

4. CONCLUSIONES

4. Conclusiones.

En este trabajo de tesis se estudió el diagrama de fases binario SiO_2 - ZrO_2 sintetizado por el método de sol-gel, determinando el proceso de cristalización, regiones de coexistencia de fases, estabilidad térmica y de transformación en todo el intervalo de composiciones. A partir de los resultados obtenidos podemos concluir lo siguiente:

- 1.- La región de coexistencia de fases amorfas se presenta en un intervalo de composición hasta del 90 % de óxido de zirconio, observándose que el rango de estabilidad térmica se incrementa con el aumento de la proporción de SiO_2 presente.
- 2.- En todo el intervalo de composiciones, la cristalización inicia con la fase tetragonal de óxido de zirconio. La temperatura de cristalización disminuye al incrementarse el contenido de óxido de zirconio, hasta 100 °C con 98 % de ZrO_2 .
- 3.- Los parámetros de celda de la fase tetragonal del óxido de zirconio sintetizada son similares a los del óxido de zirconio tetragonal estabilizado con óxido de ytiro (3 % molar).
- 4.- La estabilidad de la fase tetragonal de ZrO_2 aumenta drásticamente al adicionar pequeñas cantidades de óxido de silicio.

5.- En el rango de composiciones con un contenido mayor de 80 % de óxido de zirconio, se presenta una zona de coexistencia de la fase monoclinica de ZrO_2 con el óxido de silicio amorfo, indicando la transformación polimórfica del óxido de zirconio tetragonal.

6.- En la composición estequiométrica $ZrSiO_4$, la reacción de formación se inicia a temperaturas cercanas a 1200 °C , mucho menores que la requerida al utilizar el método cerámico tradicional sin el uso de mineralizantes.

7.- El cambio de la morfología con respecto a la variación de la temperatura muestra que, en la región de fases amorfas los granos presentan propiedades vítreas; en la zona de silicato de zirconio poseen características atribuidas a la cristalinidad de los compuestos y al proceso de investigación.

8.- Los espectros EDXA mostraron que en todos los casos se trata de composiciones puras y homogéneas.

9.- La composición que presentó un mayor valor de área superficial, fue el óxido de silicio puro.

5. BIBLIOGRAFÍA

5. Bibliografía.

- 1.- Sakurai, C.; Fuki, T.; *Hydrolisis method for preparing zirconia fibers*; American Ceramic Society Bulletin; vol:70; no. 4; pp. 673-674; (1991).
- 2.- Meuret, B.L.; Catuara, C.M.; Mahloudji, A.M.; Lin, C.T.; *Evidence of hexa-coordination CcP immobilized in sol-gel glass*; Better Ceramics through Chemistry VI; pp. 249-255; (1994).
- 3.- Brinker, Jeffrey; Scherer, George ; *Sol-Gel Sciencie*; Academic Press; (1985).
- 4.- Pierre, Alain; *Sol-Gel processing of ceamics powders*; Ceramic Bulletin; vol:70; no. 8; pp. 1281-1288; (1991).
- 5.-Durán, A; *Sol-Gel: Un nuevo camino hacia el vidrio (o como obtener materiales singulares a través de la química)*; Boletín de la sociedad Española de Cerámica y Vidrio; vol:25; no. 6; pp. 395-405; (1986).
- 6.- Villegas Broncano, M.A.; Fernández Navarro, José Ma.; *Preparación de vidrios de silicatos alcalinos por el método sol-gel*; Boletín de la sociedad Española de Cerámica y Vidrio; vol:26; no. 2; pp. 99-108; (1987).
- 7.- Stevens, R.; *Zirconia and zirconia ceramics*; Magnesium Elektron publication No 113; (1986).

- 8.- Suyama, Ryuji; Toshifumi, Ashida; Kume, Shoichi; *Synthesis of the orthorhombic phase of ZrO₂*; Communications of the American Ceramic Society; vol:67; no. 12; pp. C-314-C-315; (1996).
- 9.- Fernández Navarro, José Ma.; *El Vidrio; Constitución, Fabricación, Propiedades*; Coeditado por el Consejo Superior de Investigaciones Científicas y el Instituto de Cerámica y Vidrio; 1^a edición; pp. 435-438; Madrid (1985).
- 10.- Levin, Ernest; Robbins, Carl; McMurdie, Howard; *Phase diagrams for ceramists volume II*; figure 2400, p. 110, Published by the American Ceramic Society; (1969).
- 11.- Butterman, William; Foster, Wilfrid; *Zircon stability and the ZrO₂ -SiO₂ phase diagram* ; American mineralogist ; vol. 52 ; (1967).
- 12.- Sato, Shimio; Murakata, Tadahiro; Suzuki, Tohru; Ohgawara, Takashi; *Control of pore size distribution of silica gel through sol-gel process using water soluble polymers as additives*; Journal of Materials Science; no. 25; pp. 4480-4885; (1990).
- 13.- Chu, L.; Tejedor-Tejedor, M.I.; Anderson, M.A.; *Microporous silica gels from alkylsilicate-water two phase hydrolysis*; Better Ceramics through Chemistry VI; Editado por Materials Research Society, pp. 855-860, (1994).
- 14.- Moon, Young Tae; Kim, Do Kyung; Kim, Chong Hee; *Preparation of monodisperse ZrO₂ by the microwave heating of zirconyl chloride solutions*; Journal of American Ceramic Society; vol:78, no.4; 1103-1106; (1995).

- 15.- Moon, Young Tae; Kim, Do Kyung; Kim, Chong Hee; *Preparation of monodisperse and spherical zirconia powders by heating of alcohol-aqueous salt solutions*; Journal of American Ceramic Society; vol:78, no. 10; 2690-2694; (1995).
- 16.- Déchamps, Michel; *Structure of zirconia prepared by homogeneous precipitation*; Journal of American Ceramic Society; vol:78, no.11; 2873-2880; (1995).
- 17.- Gutzov, Stoyan; Ponahlo, Johann; Lengauer, Christian; Beran, Anton; *Phase characterization of precipitated zirconia*; Journal of American Ceramic Society; vol:77, no.6; 1649-1652; (1994).
- 18.- Nogami, Masayuki; *Glass preparation of the ZrO₂-SiO₂ system by the Sol-Gel process from metal alcoxides*; Journal of Non-crystalline Solids; vol:69; pp. 415-423; (1985).
- 19.- Dal Maschio, Roberto., Filiponi, Marco., Sorarú, Gian D., Carturan, Giovanni; *Tensile strength of SiO₂-ZrO₂ fibers prepared by the Sol-Gel method: Effects of preparation artifacts and thermal treatments*; Ceramic Bulletin; vol:71 No.2; pp. 204-212; (1992).
- 20.- Salvado, Miranda., Fernández Navarro, José Ma.; *Characterization of ZrO₂-SiO₂ glasses prepared with silicium and zirconium alkoxides*; Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio; vol. 7; no. 31-C; (1992).
- 21.- Andrianainarivelo, Mahandrimanana., Corriu, Robert., Leclerq, Dominique., Mutin, Hubert., Vioux., Andre; *Mixed oxides SiO₂-ZrO₂ and SiO₂-TiO₂ by an non-hydrolytic Sol-Gel route* ; Journal of Materials Chemistry; vol. 6 no. 10; pp. 1665-1671; (1996).

- 22.- Jin Suh, Dang., Park, Tae-Jin; *Sol-Gel strategies for pore size control of high surface area transition-metal oxide aerogels*; Chem. Mat.; vol:8; pp. 509-513; (1996).
- 23.- Ficha No. 39-1425 del JCPDS-ICDD, Nat. Bur. Stand. (USA), ICDD Grant-in-Aid, (1988).
- 24.- Ficha No. 17-923 del JCPDS-ICDD, U.S. Bureau of Mines, Open file Report.
- 25.- Ficha No. 6-266 del JCPDS-ICDD, Nat. Bur. Stand. (USA), Circ. 539, 4 68 (1955).
- 26.- Ficha No. 37-1484 del JCPDS-ICDD, Powder Diffraction, 1 275 (1986)
- 27.- Martin., U., Boysen, H., Frey, F.; *Neutron powder investigation of tetragonal and cubic stabilized zirconia, TZP and CSZ, at temperatures up to 1400 °K* ; Acta Crystallographyca; vol. B no. 49; pp. 403-413; (1993).
- 28.- Hua, D.W.; Anderson, S. Haereid; Smith, D.M.; Beauchage, G.; *Pore morphology study of silica aerogels*; Better Ceramics through Chemistry VI; Editado por Materials Research Society, pp. 985-990, (1994).
- 29.- Fegley, Bruce., White, Paul., Bowen, Kent; *Proccesing and characterization of ZrO₂ and Y-dopped ZrO₂ powders*; Ceramic Bulletin; vol. 64 no. 8; pp. 1115-1120; (1985).

- 30.- Fernández Navarro, José Ma.; *El Vidrio; Constitución, Fabricación, Propiedades*; Coeditado por el Consejo Superior de Investigaciones Científicas y el Instituto de Cerámica y Vidrio; 1^a edición; pp. 435-438; Madrid (1985).
- 31.- Fernández Navarro, José Ma.; *El Vidrio; Constitución, Fabricación, Propiedades*; Coeditado por el Consejo Superior de Investigaciones Científicas y el Instituto de Cerámica y Vidrio; 1^a edición; pp. 322-329; Madrid (1985).
- 32.- Stevens, R.; *Zirconia and zirconia ceramics*; Magnesium Elektron publication No 113; p.12; (1986).
- 33.- Vallet-Regí, M., Nicolopoulos, S., Román, J., Martínez, J.L., González-Cabret, J.M.; *Structural characterization of ZrO₂ nanoparticles obtained by aerosol pyrolysis*; Journal of Materials Chemistry; vol. 7 no. 6; pp. 1017-1022; (1997).
- 34.- Xu, Qunyin., Anderson, Marc; *Sol-Gel route to synthesis of microporous ceramic membranes: Preparation and characterization of microporous TiO₂ and ZrO₂ xerogels*; Journal of American Ceramic Society; vol. 77 no. 7; pp. 1939-1945; (1994).
- 35.- Gulino, Antonino., Egddell, Russell., Fragala, Ignazio; *Low temperature stabilisation of tetragonal zirconia by antimony*; Journal of Materials Chemistry; vol.6 no. 11; pp. 1805-1809; (1996).
- 36.- Gulino, Antonino., Egddell, Russell., Baratta, Giuseppe., Compagnini, Giuseppe., Fragala, Ignazio; *Surface segregation and effect of mechanical stress on Sb-stabilised tetragonal zirconia*.

- 37.- Brinker, Jeffrey; Scherer, George ; *Sol-Gel Sciencie*; pp. 49; Academic Press; (1985).
- 38.- Brinker, Jeffrey; Scherer, George ; *Sol-Gel Sciencie*; pp. 36; Academic Press; (1985).
- 39.- Stevens, R.; *Zirconia and zirconia ceramics*; Magnesium Elektron publication No 113; p.23-24; (1986).
- 40.- Stevens, R.; *Zirconia and zirconia ceramics*; Magnesium Elektron publication No 113; p.13; (1986).
- 41.- Kingery, W.D. ; Bowen, H.K. ; Uhlmann, D.R. ; *Introduction to ceramics*; second edition; pp. 448-513.; John Wiley and Sons; (1976).
- 42.- Fernández Navarro, José Ma.; *El Vidrio; Constitución, Fabricación, Propiedades*; Coeditado por el Consejo Superior de Investigaciones Científicas y el Instituto de Cerámica y Vidrio; 1^a edición; pp. 114-120; Madrid (1985).
- 43.- Brinker, Jeffrey; Scherer, George ; *Sol-Gel Sciencie*; pp. 108-112; Academic Press; (1985).
- 44.- Stevens, R.; *Zirconia and zirconia ceramics*; Magnesium Elektron publication No 113; p.18; (1986).

