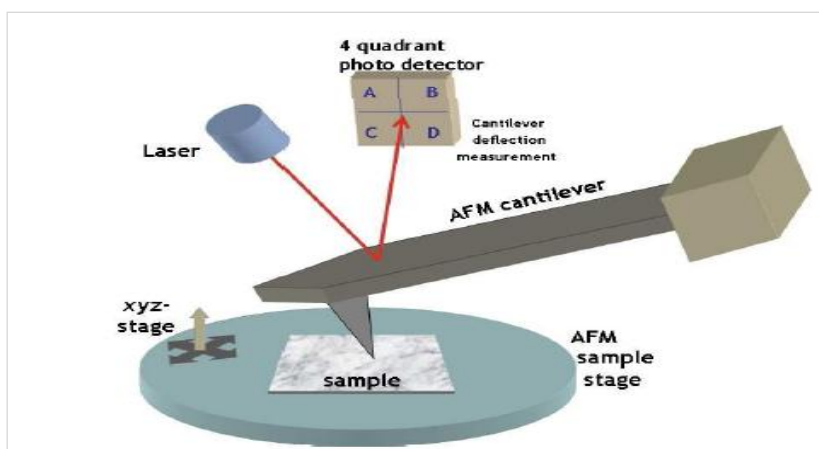
### III.3.7 Microscopia de Fuerza Atómica

Es una técnica capaz de detectar fuerzas del orden nanométrico. Al estar analizando las muestras, este equipo es capaz de registrar continuamente su topografía mediante una sonda o punta afilada de forma piramidal o cónica. La sonda va acoplada a un listón o palanca microscópica muy flexible. El microscopio de fuerza atómica ha sido esencial en el desarrollo de la nanotecnología, para la caracterización y visualización de muestras a dimensiones nanométricas ( $10^{-9}$  m=1nm).El microscopio de fuerza atómica puede sacar detalles de la superficie de partículas tan pequeñas como 100 nanómetros, una milésima parte de la anchura de un cabello humano.

Un microscopio de fuerza atómica (AFM) funciona de la siguiente manera: una micropunta rígida montada en el extremos de una pequeña viga en cantiléver se acerca de forma controlada hacia la superficie de la muestra a analizar. Sobre la superficie reflectora de la viga se hace incidir un haz de láser que al reflejarse es capturado por un fotodiodo. Manteniendo constante la fuerza de interacción entre la punta y la muestra, se procede a

realizar un barrido sobre la superficie<sup>25 26</sup>. En la figura 20 se ilustra el funcionamiento de un AFM en su interior.

La longitud del cantiléver es de 200  $\mu\text{m}$ , y tiene una punta muy aguda de cristal en el extremo. La muestra es movida en el barrido en las tres direcciones, mientras el cantiléver traza la superficie de la muestra en detalle. Todos los movimientos son controlados por computadora.



**Figura 20. Funcionamiento de un AFM en su interior.**

Este Microscopio utiliza múltiples modos de operación de acuerdo a las características físicas de la muestra y de las propiedades a medir. Existen varias técnicas de trabajo posibles como lo son:

---

<sup>25</sup> **Castañón Bautista Ma. Cristina**, *Monitoreo de los niveles de contaminación de material particulado en zonas rurales y urbanas del estado de Baja California*. Tesis. Doctorado, Universidad Autónoma de Baja California, 2008.

<sup>26</sup> **Villegas Chávez J. L**, *Incorporación de residuos de ingenio azucarero en materiales cerámicos*, Tesis Maestría, Universidad Autónoma de Baja California, 2011.

1. Técnicas de contacto: Este modo de barrido provee retroalimentación, en tanto que la repulsión entre el cantiléver y la muestra permanece constante. De la intensidad de la retro-alimentación se mide la altura. Este es el modo más común de barrido. En la figura 8 se muestran unas micrográficas analizadas por esta técnica en distintos compuestos materiales.
2. Técnicas de altura constante: En este modo de barrido la altura del cantiléver se mantiene constante durante el barrido. Se mide la torsión del cantiléver. Al no haber retroalimentación, es posible barrer a alta velocidad. . La imagen se genera con los datos de coordenadas x-y del barrido más el valor z de la deflexión del cantiléver.
3. Técnicas sin contacto: La punta se hace vibrar cerca de la superficie pero sin llegar a tocarla, y sin embargo se pueden medir fuerzas ya que actúan las fuerzas de Van der Waals. Estas fuerzas son pequeñas, y esto hace adecuada la técnica para estudiar materiales blandos o elásticos. Otra ventaja es que la punta al no tocar la muestra no la contamina.
4. Técnicas dinámica: Este modo provee retroalimentación, en tanto que la repulsión entre la muestra y el cantiléver (que vibra cerca del punto de resonancia) permanece constante. De la intensidad de la retroalimentación se mide la altura. Dado que hay poco "rozamiento" de la superficie, este modo es ideal para muestras que se mueven con facilidad.
5. Técnicas de repiqueteo. También llamado contacto intermitente, mide la topografía de la muestra tocando intermitentemente su superficie. Uno de los problemas que presenta la técnica AFM es el deterioro que ocasiona en algunas muestras por el arrastre

continuo de la punta sobre la superficie de la muestra. Para solventar este problema se utiliza una variante de la técnica AFM conocida popularmente como técnica de repiqueto. En esta aplicación, la punta está en intermitente contacto con la superficie a la vez que la barre. La variación de la amplitud de oscilación de la punta, debida a la amortiguación sobre la superficie es lo que se utiliza como señal de control.

6. Microscopía de tunelamiento: Es una técnica altamente sensitiva debido a la relación exponencial entre la corriente de tunelamiento y la distancia punta-muestra (es la interacción de electrones entre la punta y la muestra por efecto túnel) Con esta técnica se monitorea una muestra en modo de altura constante o corriente constante. Esta técnica se utiliza para detectar la superficie de muestras conductoras exclusivamente.
7. Litografía: Se emplea una punta especial para grabar información sobre la superficie de muestra. Se pueden observar metales, semiconductores, cerámicos, materiales orgánicos, polímeros de alto peso molecular muestras biológicas sin necesidad de un revestimiento previo, y la imagen de la superficie se puede obtener con una magnificación de varios millones de veces. La resolución es de menos de 1 nm en los tres ejes.

#### III.4 Descripción del proceso por áreas de producción

El proceso de recuperación del vidrio es un proceso por lotes que se lleva a cabo en 5 etapas. Para comparar equipos con la descripción, podemos irnos al diagrama de las Figuras 21 y 22.

**Área 100:** En el área 100 tenemos 5 equipos principales y sus auxiliares. El equipo F-110 es una tolva de almacenamiento; en esta se recibe y almacena el material que se va a

procesar para su recuperación. De este equipo se envía hacia el reactor R-130 por medio de una banda transportadora, la cual está etiquetada como el equipo auxiliar I-142. R-140 es un reactor por lotes recubierto de material cerámico y con calentamiento por medio de una resistencia, en el cual el vidrio es bañado por agua regia. Como se necesita agitación y calentamiento para hacer más eficiente la remoción de las capas en el vidrio, el agua se administra en chorros a presión, y es calentada por medio de la resistencia eléctrica. El agua regia se encuentra almacenada en el equipo de almacenamiento F-120, el cual está diseñado para soportar la capacidad corrosiva del agua regia, y esta se provee al reactor por medio de la bomba L-141, la cual es un equipo etiquetado como auxiliar al reactor. Una vez llevada a cabo la remoción de las capas de recubrimiento que tiene el vidrio, este se lleva por medio de la banda transportadora I-151, al equipo de lavado D-150 donde se remueve el ácido que queda en el vidrio por medio de un enjuague con agua, para ser mandado por medio de la banda transportadora I-153, al área 200 de producción. La bomba L-152, es un equipo auxiliar que tiene la función de drenar la solución ácida generada en el lavador y enviarla a una tratadora de aguas que se encuentra en el área 500. En esta parte del proceso, consideramos importante agotar al máximo la capacidad corrosiva del agua regia, así que recirculamos el 90% del agua regia utilizada, esto por medio de la bomba L-132, que la envía al almacén temporal F-130 para su posterior utilización.

Durante el proceso de remoción de las capas de recubrimiento en el vidrio con agua regia, se generan vapores corrosivos que no se deben liberar a la atmósfera, son entonces estos conducidos por medio del ventilador G-144 hacia el lavador de gases tipo Venturi H-145, en el cual son tratados con agua para remover los ácidos del vapor. En este equipo se forma otra

solución ácida que es enviada a la planta de tratamiento por medio de la bomba L-146. Los vapores libres de ácidos se pasan a la chimenea A-213 para ser liberados a la atmosfera.

**Área 200:** El área 200 es un equipo de secado que lleva a cabo la función de retirar el agua del vidrio salido del primer lavado, así como del segundo lavado, este equipo se diseña para dar servicio a las áreas 200 y 300 del proceso, puesto que el vidrio tratado necesita ser secado dos veces antes de pasar al área 400. El secador funciona auxiliado por un ventilador, G-211, que toma aire del ambiente y lo pasa a través de resistencias eléctricas en el horno para ser calentado. El aire evapora el agua que lleva el vidrio debido a los lavados, este vapor de agua se libera al ambiente.

Al llevar a cabo el primer secado del vidrio que viene del lavador D-150, se comienza a desprender de este los residuos que quedan de la capa de recubrimiento del vidrio que no fueron removidos por el agua regia, estos terminan de desprenderse en el segundo lavado, que se lleva a cabo en el área 300.

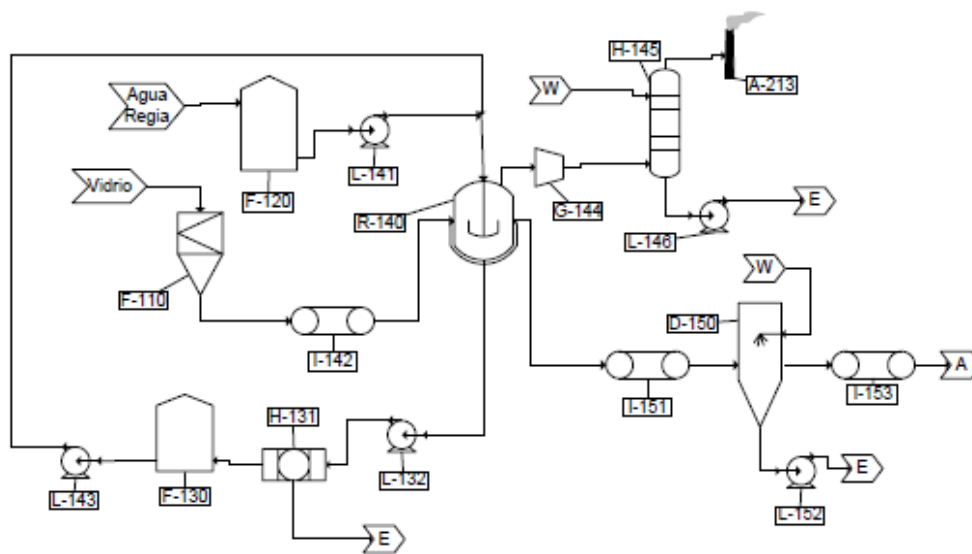
**Área 300:** En el área 300 tenemos el 2do lavador, el equipo D-310, el cual termina de remover los residuos del vidrio por medio de chorros de agua a presión. Estos residuos se drenan junto con el agua por el fondo del equipo lavador, se pasan a un filtro y después el agua se manda a tratamiento en el área 500. El vidrio que sale de este lavador por medio de la banda transportadora I-312, pasa de nuevo al secador, el cual retira el agua del lavado y lo deja listo para pasar al área 400.

**Área 400:** En el área 400 se lleva a cabo el molido del vidrio ya limpio, este proceso se realiza en el molino C-410, el cual es un molino de rodillos, el polvo obtenido en este proceso

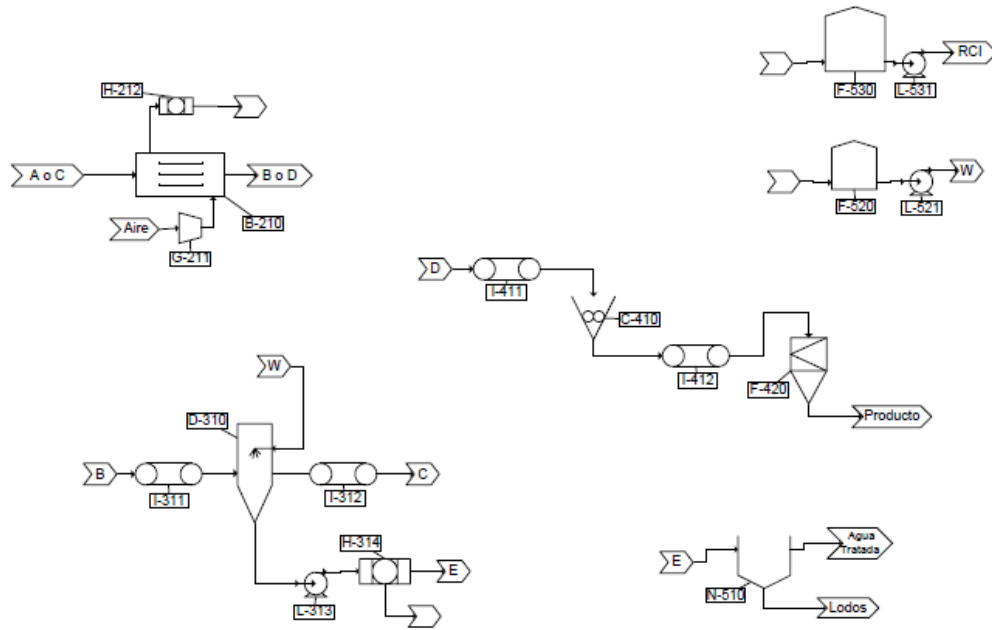
es el producto final obtenido en nuestro proceso, este polvo se lleva a la tolva de almacenamiento F-420 por medio de la banda transportadora I-412.

**Área 500:** El área 500 es de servicios, cuenta con un tanque clarificador H-510, para tratar aguas residuales generadas en el proceso, este a su vez cuenta con una bomba de servicio K-511, una banda bomba K-512 para lodos.

#### III.4.1 Diagramas de Flujo



**Figura 21. Diagrama de proceso para la recuperación de residuos peligrosos sólidos.**



**Figura 22. Diagrama de flujo de las áreas de servicio y soporte al proceso principal.**

### III.4.2 Lista de bienes y servicios

En la tabla 5 se provee el número de identificación correspondiente a cada uno de los equipos de proceso, el nombre del mismo, así como una breve descripción del equipo.

Tabla 5. Lista de equipos principales, de servicios y auxiliares.

Identificación de Equipo	Nombre	Descripción
<b>F-110</b>	Tolva para MP	Tolva para el almacenamiento de materia prima.
<b>F-120</b>	Tanque de agua regia.	Tanque de almacenamiento de agua regia. Capacidad: 60m <sup>3</sup>
<b>F-130</b>	Tanque de recirculado	Tanque de almacenamiento de recirculado de agua regia.
<b>F-420</b>	Tolva de producto	Tolva para almacenamiento de vidrio molido (producto).
<b>F-520</b>	Tanque para agua	Tanque para almacenamiento de agua de proceso:
<b>F-530</b>	Tanque RCI	Tanque de almacenamiento de agua para la red contra incendios.
<b>R-140</b>	Tanque de reacción	Tanque donde se lleva a cabo la reacción para remover las capas en el vidrio a recuperar.
<b>B-210</b>	Túnel de secado	Túnel de secado por convección para secar las piezas de vidrio después de

		los dos lavados.
<b>D-150</b>	Equipo de lavado 1	Equipo para remover con agua los residuos de agua regia del vidrio después del proceso de reacción.
<b>D-310</b>	Equipo de lavado 2	Equipo para remover los residuos de recubrimiento del vidrio que comienzan a desprenderse después del primer secado.
<b>C-410</b>	Molino de rodillos	Molino para la molienda de vidrio.
<b>I-142</b>	Banda transportadora	Banda para el transporte de materia prima hacia el reactor.
<b>I-151</b>	Banda transportadora	Banda para el transporte de vidrio después del proceso de reacción, hacia el primer lavado.
<b>I-153</b>	Banda transportadora	Banda para el transporte de vidrio del primer lavado hacia el secador.
<b>I-311</b>	Banda transportadora	Banda para el transporte de vidrio del primer secado hacia el segundo lavado.
<b>I-312</b>	Banda transportadora	Banda para el transporte del segundo lavado hacia el segundo secado.
<b>I-411</b>	Banda transportadora	Banda para el transporte de vidrio del segundo secado hacia el molino.
<b>I-412</b>	Banda transportadora	Banda para el transporte de vidrio salido del molino hacia la tolva de almacenamiento de producto terminado.
<b>L-132</b>	Bomba	Bomba para agua regia de recirculación.

<b>L-141</b>	Bomba	Bomba para alimentación de agua regia hacia el reactor.
<b>L-143</b>	Bomba	Bomba para alimentación de recirculado hacia el reactor.
<b>L-146</b>	Bomba	Bomba para dren de lavador de gases tipo Venturi.
<b>L-152</b>	Bomba	Bomba para dren del primer lavado.
<b>L-313</b>	Bomba	Bomba para dren de segundo lavado.
<b>L-521</b>	Bomba	Bomba para alimentación de agua a equipos de lavado.
<b>L-531</b>	Bomba	Bomba para red contra incendios.
<b>A-147</b>	Chimenea	Chimenea para conducir los gases generados durante el proceso de tratamiento.

La distribución de la planta se muestra en la Figura 23, con la ubicación de las diversas áreas de la compañía. El espacio necesario para la producción es de 500 m<sup>2</sup>, de oficinas 200 m<sup>2</sup> y 2500 m<sup>2</sup> de áreas externas para el almacén de materia prima, producto terminado, tanques, estacionamientos y jardines.

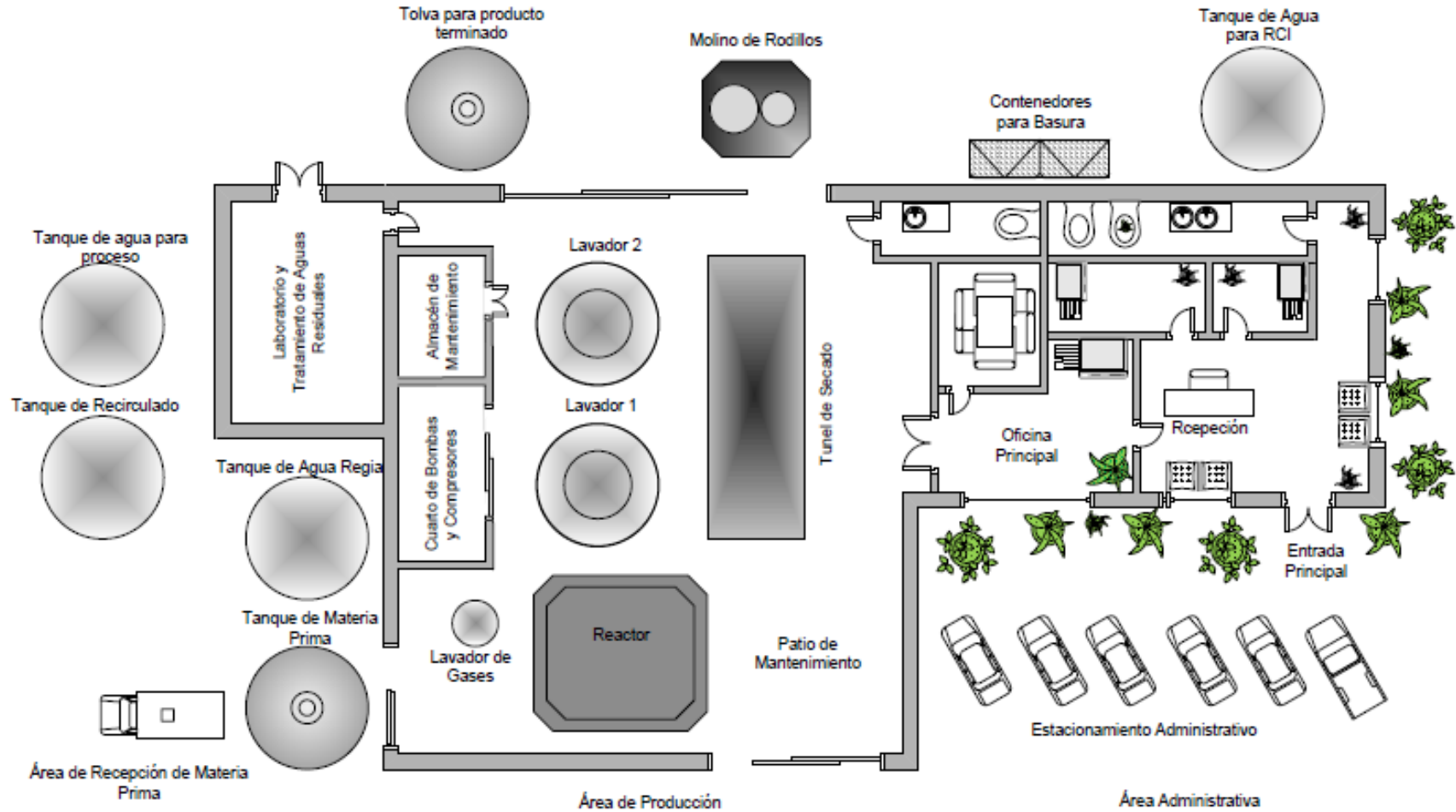
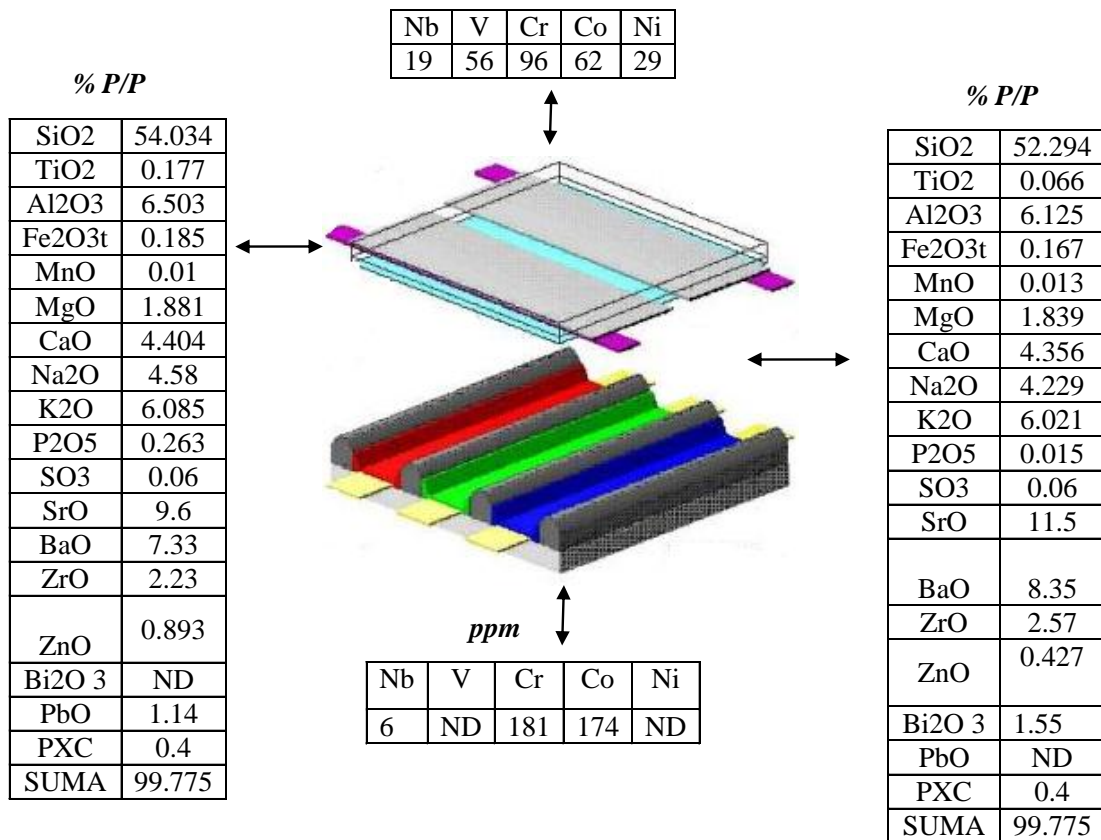


Figura 23. Distribución de la planta.

## IV. RESULTADOS Y DISCUSIONES

### IV.1 Composición Química de residuo de vidrio

El residuo de vidrio de pantalla PDP pulverizado, por medio de la técnica de Fluorescencia de Rayos-X se determina la composición química. En la Figura 3, se presentan los compuestos y elementos identificados en cada vidrio; frontal predomina en mayoría los compuestos de SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO, BaO, Na<sub>2</sub>O y K<sub>2</sub>O y trasero se tiene a SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO, BaO, SrO, Na<sub>2</sub>O y K<sub>2</sub>O.



**Figura 24. Diagrama básico de los componentes de una pantalla PDP.**

A la vista de los resultados de la composición porcentual de SiO<sub>2</sub> en ambos residuos de vidrio, se puede considerar el utilizarlos de igual forma por lo cual se procede a realizar una mezcla homogénea de ambos residuos y se utilizan en las formulaciones seleccionadas.

#### **IV.11 Materiales Obtenidos**

Los materiales obtenidos, en principio presentaron una apariencia vítrea, clara y en la mayoría, se aprecia un material de brillante debido a la elevada presencia de fase vítrea, se sometieron los sistemas a dos tratamientos térmicos a fin de evaluar el crecimiento de cristales y verificar las fases cristalinas presentes en su composición, para verificar si el sistema supera la fase vítrea.

#### **Composición mineralógica**

La composición mineralógica de los materiales vitrocerámicos obtenidos fue determinada por medio de Difracción de Rayos X, en todos ellos, se identifica claramente la presencia de fase vítrea por el fondo - banda ancha entre 10° y 15° en los materiales VC-1 y VC-4) y de SiO<sub>2</sub>. En la Figura 25 se ofrece el difractograma del material obtenido después de aplicar un tratamiento térmico de 900°C/10 h., tiempo considerado adecuado para formar las fases cristalinas; VC-1 Larnita [Ca<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>] y Marwinita [Ca<sub>3</sub>Mg(SiO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>]. El sistema donde se utilizó como agente nucleante MgO, genera una material con una ligera tendencia de cristalización, persistiendo la fase vítrea residual. Se identifica SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub> como Andalusita y MgSiO<sub>3</sub> en clinostatita, Al<sub>3</sub>SiO<sub>4</sub> como aluminato de silicio y CaAl<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>8</sub> como aluminosilicatos de calcio, las fases se definen conforme se incrementa la temperatura (Figura 26) De acuerdo al difractograma mostrado en la Figura 27, el material vitrocerámico, presenta fases cristalinas de silicato de potasio, Jadeite (NaAlSiO<sub>2</sub>O<sub>6</sub>), Mullita (Al<sub>6</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>13</sub>) y Zincita ( ZnO). La Figura 28 muestra el

patrón de difracción de Rayos X del material VC-4 donde se identifica la presencia de inicio de fases cristalinas, en  $\text{SiO}_2$  en forma de cristobalita y Melanophlogita,  $\text{TiO}_2$  como Rutilo,  $\text{Al}_2(\text{SiO}_4)_3$  y  $\text{Na}_2\text{Si}_3\text{O}_7$ , Silicato de sodio, sobre una zona vítrea (identificada por la banda-fondo ancho entre  $10^\circ$  y  $15^\circ$ ).

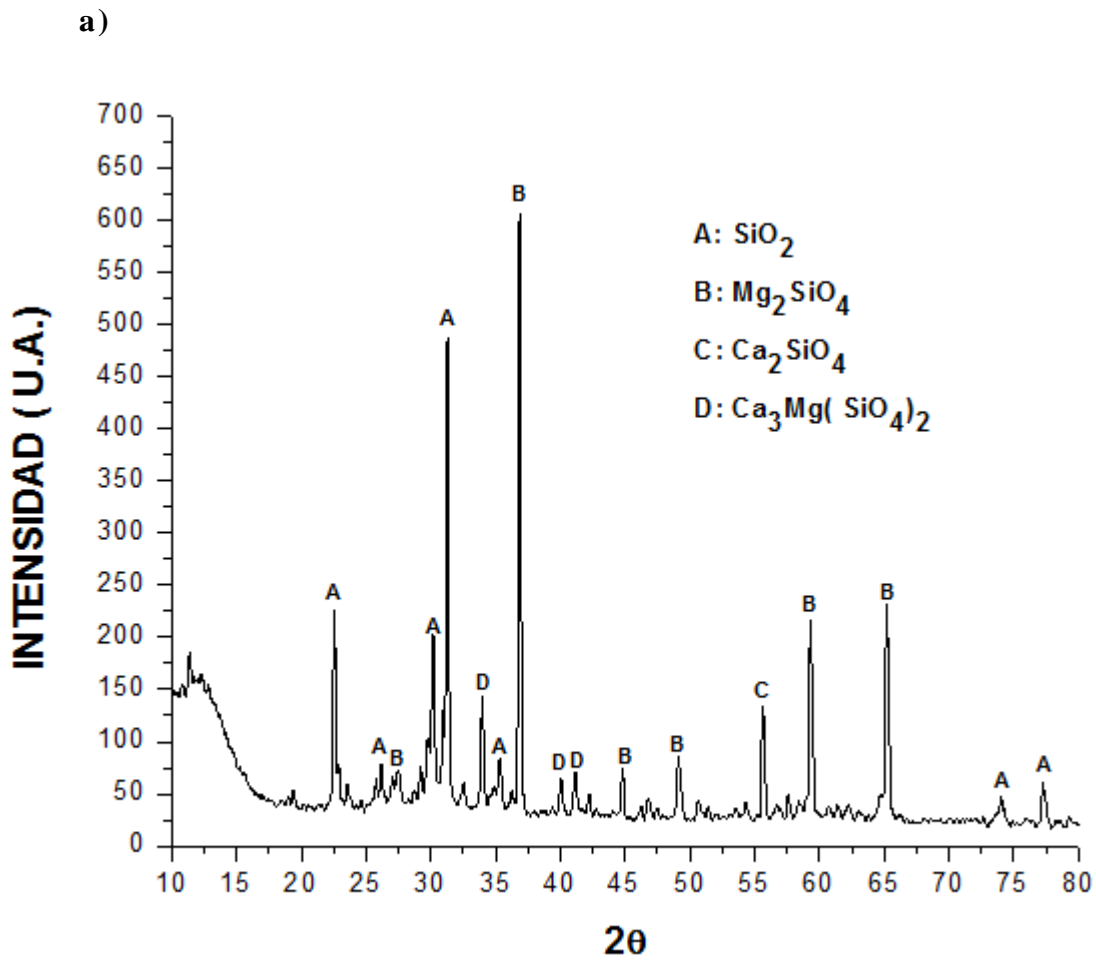


Figura 25. Difractograma (DRX) de material elaborado VC-1

b)

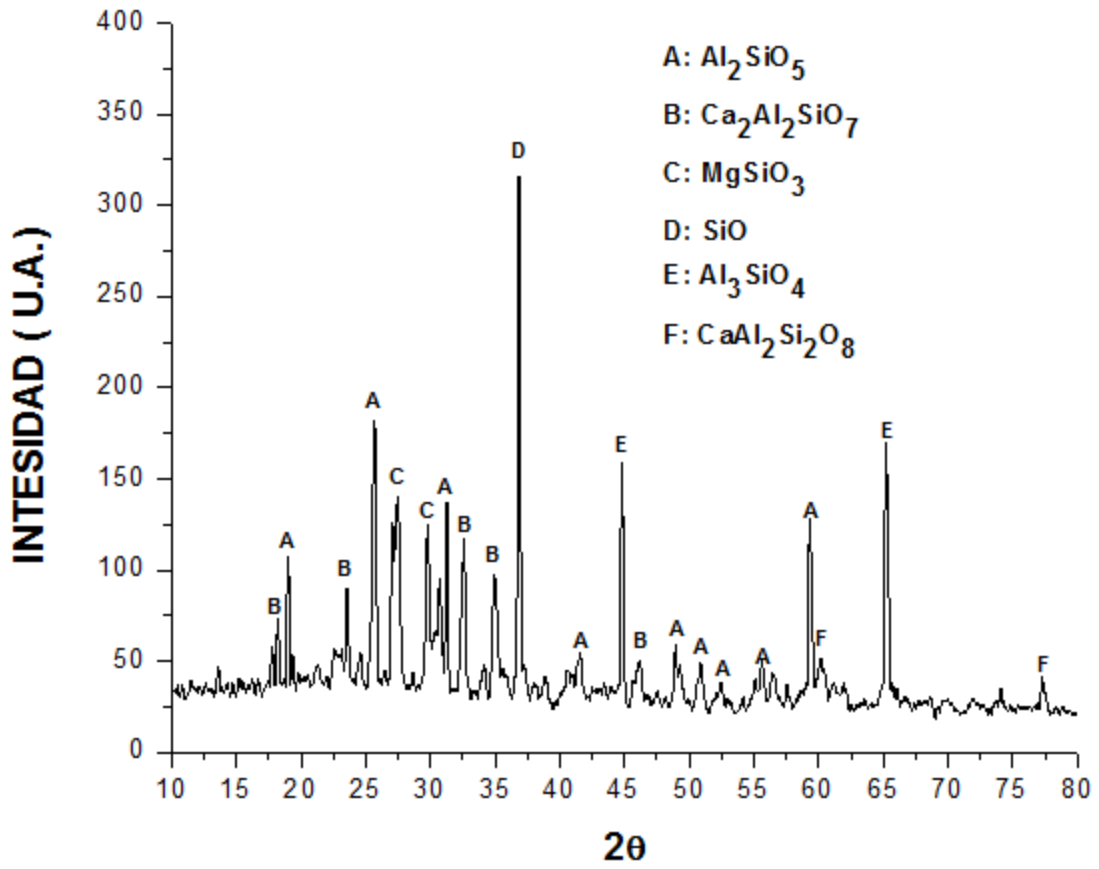


Figura 26. Difractograma (DRX) de material elaborado VC-2

c)

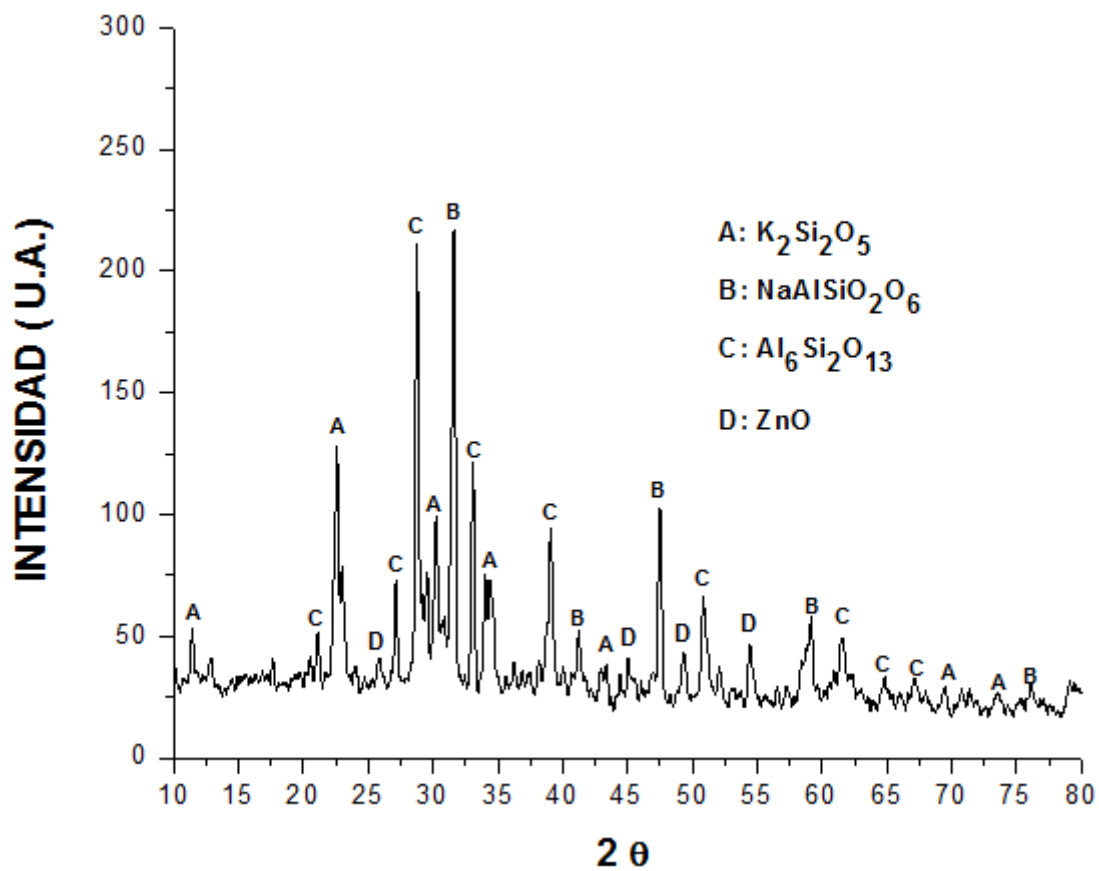
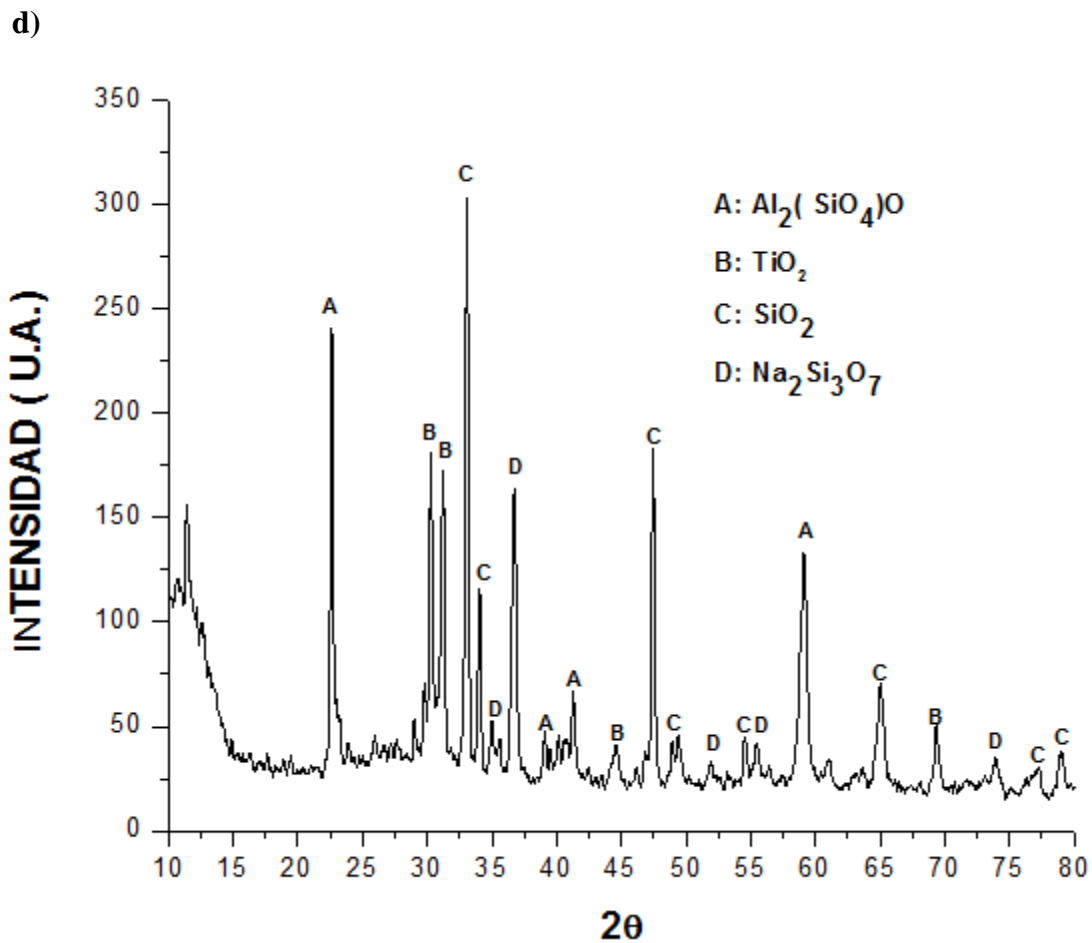


Figura 27. Difractograma (DRX) de material elaborado VC-3



**Figura 28. Difractograma (DRX) de material elaborado VC-4**

En la Tabla 6 se presenta un resumen de las fases cristalinas identificadas

**Tabla 6. Resumen de Fases cristalina identificadas**

Material	Fases cristalinas
VC-1	Larnita [ $\text{Ca}_2\text{SiO}_4$ ] y Marwinita [ $\text{Ca}_3\text{Mg}(\text{SiO}_4)_2$ ]
VC-2	Óxido de silicio vítreo [ $\text{SiO}$ ], Andalusita [ $\text{Al}_2\text{SiO}_5$ ], y Clinoenstatita [ $\text{MgSiO}_3$ ] Aluminato de Silicio [ $\text{Al}_3\text{SiO}_4$ ] y Aluminosilicatos de Calcio [ $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ ]
VC-3	Silicato de Potasio, Jadeite [ $\text{NaAlSi}_2\text{O}_6$ ], Mullita [ $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$ ] y Zincita [ $\text{ZnO}$ ]
VC-4	Cristobalita y Melanophlogita [ $\text{SiO}_2$ ], Rutilo [ $\text{TiO}_2$ ], Silicato de; Aluminio [ $\text{Al}_2(\text{SiO}_4)\text{O}$ ] y Sodio [ $\text{Na}_2\text{Si}_3\text{O}_7$ ].

## IV.2 Caracterización morfológica

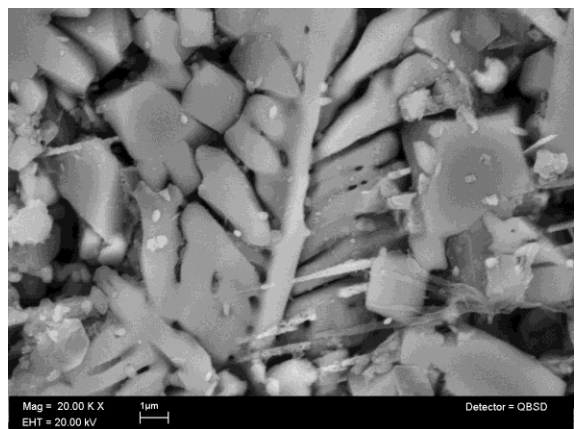
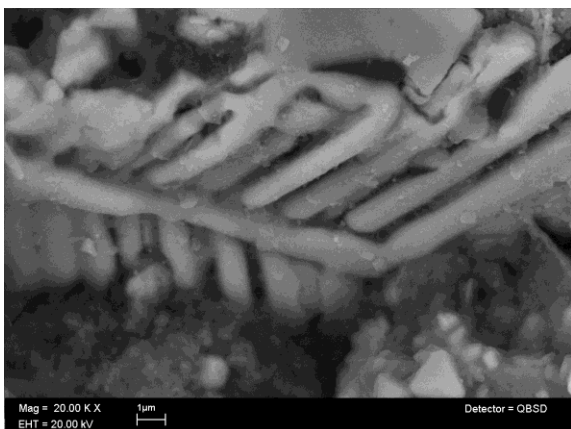
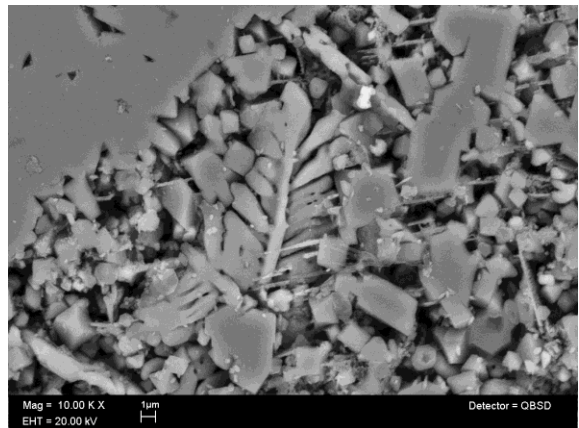
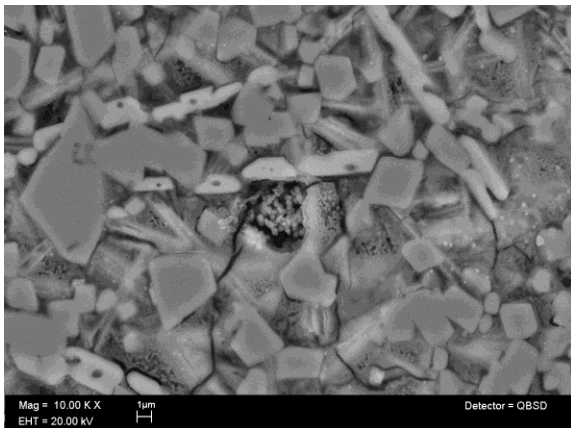
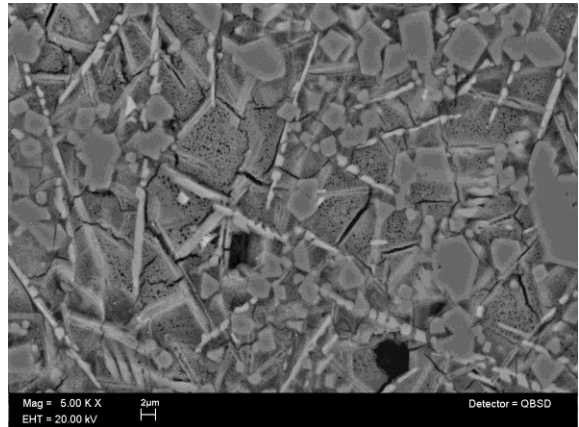
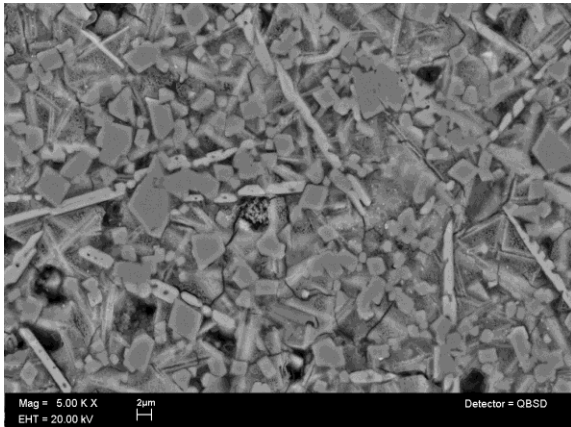
El análisis de la morfología de los materiales obtenidos se realizó por medio de Microscopia Electrónica de Barrido, la cual permite evaluar el proceso de cristalización en cada sistema y variedad en las formas presentarse la serie de cristales, en donde todos esos están interconectados por una fase vítrea formada principalmente por  $\text{SiO}_2$ . Tres materiales como son VC-1, VC-3 y VC-4, conformados con elementos alcalinotérreos de CaO y ZnO presentan una cristalización de tipo dendrítica y poliédrica el sistema que contiene MgO; VC-2. En todos los sistemas se aprecia una cristalización homogénea y se ha agregado  $\text{TiO}_2$  como agente nucleante, presentado una mejor proceso de cristalización los sistemas que contienen ZnO.

La Figura 29, ofrece una serie de micrografías del material del sistema  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CaO}$ , se puede apreciar la variedad de fase cristalina sobre la superficie del material ubicando cristales de en corte transversal que se aprecian en forma longitudinal y a mayores aumentos (20,000) se identifican hábitos de cristalización dendríticos, así como de tipo poliédrico, en general los tamaños son mayores de 1 micra y como es de apreciar, las dendritas presentan un mayor tamaño lo cual es de esperar ya que es una cristalización extendida, que tiende a incrementar el tamaño del cristal. Es pertinente mencionar que una vez que la cristalización en al 100 %, se obtiene superficie totalmente idéntica. El material elaborado no presenta una completa, es un vitrocerámico que se genera a partir de un material vítreo, se puede apreciar fase vítrea que interconecta los diferentes cristales a menores aumentos (5000 y 10000).

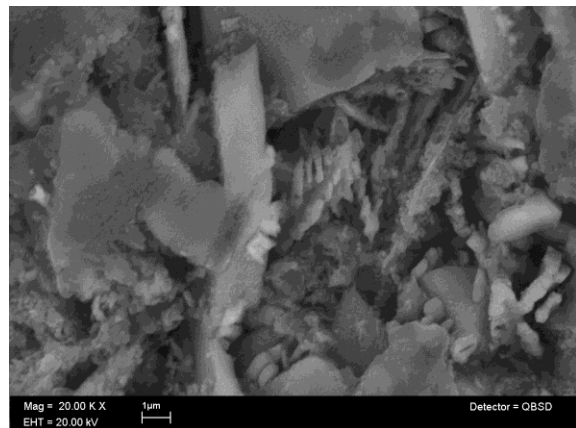
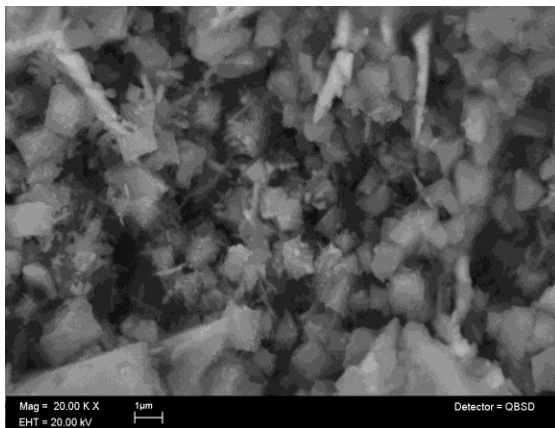
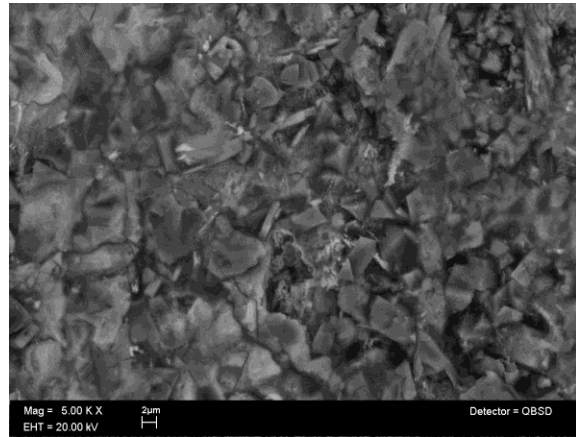
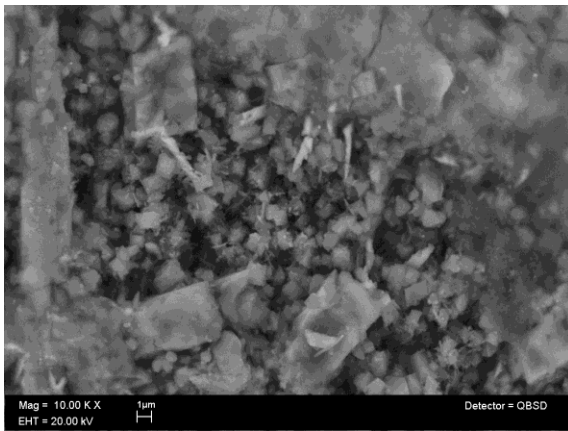
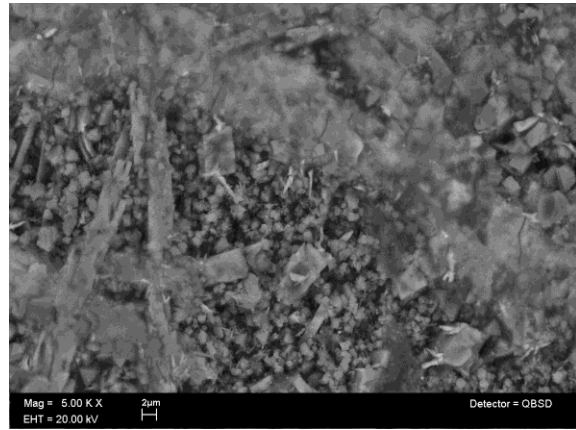
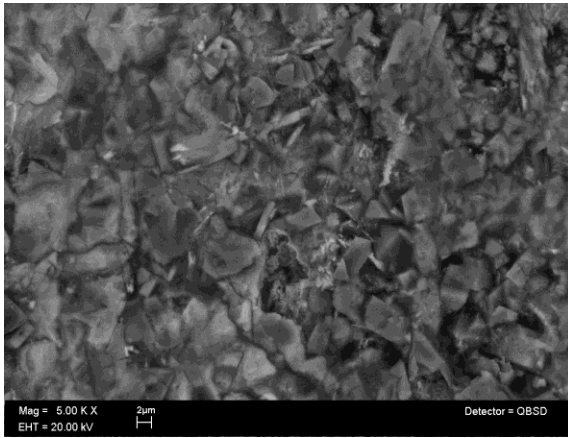
En el sistema  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$  se presenta una cristalización de tipo poliédrica y mayor presencia de fase vítrea, se corrobora la información obtenida por el fondo del Difractograma (DRX). Se aprecian cristales de menor tamaño, un promedio de 1 micra. La zona difusa superficial, corresponde a fase vítrea que no fue eliminada por medio del ataque de HF en su totalidad. La Figura 30 permite dar seguimiento al proceso de cristalización a diferentes aumentos.

El sistema  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-ZnO}$  genera un material con una forma de cristalización de tipo dendrítica direccionada perpendicular, no se observan cristales de hábito poliédrico, se puede considerar homogénea, con presencia de fase vítrea (por DRX se observa de igual forma un fondo en el difractograma que es indicativo de dicha fase) como se aprecia en la serie de micrografías que se ofrecen en la Figura 31.

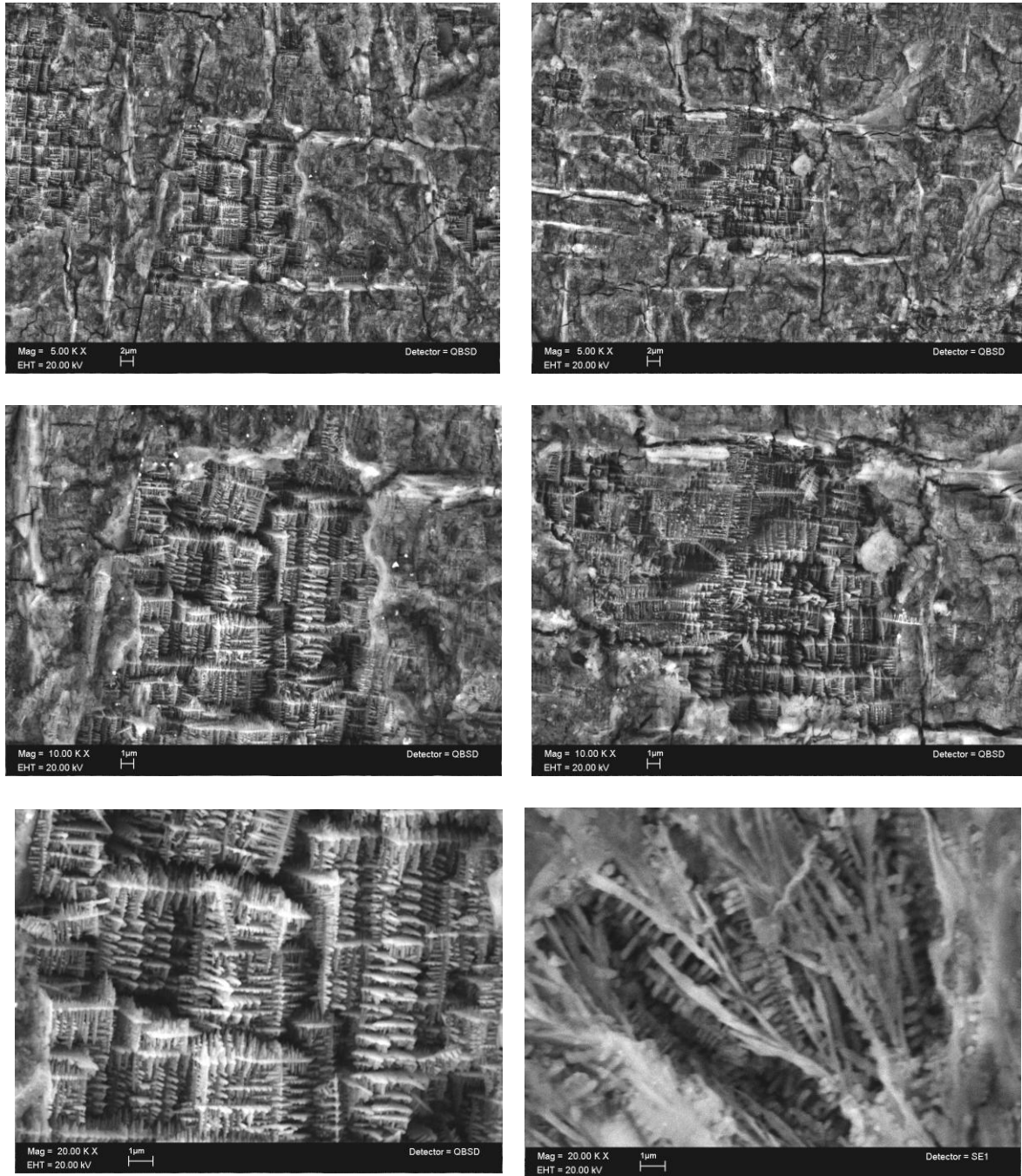
Finalmente, el sistema  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CaO-ZnO}$ , que es una combinación de dos tierras alcalinotérreas presentan un material que repiten el hábito dendrítico de cristalización y de presencia de cristales de poliédricos perfectamente definidos en cuanto a tamaño y forma, como se puede observar en la Figura 32.



**Figura 29. Micrografías (MEB) de sistema  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CaO}$ , tratado a  $900^\circ\text{C}/10\text{ h}$ .**



**Figura 30. Micrografías (MEB) de sistema  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$ , tratado a  $900^\circ\text{C}/10\text{ h}$ .**



**Figura 31. Micrografías (MEB) de sistema  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-ZnO}$ , tratado a  $900^\circ\text{C}/10\text{ h}$ .**

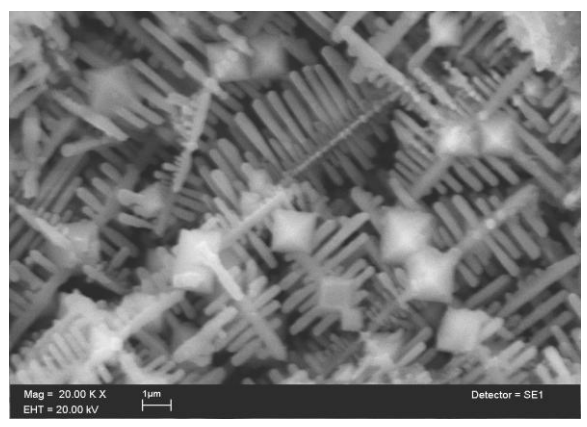
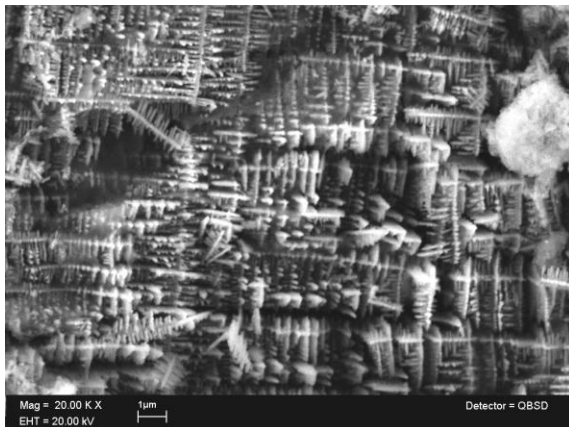
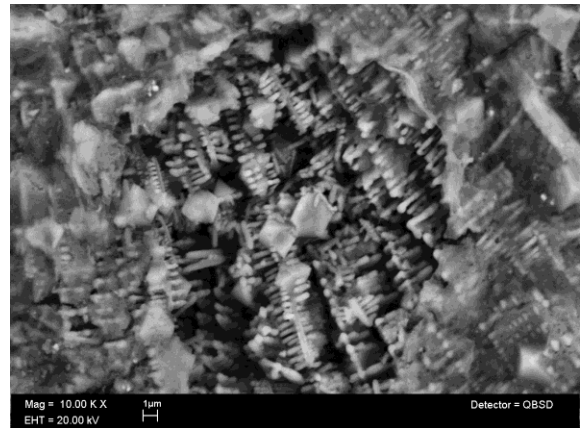
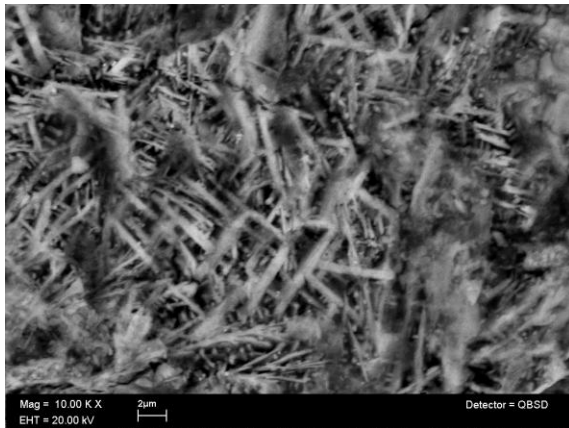
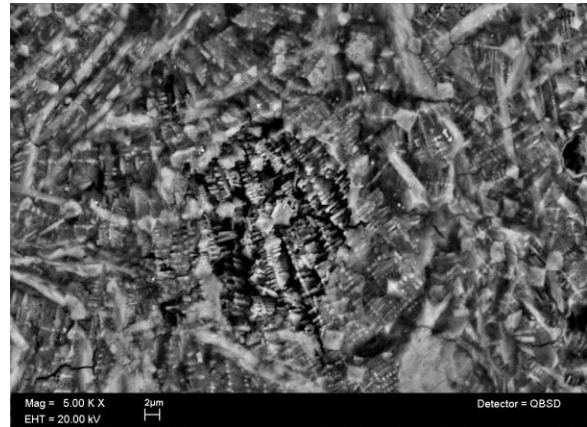
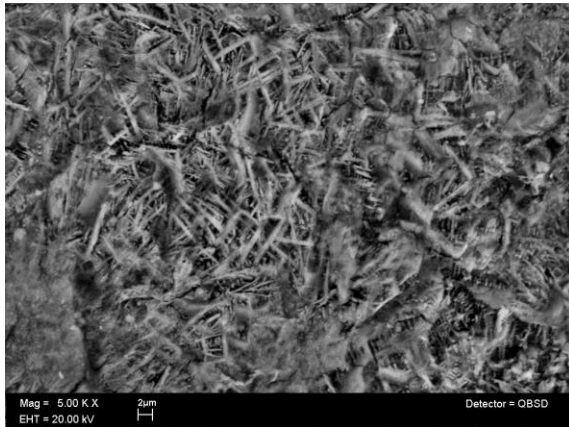


Figura 32. Micrografías (MEB) de sistema  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CaO-ZnO}$ , tratado a  $900^\circ\text{C}/10\text{ h}$ .

## V. CONCLUSIONES

En la actualidad, el vidrio residual PDP no es aprovechado, no existen procesos para su reutilización o recuperación adecuados, por tanto se pierde el 100% de su valor comercial; este pasa a estabilización térmica y confinamiento en zonas especialmente determinadas para ello.

Con el proceso de fabricación de materiales vitrocerámicos aquí realizado, es factible utilizar estos residuos de pantallas PDP, debido a su composición, como fuente de  $\text{SiO}_2$ , componente necesario para el proceso de sinterización, así como de otros componentes también útiles.

De acuerdo a los resultados obtenidos en el proceso de reutilización del vidrio residual PDP, se pudo ver de manera satisfactoria la viabilidad de utilizar este vidrio como fuente alterna de  $\text{SiO}_2$  en el proceso de fabricación de materiales vitrocerámicos, por ende se partió de estos resultados favorables, a realizar el diseño de una planta para llevar a cabo, a nivel industrial, la reutilización del mismo.

Procediendo conforme a la metodología propuesta por Ulrich<sup>27</sup>, se eligieron las operaciones unitarias necesarias para el procesamiento del vidrio residual. Se hicieron todas las consideraciones ya antes mencionadas en el apartado de métodos.

Con el uso de los residuos de pantalla PDP como fuente de silicio en los sistemas vitrocerámicos diseñados en esta investigación, se comprueba que dichos residuos son reutilizables y se pueden incorporar a la fabricación de diversos materiales vitrocerámicos,

---

<sup>27</sup>**Gael D. Ulrich, Palligarnai T. Vasudevan** *Chemical Engineering Process Design and Economics a Practical Guide* 2nd Edition; EUA 2004.

reduciendo la cantidad de residuos que son confinados como peligrosos, aprovechando su composición química y además reincorporándolos al mercado, por lo cual no pierden su valor comercial.

El proceso de recuperación de residuos peligrosos de pantallas PDP fue diseñado pensando principalmente en los efectos adversos al ambiente que en este es capaz de causar, por lo que al utilizar como materia prima los residuos peligrosos de diversos procesos productivos se garantiza el uso sustentable de los materiales al retornarlos a la industria.

El diseño propuesto para la planta presenta una manera viable de tratar los residuos de las pantallas PDP, permitiendo su reincorporación al sistema productivo. Este diseño satisface las necesidades básicas para el tratamiento del vidrio, y ofrece la capacidad de poder tenerlo disponible como materia prima. Este diseño se realizó en base a procedimientos llevados a cabo a nivel laboratorio, donde se prueba la factibilidad de reutilizar el vidrio residual PDP, los datos obtenidos se tomaron como base y punto de partida para el diseño; la integración del residuo a la cadena producción-consumo es la idea final de esta investigación.

Como recomendación última, los residuos que son generados en este proceso pueden ser manejados en una Planta de Tratamiento de Aguas Residuales (PTAR) para cumplir con los requerimientos legales ambientales y para optimizar esta actividad, ya que se pueden recuperar los metales regulados para disponerlos como materia prima para otras industrias, teniendo así una mayor reintegración del residuo de pantallas PDP al sistema de producción, y aumentando la sustentabilidad del proceso.

## VI. BIBLIOGRAFÍA

**Beckhoff, B., Kanngießer, B., Langhoff, N., Wedell, R., Wolff, H.,** *Handbook of Practical X-Ray Fluorescence Analysis*, Springer, 2006.

**Castañón Bautista Ma. Cristina,** *Monitoreo de los niveles de contaminación de material particulado en zonas rurales y urbanas del estado de baja california*. Tesis. Doctorado, Universidad Autónoma de Baja California, 2008.

**Cuiniér,** “*Theorie et technique de la radiocristallographie*”, Ed. Dunod, Paris (1964).

**Dykstra, M.** 1992. *Biological electron microscopy: theory, techniques and troubleshooting*. Plenum Press.

**Gael D. Urich, Palligarnai T. Vasudevan** *Chemical Engineering Process Design and Economics a Practical Guide* 2nd Edition; EUA 2004.

**L. V. Azaroff,** “*Elements of X-ray Crystallography*”. John Wiley and Sons Inc. New York (1964).

**Lee, Ching-Hwa y Hsi, Chi-Shiung.** *Recycling of Scrap Cathode Ray Tubes*. 2005. págs. 69-75.

**LGEEPA.** *Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente*. México : Diario Oficial de la Federación 5 julio 2007.

**LGPGIR.** *Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos*. México : Diario Oficial de la Federación 19 junio 2007.

**Lucas Hernández Hernández, Claudio González Pérez,** *Introducción al Análisis Instrumental*, Ed. Ariel, pp 45 - 63 (2002).

**RLGPGIR.** *Reglamento de la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos*. México : Diario Oficial de la Federación 11 diciembre 2006.

**Ryley, James.** *FreePatentsOnline.com*. [En línea] 2004-2009. [Citado el: 16 de Julio de 2009.] [www.freepatentsonline.com](http://www.freepatentsonline.com).

**Samsung.** SERIWorld. *Samsung Economic Research Institute*. [En línea] 2004-2009. [Citado el: 16 de Julio de 2009.] [www.seriworld.org](http://www.seriworld.org).

**Skoog, D. A. y West, D. M.** *Fundamentos de química analítica*. 4a edición. EUA : Reverté, 1996.

**T. G. Rochow, Ann M. Thomas, and Martin C. Botty ,** *Electron Microscopy*, Anal. Chem., 1960, 32 (5), 92-103 (1960).

**U. W. Arndt, B. T. M. Willis,** “*Single Crystal Diffractometry*”. Cambridge University Press, Cambridge (1966).

**Víctor Poblete P.M. Pilleux C. Etal** (2001) *Ciencia De Los Materiales “Microscopia Electrónica de Barrido”* Universidad de Chile. Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas.

**Villegas Chávez J. L.**, *Incorporación de residuos de ingenio azucarero en materiales cerámicos*, Tesis Maestría, Universidad Autónoma de Baja California, 2011.