EXTESTIAD AUTONOMA DE NUEVO LEON FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS



"ESTUDIO DEL PROCESO DE CRISTALIZACION DEL SISTEMA BINARIO SIO ZAO SINTETIZADO POR EL METODO DE SOL-GEL"

TESIS

COMO REQUISITO PARCIAL PARA
OBTENER EL GRADO DE MAESTRIA
EN CIENCIAS
CON ESPECIALIDAD EN INGENIERIA CERAMICA

POR:

DANIEL HECTOR AGUILAR TREVINO

MONTERREY, N. L.

FEBRERO DE 1998

TM

Z 1 F

1 3



UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON

FACULTAL DE CIENCIAS QUIMICAS



ESTUDIO DEL PROCESO DE CRISTALIZACION DEL SISTEMA BINARIO SIO - ZIO SINTETIZADO POR EL METODO DE SOL-GEL

TESIS

COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRIA EN CIENCIAS CON ESPECIALIDAD EN INGENIERIA CERAMICA

POR

DANIEL HECTOR AGUILAR TREVING

MONTERREY N L FEBRERO DE 1998

TM 25521 FCQ 1998 A3

0119-96760



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN.

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS.



"ESTUDIO DEL PROCESO DE CRISTALIZACIÓN DEL SISTEMA BINARIO SiO₂-ZrO₂ SINTETIZADO POR EL MÉTODO DE SOL-GEL"

TESIS

COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER
EL GRADO DE MAESTRIA EN CIENCIAS
CON ESPECIALIDAD
EN INGENIERIA CERÁMICA.



Por

DANIEL HÉCTOR AGUILAR TREVIÑO.

MONTERREY, N.L.

FEBRERO DE 1998.

"ESTUDIO DEL PROCESO DE CRISTALIZACIÓN DEL SISTEMA BINARIO SiO₂-ZrO₂ SINTETIZADO POR EL MÉTODO DE SOL-GEL"

		,			
APRO)RAC	'ION	DF.	T.A	TESIS:

DR.	LUIS	CA	RLOS	TOF	RE	s GO	NZÁ	LEZ.
	ASES	OR '	V DIR	ECT	OR	DE T	ESIS	3.

DRA. PATRICIA QUINTANA OWEN.
CO-ASESOR Y SINODAL.

DRA. LETICIA M. TORRES GUERRA.
REVISOR Y SINODAL.

DR. ANTONIO FERNÁNDEZ FUENTES.
REVISOR Y SINODAL.

M.C. MARTHA A. SÚAREZ HERRERA.

COORDINADORA DE LA ESCUELA DE GRADUADOS EN CIENCIAS.

DEDICATORIA:

A mi padre:

Profr. Daniel Aguilar Silva.

A mi madre y mejor amiga:

Profra. Laura Alicia Treviño García.

AGRADECIMIENTOS.

La realización de este trabajo de tesis no hubiese sido posible sin la colaboración desinteresada de un gran número de compañeros y amigos que me apoyaron durante las diversas etapas de elaboración de la misma. Por medio de este escrito quisiera hacer público mi más sincero agradecimiento hacia ellos; especialmente a: I.Q. Yadira González y M.C. Lorena Garza por su ayuda con en el análisis térmico; Q.I. Ma. del Pilar Rosado e Ing. Arturo Leal durante la medición de área superficial BET; Ing. Omar Garza, I.Q.A. Lorena Cruz, e I.M. Eyleen Hidalgo, durante el análisis por SEM; I.Q. Norma López durante el uso de la caja seca, e I.Q. Leopoldo Treviño durante el refinamiento de parámetros de celda.

Al comité académico y de revisión de este trabajo por enriquecer su contenido con sus valiosos comentarios y sugerencias, especialmente a la Dra. Leticia Torres Guerra, al Dr. Antonio Fernández Fuentes, y al Dr. Azael Martínez de la Cruz.

A mi asesor principal el Dr. Luis Carlos Torres, por haber depositado su confianza en mí y permitirme la libertad para seguir mi propio estilo durante la realización de esta tesis.

Muy especialmente, a mi co-asesora, Dra. Patricia Quintana Owen, por su invaluable ayuda, pero sobre todo, por su paciencia durante la etapa de escritura.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por el apoyo brindado a este trabajo a través del proyecto Ref. 1139P-A9507; y hacia mi persona por medio del programa nacional de becarios de Maestría en Ciencias.

RECONOCIMIENTOS.

Por medio de este escrito quiero hacer un reconocimiento a todas las personas quienes, de alguna u otra forma, influyeron en mí persona para que pudiera llevar a buen término esta tesis.

A mis padres: Profra. Laura Alicia Treviño García y Profr. Daniel Aguilar Silva; quienes me han apoyado en todo desde que inicié esta etapa en mis estudios, y sobre todo, durante la etapa de escritura de esta tesis.

A todos mis amigos y compañeros de CIDEMAC, quienes me demostraron su apoyo e interés, especialmente a: Ale, Aza, Isaías, Lore, Maestra Aracely, Nabel, Dr. Nelson, Dra. Paty, Yadira y a mis compañeros de generación: Claudia y Edgar.

A todos mis "cyberfriends" que siempre me enviaron porras durante la escritura de este trabajo y buenos deseos en su culminación.

A mis buenos amigos Graciela, Norma y Polo por hacer mucho más agradable y llevadero el proceso de elaboración de esta tesis.

Especialmente a dos amigas muy especiales para mí: Raquel y Paty, gracias por todo.

A todos ustedes mi mas sincero reconocimiento.

Daniel H. Aguilar Treviño.

ÍNDICE.

Resumen.	1
1. Introducción.	
1.1 Generalidades	3
1.2 Antecedentes	4
1.3 Proceso Sol Gel	9
1.3.1 Generalidades	9
1.3.2 Ventajas y aplicaciones del método sol-gel	12
1.3.3 Alcóxidos de metales de transición	13
1.3.4 Efecto del catalizador	13
1.3.5 Estructura de los productos de condensación	14
1.3.6 Síntesis de multicomponentes	14
1.4 Objetivo del trabajo	15
2. Experimental.	
2.1 Métodos de síntesis	
2.1.1 Reactivos y materiales utilizados	17
2.1.2 Síntesis sol-gel	18
2.1.3 Síntesis de SiO ₂ puro	19
2.1.4 Síntesis de ZrO ₂ puro	21
2.1.5 Síntesis de las mezclas con composición	
(x) ZrO_2 (1-x) SiO_2	23
2.1.6 Molienda y tratamiento térmico de los polvos	29

2.2 Métodos experimentales de caracterización	30
2.2.1 Análisis térmico diferencial (DTA) y análisis	
termogravimétrico (TGA)	30
2.2.2 Difracción de rayos x, método de polvos	31
2.2.3 Microscopía electrónica de barrido y análisis	
elemental EDXA	32
2.2.4 Medición de área específica BET multipunto	33
3. Resultados.	
3.1. Análisis realizados	38
3.2. Difracción de rayos x	38
3.2.1 SiO ₂ puro	39
3.2.2 Región rica en SiO ₂	4 0
3.2.3 Silicato de Zirconio	4 5
3.2.4 Región rica en ZrO₂	47
3.2.5 ZrO ₂ puro	56
3.3. Análisis térmico diferencial (DTA) y análisis	
termogravimético (TGA)	5 <i>7</i>
3.3.1 Composiciones ZrO ₂ (20) SiO ₂ (80)	
$y \operatorname{ZrO}_2(40) \operatorname{SiO}_2(60)$	57
3.3.2 Composiciones ZrO ₂ (60) SiO ₂ (40)	60
3.3.3 Composición ZrO ₂ puro	62
3.4 Obtención de los parámetros de celda de la fase tetragonal	65
3.5 Área superficial BET multipunto	69
3.6 Microscopía electrónica de barrido	71
3.6.1 SiO ₂ puro	71
3.6.2 Zona de coexistencia de ZrO ₂ amorfo y SiO ₂ amorfo	76

3.6.3 Zona de coexistencia de ZrO ₂ tetragonal y SiO ₂ amorfo	81
3.6.4 Zona de existencia de silicato de zirconio	84
3.6.5 ZrO ₂ puro	88
3.7 Discusión: Análisis del proceso de cristalización en	
el sistema ZrO ₂ -SiO ₂	92
3.7.1 SiO ₂ puro	92
3.7.2 ZrO ₂ puro	94
3.7.3 Zona de coexistencia de ZrO2 amorfo y SiO2 amorfo	96
3.7.4 Zona de coexistencia de ZrO2 tetragonal y SiO2 amorfo	99
3.7.5 Zona de coexistencia de ZrO ₂ monoclínico	
y SiO ₂ amorfo	100
3.6.1 Zona de formación de silicato de zirconio	101
4. Conclusiones.	104
5. Bibliografía.	107

Resumen.

En el presente trabajo de investigación se estudió el diagrama de fases binario SiO₂-ZrO₂, sintetizado por el método de sol-gel; haciendo énfasis en el análisis del proceso de cristalización en el sistema, identificación de las fases presentes, determinación de las zonas de coexistencia de fases, temperaturas de cristalización y de transformación.

Se sintetizaron diversas composiciones dentro del sistema, en el intervalo de 0 a 100 % de ZrO₂ en SiO₂, las cuales fueron sometidas a un tratamiento térmico desde 100 °C hasta 1400 °C. Los productos se caracterizaron por: difracción de rayos x en polvos, análisis térmico diferencial/termogravimétrico simultáneos, microscopía electrónica de barrido, análisis elemental EDXA y medición de área superficial BET.

Se determinaron cinco regiones de coexistencia de fases, las cuales se presentan inicialmente como fases amorfas, cristalizando posteriormente la fase tetragonal del óxido de zirconio. El estudio demostró que la adición de óxido de silicio favorece la estabilidad térmica de la zona de coexistencia de fases amorfas y produce un incremento en la temperatura de cristalización de la fase tetragonal del óxido de zirconio. Además se determinó que la fase tetragonal de ZrO₂ sintetizada presenta parámetros de celda similares a un óxido de zirconio estabilizado con 3% molar de óxido de itrio.