



**Universidad Nacional Autónoma de México**  
**Facultad de Estudios Superiores "Zaragoza"**



**"Síntesis y estudio morfológico del óxido de itrio con posible  
aplicación como material de refuerzo en recubrimientos".**

**TESIS**

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

**QUÍMICO FARMACÉUTICO BIÓLOGO**

PRESENTA:

**ISAAC ENRIQUE DÍAZ RAMOS**

DIRECTORA DE TESIS: DRA. SOCORRO DEL CARMEN VALDEZ RODRÍGUEZ

ASESOR: DR. JOSÉ IGNACIO REGLA CONTRERAS

MÉXICO, D.F.

2014



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

## **AGRADECIMIENTOS**

A la Dra. Socorro del Carmen Valdez Rodríguez por el apoyo, la paciencia y la enseñanzas brindadas durante la realización de este trabajo.

Al Dr. José Ignacio Regla Contreras, por ser un puntal durante la realización de este trabajo.

Al honorable jurado, por sus valiosas enseñanzas y aportaciones para enriquecer este trabajo.

A la Universidad Nacional Autónoma de México, la cual se ha encargado de formarme académicamente por más de 8 años.

A la Facultad de Estudios Superiores “Zaragoza”, por prestar sus aulas y laboratorios para mi desarrollo.

Al Instituto de Ciencias Físicas, por su apoyo económico y de infraestructura para la realización de este trabajo.

A mi madre María Elena Ramos Ibarra, por construir los cimientos sobre los cuales me he apoyado durante mi desarrollo, por creer en mí y por siempre darme la confianza para llegar tan lejos como me lo proponga.

A mi padre Idelfonso Enrique Díaz Santín, por ser mi guía durante todo este camino que he recorrido, por enseñarme el valor de la perseverancia y por buscar siempre la manera de apoyarme en mis necesidades.

A mis abuelos María Candelaria Ibarra Castillo y Martín Ramos Ibarra, porque la persona quien escribe esto, es el producto de su amor y cuidados.

A mí hermana Itzel Alejandra Díaz Ramos, por orientarme siempre en la vida, porque de sus aciertos y errores, yo también aprendí.

A Dolores Yatzil Cruz Delgado, por las experiencias que hemos compartido y por motivarme a ser mejor día con día con su cariño.

A mis amigos: Manuel, Iván, Karelym, Norberto, Cristian, Luis, Diego, Julio, Beto, José Luis, por aparecer en mi camino universitario para alegrar mis días, apoyarme en los momentos complicados y hacer menos pesada la carga escolar.

Al personal administrativo de la FES “Zaragoza” por el excelente servicio y la orientación que me brindaron durante este proceso.

## DEDICATORIA

*Con todo mi esfuerzo y cariño para: las personas quienes han dado parte de su vida para prepararme y guiarme a vivir la mía.*

*Mamá, Papá, Itzel, Papillo y Mamita: mis triunfos serán suyos, los amo.*

# ÍNDICE GENERAL

<b>1. INTRODUCCIÓN</b>	<b>12</b>
<b>2. MARCO TEÓRICO</b>	<b>14</b>
<b>2.1 PROPIEDADES DEL <math>Y_2O_3</math></b>	<b>14</b>
<b>2.1.1 PROPIEDADES QUÍMICAS</b>	<b>15</b>
2.1.1.1 Tipo de enlace	16
2.1.1.2 Entalpía molar estándar de formación	17
2.1.1.3 Entropía molar estándar	17
2.1.1.4 Energía de Gibbs de formación	17
2.1.1.5 Capacidad calorífica molar	18
<b>2.1.2 PROPIEDADES FÍSICAS</b>	<b>18</b>
2.1.2.1 Punto de Fusión	18
2.1.2.2 Solubilidad	19
2.1.2.3 Estructura cristalina	19
2.1.2.4 Masa molecular	20
<b>2.1.3 PROPIEDADES MECÁNICAS</b>	<b>21</b>
2.1.3.1 Módulo de Young	21
2.1.3.2 Módulo de Shear	23
2.1.3.3 Coeficiente de Poisson	24
<b>2.1.4 PROPIEDADES ÓPTICAS</b>	<b>25</b>
2.1.4.1 Clasificación de materiales	25
2.1.4.2 Índice de refracción	25
<b>2.2 MÉTODOS DE SÍNTESIS PARA EL <math>Y_2O_3</math></b>	<b>26</b>
<b>2.2.1 DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA</b>	<b>26</b>
2.2.1.1 VÍA HIDRAZIDA CARBONATO DE ITRIO	27
2.2.1.2 VÍA NITRATO DE ITRIO	27
2.2.1.3 VÍA ACETATO DE ITRIO Y OXALATO DE ITRIO	28
<b>2.2.2 VÍA SOL-GEL</b>	<b>28</b>
2.2.2.1 Fases del proceso y procedimiento	28
2.2.2.2 Síntesis de óxido de itrio vía Sol-gel	29
<b>2.2.3 REACCIÓN DE DOBLE SUSTITUCIÓN</b>	<b>29</b>
2.2.3.1 Reacción de doble sustitución de nitrato de itrio con hidróxido de amonio	30
2.2.3.2 Síntesis de $Y_2O_3$ por deshidratación	30
<b>2.3 APLICACIONES</b>	<b>31</b>
<b>2.4 CARACTERÍSTICAS MICROESTRUCTURALES</b>	<b>31</b>
<b>2.5 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO</b>	<b>33</b>
<b>3. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA</b>	<b>37</b>

<b><u>4.</u></b>	<b><u>HIPÓTESIS .....</u></b>	<b><u>38</u></b>
<b><u>5.</u></b>	<b><u>OBJETIVOS .....</u></b>	<b><u>39</u></b>
<b>5.1</b>	<b>OBJETIVO GENERAL .....</b>	<b>39</b>
<b>5.2</b>	<b>OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....</b>	<b>39</b>
<b><u>6.</u></b>	<b><u>MATERIAL Y MÉTODOS .....</u></b>	<b><u>40</u></b>
<b>6.1</b>	<b>INFRAESTRUCTURA .....</b>	<b>40</b>
<b>6.2</b>	<b>METODOLOGÍA .....</b>	<b>41</b>
<b><u>7.</u></b>	<b><u>RESULTADOS .....</u></b>	<b><u>43</u></b>
<b><u>8.</u></b>	<b><u>DISCUSIÓN DE RESULTADOS .....</u></b>	<b><u>64</u></b>
<b><u>9.</u></b>	<b><u>CONCLUSIONES .....</u></b>	<b><u>70</u></b>
<b><u>10.</u></b>	<b><u>REFERENCIAS .....</u></b>	<b><u>71</u></b>

# ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA 1. CÁLCULO DEL MÓDULO DE YOUNG PARA UN ALAMBRE CON UN ÁREA EN SECCIÓN TRANSVERSAL.....	22
FIGURA 2. MÓDULO DE YOUNG TAMBIÉN CONOCIDO COMO MÓDULO DE ELASTICIDAD LINEAL. ....	22
FIGURA 3. MÓDULO DE SHEAR. A) ESFUERZO CORTANTE; B) DEFORMACIÓN CORTANTE. ....	23
FIGURA 4. ESTRUCTURA CRISTALINA CÚBICA DEL $Y_2O_3$ . ....	32
FIGURA 5. ESTRUCTURA CRISTALINA MONOCLÍNICA DEL $Y_2O_3$ . ....	32
FIGURA 6. MODELO GENERAL DE UNA ESTRUCTURA CRISTALINA HEXAGONAL.....	33
FIGURA 7. INTERACCIÓN DE LOS ELECTRONES CON LA MUESTRA OBTENIDAS MEDIANTE SEM. ....	35
FIGURA 8. MICROGRAFÍA CORRESPONDIENTE A LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ITRIO OBTENIDO MEDIANTE SEM CON UNA AMPLIFICACIÓN DE 10000x.....	44
FIGURA 9. MICROGRAFÍA CORRESPONDIENTE A LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ITRIO OBTENIDO MEDIANTE SEM CON UNA AMPLIFICACIÓN DE 25000x.....	44
FIGURA 10. MICROGRAFÍA CORRESPONDIENTE A LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ITRIO OBTENIDO MEDIANTE SEM CON UNA AMPLIFICACIÓN DE 100000x, LA AMPLIACIÓN DE LAS PARTÍCULAS OBSERVADAS PERMITE IDENTIFICAR DETALLES MORFOLÓGICOS TALES COMO POROSIDAD Y EL PREDOMINIO DE CAPAS SUPERFICIALES. ....	45
FIGURA 11. MICROGRAFÍA CORRESPONDIENTE A LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ITRIO OBTENIDO MEDIANTE SEM 10000x.....	46
FIGURA 12. MICROGRAFÍA CORRESPONDIENTE A LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ITRIO OBTENIDO MEDIANTE SEM CON UNA AMPLIFICACIÓN DE 25000x.....	46
FIGURA 13. MICROGRAFÍA CORRESPONDIENTE A LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ITRIO OBTENIDO MEDIANTE SEM CON UNA AMPLIFICACIÓN DE 50000x.....	47
FIGURA 14. MICROGRAFÍA CORRESPONDIENTE A LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ITRIO OBTENIDO MEDIANTE SEM CON UNA AMPLIFICACIÓN DE 25000x.....	48
FIGURA 15. MICROGRAFÍA CORRESPONDIENTE A LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ITRIO OBTENIDO MEDIANTE SEM CON UNA AMPLIFICACIÓN DE 50000x.....	48
FIGURA 16. MICROGRAFÍA CORRESPONDIENTE A LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ITRIO OBTENIDO MEDIANTE SEM CON UNA AMPLIFICACIÓN DE 100000x.....	49
FIGURA 17. MICROGRAFÍA CORRESPONDIENTE A LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ITRIO OBTENIDO MEDIANTE SEM CON UNA AMPLIFICACIÓN DE 50000x.....	50
FIGURA 18. MICROGRAFÍA CORRESPONDIENTE A LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ITRIO OBTENIDO MEDIANTE SEM CON UNA AMPLIFICACIÓN DE 100000x.....	50
FIGURA 19. MICROGRAFÍA CORRESPONDIENTE A LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ITRIO OBTENIDO MEDIANTE SEM CON UNA AMPLIFICACIÓN DE 10000x.....	51
FIGURA 20. MICROGRAFÍA CORRESPONDIENTE A LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ITRIO OBTENIDO MEDIANTE SEM CON UNA AMPLIFICACIÓN DE 50000x.....	52

FIGURA 21. MICROGRAFÍA CORRESPONDIENTE A LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ITRIO OBTENIDO MEDIANTE SEM CON UNA AMPLIFICACIÓN DE 100000x.....	52
FIGURA 22. MICROGRAFÍA CORRESPONDIENTE A LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ITRIO OBTENIDO MEDIANTE SEM CON UNA AMPLIFICACIÓN DE 25000x.....	53
FIGURA 23. MICROGRAFÍA CORRESPONDIENTE A LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ITRIO OBTENIDO MEDIANTE SEM CON UNA AMPLIFICACIÓN DE 50000x.....	54
FIGURA 24. MICROGRAFÍA CORRESPONDIENTE A LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ITRIO OBTENIDO MEDIANTE SEM CON UNA AMPLIFICACIÓN DE 100000x.....	54
FIGURA 25. MICROGRAFÍA CORRESPONDIENTE A LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ITRIO OBTENIDO MEDIANTE SEM CON UNA AMPLIFICACIÓN DE 10000x.....	55
FIGURA 26. MICROGRAFÍA CORRESPONDIENTE A LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ITRIO OBTENIDO MEDIANTE SEM CON UNA AMPLIFICACIÓN DE 50000x.....	56
FIGURA 27. MICROGRAFÍA CORRESPONDIENTE A LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ITRIO OBTENIDO MEDIANTE SEM CON UNA AMPLIFICACIÓN DE 10000x.....	57
FIGURA 28. MICROGRAFÍA CORRESPONDIENTE A LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ITRIO OBTENIDO MEDIANTE SEM CON UNA AMPLIFICACIÓN DE 25000x.....	57
FIGURA 29. MICROGRAFÍA CORRESPONDIENTE A LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ITRIO OBTENIDO MEDIANTE SEM CON UNA AMPLIFICACIÓN DE 50000x.....	58
FIGURA 30. FOTOMICROGRAFÍA OBTENIDA MEDIANTE SEM, LA CUAL PERMITE LA OBSERVACIÓN DEL ÓXIDO DE ITRIO. ....	59
FIGURA 31. FOTOMICROGRAFÍA OBTENIDA MEDIANTE SEM, LA CUAL PERMITE LA OBSERVACIÓN DEL ÓXIDO DE ITRIO. ....	60
FIGURA 32. FOTOMICROGRAFÍA OBTENIDA MEDIANTE SEM, LA CUAL PERMITE LA OBSERVACIÓN DEL ÓXIDO DE ITRIO. ....	61
FIGURA 33. FOTOMICROGRAFÍA OBTENIDA MEDIANTE SEM, LA CUAL PERMITE LA OBSERVACIÓN DEL ÓXIDO DE ITRIO. ....	62
FIGURA 34. ESPECTRO CORRESPONDIENTE AL ANÁLISIS DE RAYOS-X OBTENIDO POR MICROANÁLISIS MEDIANTE EL SEM. ....	63

## Índice de tablas

TABLA 1. TABLA DE PROPIEDADES DE $Y_2O_3$ . .....	15
TABLA 2. PROPIEDADES MECÁNICAS DEL $Y_2O_3$ . .....	25
TABLA 3. RESULTADOS EXPERIMENTALES DE LA SÍNTESIS DE $Y_2O_3$ . .....	43



## Abreviaturas

°C	Grados Celsius
CMOS	Semiconductor de óxido metálico complementario
g	gramos
IR	Infrarrojo
K	Kelvin
KJ	KiloJoules
µm	micrómetros
mol	mol
SEM	Microscopía Electrónica de Barrido
SOFC	Celdas de combustible de óxido sólido
UV	ultravioleta
Y	Itrio
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Óxido de itrio

# 1. Introducción

El Óxido de Itrio ( $Y_2O_3$ ) es uno de los 17 óxidos raros de la Tierra. El  $Y_2O_3$ , puede ser sintetizado por métodos tales como vía sol-gel, reacción hidrotérmica y combustión<sup>[1-4]</sup>. La mayor parte de las propiedades de las partículas de  $Y_2O_3$  dependen de la estructura cristalina del material y los defectos presentes en el interior del material. Además, Valdez y colaboradores han encontrado que las partículas cerámicas, tales como el óxido de silicio, incrementan la resistencia a la tensión y la dureza de los materiales metálicos conocidos como matriz metálica.

En los últimos años el  $Y_2O_3$  ha recibido interés extenso debido a la excelente caracterización química y física en un amplio campo de aplicaciones científicas y tecnológicas. Las películas delgadas de  $Y_2O_3$  poseen una alta estabilidad termodinámica (arriba de  $2325^{\circ}C$ ) y un punto de fusión alto ( $2439^{\circ}C$ ). Así, el  $Y_2O_3$  ha sido usado como barrera de reacción y recubrimientos para aislantes térmicos<sup>[5]</sup>. Las películas de  $Y_2O_3$  también muestran excelentes propiedades electrónicas como son: una transparencia óptica sobre una amplia gama espectral ( $0.2-8\mu m$ ), una constante dieléctrica alta ( $\sim 14-18$ ), un índice de refracción alto ( $\sim 2$ ) y baja absorción (de UV-cercano a IR)<sup>[6-9]</sup>. Estas propiedades hacen de las películas de  $Y_2O_3$  un compuesto interesante para dispositivos ópticos, eléctricos y óptico-eléctricos. La comparación del radio iónico de  $Y^{3+}$  con el de los elementos de raras tierras es atractiva para investigadores que consideran al  $Y_2O_3$  como un material de tierras raras dopante en amplificadores ópticos<sup>[10-13]</sup>. Además, entre los materiales investigados, el  $Y_2O_3$  ha sido considerado como uno de los candidatos promisorios para aislante dieléctrico de dispositivos CMOS (semiconductores de óxido metálico) como consecuencia de sus propiedades físicas particulares y su alta estabilidad cristalográfica<sup>[6-8]</sup>.

Estructuralmente, el  $Y_2O_3$  es un óxido de tierras raras tipo C, la cual es una estructura muy

estable a más de 2325°C en el aire<sup>[14-16]</sup>. La estabilidad estructural junto con las propiedades mecánicas, hacen del  $Y_2O_3$  un material interesante para otras aplicaciones. Específicamente, el  $Y_2O_3$  se ha usado en el desarrollo de cerámicas funcionales para celdas de combustible de óxido sólido<sup>[17-18]</sup>, en ingeniería nuclear<sup>[19]</sup>, como capa protectora en altas temperaturas y reforzador cerámico de metales para materiales de alta resistencia estructural<sup>[6,20-21]</sup>.

En este trabajo se llevó a cabo la síntesis de partículas de óxido de itrio mediante una reacción entre nitrato de itrio con hidróxido de amonio, el producto obtenido es entonces deshidratado hasta la obtención de las partículas. La determinación de la morfología microestructural tiene como finalidad conocer su influencia sobre la matriz metálica que reforzará y predecir el probable mecanismo de reforzamiento, cuya última aplicación sería el recubrimiento de aleaciones, tanto para mejorar resistencia mecánica como para evitar la degradación electroquímica de la aleación a proteger.

## 2. Marco teórico

Las partículas de  $Y_2O_3$  pueden ser sintetizadas por métodos tales como vía sol-gel, hidrotérmica y combustión. Estos métodos químicos pueden dar lugar a la estructura cúbica y hexagonal del  $Y_2O_3$ , mientras que, la estructura monoclinica se forma mediante técnicas de fase de condensación de gas. La fase cúbica del  $Y_2O_3$  es muy estable en condiciones ambientales y resiste incluso a altas temperatura debido a su elevada temperatura de fusión, la cual se encuentra alrededor de  $2439^\circ C$ . La mayor parte de las propiedades de las nanopartículas de  $Y_2O_3$  dependen de la estructura cristalina del material y los defectos presentes en el interior de éste. Estas nanopartículas incrementan la resistencia a la tensión y la dureza de los materiales metálicos utilizados como matriz durante el reforzamiento de una aleación.

### 2.1 Propiedades del $Y_2O_3$

Las propiedades químicas, físicas, mecánicas y ópticas, en general, del  $Y_2O_3$  se muestran en la tabla 1.

*Tabla 1. Tabla de Propiedades de Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.*

Propiedades Químicas	Propiedades Físicas
Enlace iónico	Peso molecular 225,81g/mol
Fuerza de ruptura eléctrica >3Mv/cm	Cristales en forma cúbica
	Punto de fusión 2439°C
	Soluble en alcohol
	Insoluble en agua
	Constante dieléctrica 14-18
Propiedades Mecánicas	Propiedades Ópticas
Módulo de Young 171,5GPa	Índice de refracción ~2
Módulo de Shear 66,5GPa	Transparencia óptica 0,2-8µm en espectro
Coefficiente de Poisson 0,289	Baja absorción (de UV cercano a IR cercano)

### 2.1.1 Propiedades Químicas

Una propiedad química es cualquier propiedad en la que la materia cambia de composición, la cual se observa cuando una sustancia sufre un cambio químico, es decir, sufre una modificación en su estructura interna, transformándose en otra sustancia; dichos cambios químicos son generalmente irreversibles bajo condiciones de temperatura, presión y concentración adecuados.

### 2.1.1.1 Tipo de enlace

Entre las propiedades químicas del  $Y_2O_3$  podemos ubicar que tiene un enlace químico de tipo iónico. El enlace iónico es un tipo de interacción electrostática entre átomos que tienen una gran diferencia de electronegatividad. No hay un valor preciso que distinga la ionicidad a partir de la diferencia de electronegatividad, pero una diferencia sobre valores de 1.7 suele ser iónica, y una diferencia menor a 1.7 suele referir a un enlace covalente, según la escala de Pauling. En otras palabras, un enlace iónico se forma cuando un elemento que perdió electrones (catión) interacciona con un elemento que ganó electrones (anión), involucrados aceptan o pierden electrones (se da entre un catión y un anión) o dicho de otra forma, aquel en el que un elemento más electronegativo atrae a los electrones de otro menos electronegativo. El enlace iónico presenta las siguientes características en los compuestos con este enlace:

- Los compuestos que se forman son sólidos cristalinos con punto de fusión elevado.
- Se da por transferencia de electrones: un átomo pierde electrones y el otro átomo los gana.
- Se forman iones (cationes y aniones).

Entre el oxígeno y el itrio hay una diferencia de electronegatividad de 2.22, lo cual indica que se forma un enlace iónico.

### 2.1.1.2 Entalpía molar estándar de formación

La entalpía de formación de una sustancia es la entalpía de reacción (energía liberada en la reacción) para la formación de una sustancia a partir de sus elementos en su forma más estable. Cuando un compuesto no puede sintetizarse directamente a partir de sus elementos, su entalpía de formación puede hallarse a partir de su entalpía de combustión.

El  $Y_2O_3$  tiene una entalpía de formación de  $-1905.3$  KJ/mol, por ende, se trata de una reacción exotérmica.

### 2.1.1.3 Entropía molar estándar

La entropía es una medida de la cantidad de formas específicas en las que un sistema termodinámico se puede disponer, comúnmente entendido como una medida del desorden.

El cambio de la entropía de un sistema es lo mismo para cualquier proceso, yendo desde un estado inicial dado a un estado final; determinando si el proceso es reversible o irreversible.

La entropía molar estándar es el contenido de entropía para una mol de una sustancia.

El  $Y_2O_3$  tiene una entropía molar estándar de  $99.1$  J/mol K.

### 2.1.1.4 Energía de Gibbs de formación

La energía de Gibbs es un potencial termodinámico que mide el proceso de iniciación de trabajo obtenido a partir de un sistema termodinámico a una temperatura y presión. La energía libre de Gibbs es la máxima cantidad de trabajo que se puede extraer de un sistema cerrado; esto se puede lograr únicamente en un proceso reversible. Este concepto da las

condiciones de equilibrio y espontaneidad para una reacción.

El  $Y_2O_3$  tiene una energía de Gibbs de formación con un valor de  $-1816.6$  KJ/mol.

#### 2.1.1.5 Capacidad calorífica molar

Capacidad calorífica se puede definir como la energía necesaria para cambiar la temperatura de un objeto por una cantidad dada. La capacidad calorífica molar es la capacidad calorífica por unidad de cantidad de materia de una sustancia pura y del calor específico.

Para el  $Y_2O_3$  su capacidad calorífica tiene un valor de  $102.5$  J/molK

### 2.1.2 Propiedades Físicas

Las propiedades físicas de un compuesto son aquellas que se pueden medir sin que se afecte la composición o identidad del compuesto.

#### 2.1.2.1 Punto de Fusión

El punto de fusión es la temperatura a la cual coexisten en equilibrio la fase sólida y líquida.

El punto de fusión normal de una sustancia es la temperatura a la cual una sustancia se funde a 1 atm de presión. El  $Y_2O_3$  presenta un punto de fusión de  $2439$  °C.

Para medir el punto de fusión se puede utilizar el calorímetro diferencial de barrido, el cual además de proporcionarnos información acerca del punto de fusión, también proporciona el dato de la entalpía de fusión. Para el  $Y_2O_3$  se ha determinado una entalpía de fusión de  $35.6$  KJ/mol.

### 2.1.2.2 Solubilidad

La solubilidad se puede definir como la máxima cantidad de soluto que se disolverá en una cantidad dada de disolvente a una temperatura específica. Los químicos describen a las sustancias como solubles, ligeramente solubles o insolubles en términos cualitativos. Se dice que una sustancia es soluble si se disuelve visiblemente una cantidad suficiente cuando se agrega un disolvente. Si no es así, la sustancia se describe como ligeramente soluble o insoluble. Aunque todos los compuestos iónicos son electrolitos fuertes, no todos tienen la misma solubilidad.

La solubilidad depende de varios factores que pueden ser: propiedades del soluto y solvente, temperatura y presión.

La solubilidad es comúnmente expresada como una concentración. La cantidad máxima de soluto que puede disolverse por cierta cantidad de disolvente, es la solubilidad de ese soluto para disolvente bajo las condiciones específicas en las que se llevó a cabo el estudio. La ventaja de expresar la solubilidad de esta forma es la simplicidad, aunque la desventaja es que esto puede depender fuertemente de la presencia de otras especies en el disolvente (por ejemplo, el efecto del ion común).

El  $Y_2O_3$  es insoluble en agua, pero se considera soluble en etanol y soluciones ácidas como: ácido clorhídrico y ácido sulfúrico.

### 2.1.2.3 Estructura cristalina

La estructura cristalina es la forma sólida que indica cómo se ordenan y empaquetan los

átomos, moléculas o iones. Estos son empaquetados de manera ordenada y con patrones de repetición que se extienden en las tres dimensiones del espacio.

El estado cristalino de la materia es de mayor orden, es decir, donde las correlaciones internas son mayores. Esto se refleja en sus propiedades antrópicas y discontinuas. Suelen aparecer como entidades puras, homogéneas y con formas geométricas definidas cuando están bien formados. No obstante su morfología externa no es suficiente para evaluar la denominada cristalinidad de un material.

Los cristales iónicos tienen dos características importantes: (1) están formados de especies cargadas y (2) los cationes y aniones suelen ser de distintos tamaños. El conocimiento del radio de los iones ayuda a comprender la estructura y estabilidad de estos compuestos. No es posible medir el radio de un ion individual, pero en ocasiones es posible obtener un estimado razonable de esta propiedad; la mayor parte de los cristales iónicos tienen punto de fusión elevado, lo cual refleja la gran fuerza de cohesión que mantiene junto a los iones. La estabilidad de los cristales iónicos depende en parte de la energía reticular; cuanto mayor sea esta energía, más estable es el compuesto. Estos sólidos no conducen electricidad debido a que los iones tienen una posición fija. Sin embargo, en el estado líquido, o disuelto, los iones se mueven libremente y el líquido conduce electricidad.

#### 2.1.2.4 Masa molecular

Es posible calcular la masa molecular de un compuesto si se conocen las masas de los átomos que la forman. La masa molecular (algunas veces denominada peso molecular) es la suma de las masas atómicas en una molécula o compuesto.

A partir de la masa molecular se puede determinar la masa molar de una molécula o un

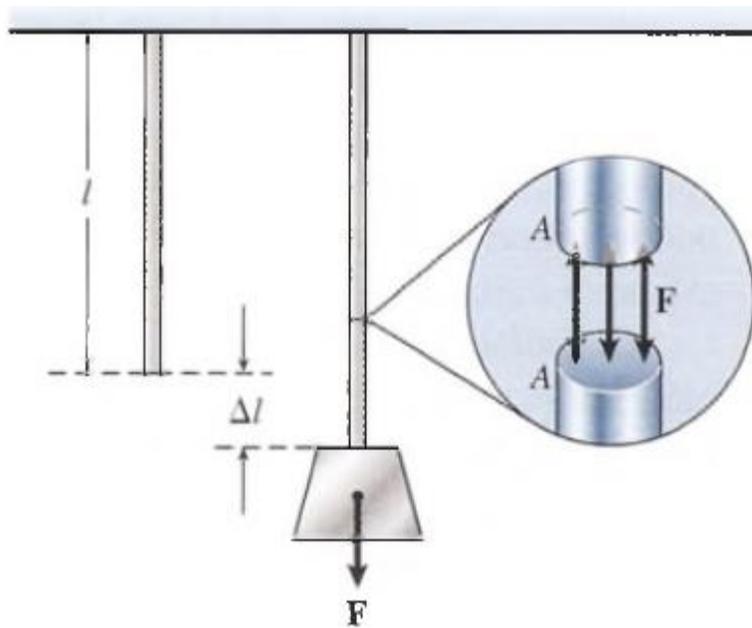
compuesto. La masa molar de un compuesto (en gramos) es numéricamente igual a su masa molecular (en uma). El conocimiento de la masa molar facilita el cálculo del número de moles y de las cantidades de átomos individuales en determinada cantidad de un compuesto.

### **2.1.3 Propiedades mecánicas**

Las propiedades mecánicas son aquellas propiedades de los sólidos que se manifiestan cuando se aplica una fuerza. Se refieren a la capacidad de los materiales de resistir acciones de cargas.

#### **2.1.3.1 Módulo de Young**

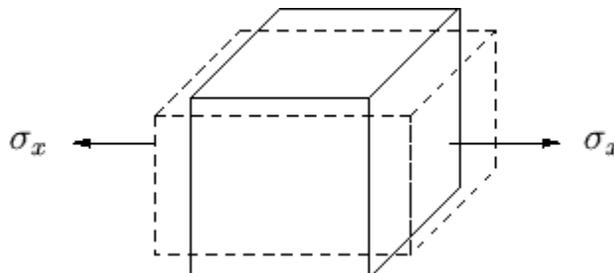
Es también conocida como la deformación por tracción o compresión. Si aplicamos una fuerza  $F$  a una barra de longitud  $l_0$  el material se deforma longitudinalmente y se alarga  $l - l_0$ . La razón de proporcionalidad entre el esfuerzo (fuerza por unidad de área) y deformación unitaria (deformación por unidad de longitud) está dada por la constante  $E$ , denominada módulo de Young, que es característico de cada material<sup>[41]</sup>.



*Figura 1. Cálculo del módulo de Young para un alambre con un área en sección transversal.<sup>[41]</sup>*

La Ley de Hooke relaciona la deformación  $\epsilon_x$  de una barra sometida a esfuerzo axial, con la tensión normal generada por dicho esfuerzo  $\sigma_x$ , mediante la constante E que se denomina módulo de elasticidad lineal o módulo de Young.

$$\epsilon_x = E \sigma_x$$



*Figura 2. Módulo de Young también conocido como módulo de elasticidad lineal.<sup>[41]</sup>*

La rigidez de un material queda caracterizada por la relación entre el esfuerzo  $\sigma_x$  y deformación  $\epsilon_x$ , o sea por el módulo de Young.

$$E = \epsilon_x / \sigma_x$$

### 2.1.3.2 Módulo de Shear

También conocido como módulo de cizalladura. A diferencia del módulo de Young, en el módulo de Shear supongamos que las fuerzas  $F$  que se aplican son tangenciales a una superficie  $A$ , el cambio que se produce en el cuerpo es sólo un cambio de forma ya que el volumen permanece constante.

El esfuerzo cortante o tangencial  $\tau$ , es la fuerza de corte o tangencial por unidad de área:

$$\text{Esfuerzo cortante} = \text{Fuerza de corte} / \text{área de corte} \quad \tau = F_s / A$$

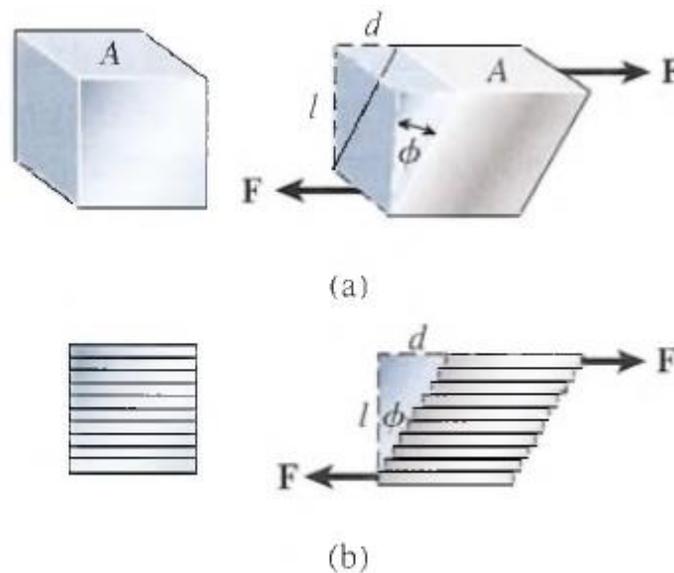


Figura 3. Módulo de Shear. a) Esfuerzo cortante; b) Deformación cortante.<sup>[41]</sup>

Las unidades del esfuerzo cortante son las mismas que la de la presión  $N / m^2$  en el S.I.

Cuando actúan esfuerzos cortantes el material se deforma como si el material estuviera formado por láminas paralelas y se deformaran como lo haría el libro de la figura; a esta deformación que supone un deslizamiento según el esfuerzo cortante o de cizalladura se denomina deformación cortante, angular o de cizalladura y se expresa:

$$\gamma = \frac{\Delta x}{l} = \tan \theta = \frac{F_s/A}{G} = \frac{\tau}{G}$$

Donde G se denomina módulo de elasticidad tangencial o más habitualmente módulo de rigidez (o también módulo de cortante o de cizalladura).

$$G = \frac{\tau}{\gamma} = \frac{F_s}{A \tan \theta} = \frac{F_s}{A\theta}$$

La deformación por cizalladura se produce sólo en los sólidos, por eso se dice que estos presentan rigidez. Los sólidos pueden tener deformaciones volumétricas y de forma, mientras que los fluidos solo tienen deformación volumétrica.<sup>[41]</sup>

### 2.1.3.3 Coeficiente de Poisson

El coeficiente de Poisson ( $\nu$ ) es una constante elástica que proporciona una medida del estrechamiento de sección de un prisma de material elástico lineal e isótropo cuando se estira longitudinalmente y se adelgaza en las direcciones perpendiculares a la del estiramiento.<sup>[42]</sup>

El coeficiente de Poisson es la relación de la deformación perpendicular a la axial.

$$\nu = - \frac{\varepsilon_p}{\varepsilon_a}$$

Tabla 2. Propiedades mecánicas del  $Y_2O_3$ .

Propiedades Mecánicas <sup>[23]</sup>	Valor
Módulo de Young	<b>171,5GPa</b>
Módulo de Shear	<b>66,5GPa</b>
Coefficiente de Poisson	<b>0,289</b>

#### 2.1.4 Propiedades ópticas

Las propiedades ópticas de los materiales son las que se ponen de manifiesto al incidir sobre ellos la luz.

##### 2.1.4.1 Clasificación de materiales

Los materiales se pueden clasificar de la siguiente manera:<sup>[43]</sup>

- Materiales transparentes. Son los materiales que permiten el paso de la luz, y se pueden ver con nitidez a través de ellos.
- Materiales opacos. Son los materiales que no permiten el paso de la luz, y no se puede ver a través de ellos.
- Materiales traslúcidos. Son los materiales que permiten el paso de luz, pero no dejan ver con nitidez a través de ellos. Este es el tipo del material al que pertenece las partículas de  $Y_2O_3$ .

##### 2.1.4.2 Índice de refracción

El índice de refracción ( $\eta$ ), es un parámetro propio de cada medio que indica el comportamiento de la luz al atravesarlo.

Desde un punto de vista microscópico,  $\eta$  refleja las características eléctricas y magnéticas del medio. Así, se define:

$$\eta = \sqrt{\epsilon\mu}$$

Donde  $\epsilon$  es la constante dieléctrica relativa del medio y  $\mu$  la permeabilidad magnética relativa.

Es decir, la razón de la velocidad de la luz en el vacío ( $c$ ) entre la velocidad de la luz en un medio particular ( $v$ ) se llama índice de refracción para ese material. Se puede expresar también de la siguiente manera: <sup>[41]</sup>

$$\eta = \frac{c}{v}$$

El  $Y_2O_3$  presenta un índice de refracción aproximado de 2.

## 2.2 Métodos de síntesis para el $Y_2O_3$

La síntesis química es el proceso por el cual se producen compuestos a partir de precursores químicos. El objetivo principal de la síntesis química, además de producir nuevas sustancias, es el desarrollo de métodos más económicos y eficientes para producir compuestos naturales o compuestos que no existen de forma natural.

Existen variados métodos de síntesis para el  $Y_2O_3$ , a continuación se hará mención sobre algunos de ellos.

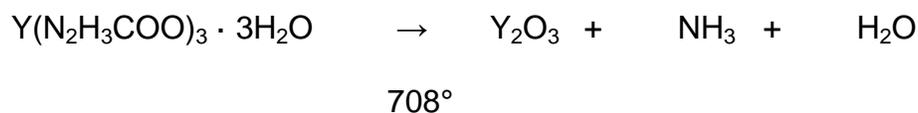
### 2.2.1 Descomposición térmica

La descomposición térmica o termólisis, es una descomposición química causada por el

calor. La temperatura de descomposición de un compuesto es la temperatura a la cual dicho compuesto se descompone químicamente. Este tipo de reacciones son, por demás, comunes. Algunos ejemplos de este tipo de reacción son: la termólisis del carbonato y nitrato de calcio a óxido de calcio o la descomposición del clorato de potasio en cloruro de potasio. La reacción suele ser endotérmica, es decir, requiere calor para romper los enlaces químicos en el compuesto a descomponerse. [24]

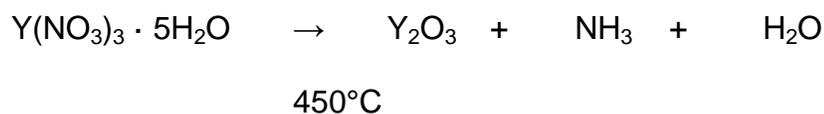
#### 2.2.1.1 Vía hidrazida carbonato de itrio

En esta reacción se basa en la descomposición térmica de hidrazida de itrio en óxido de itrio, amoníaco y agua. Esta reacción presenta como desventaja la inestabilidad que muestra la hidrazida, además de la baja eficiencia que muestra la reacción. [25]



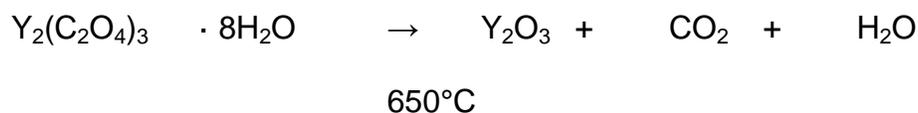
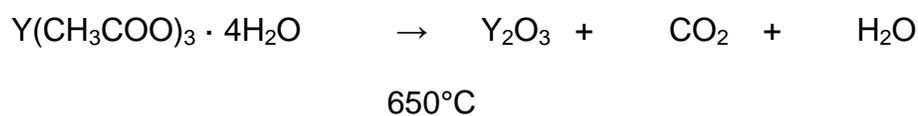
#### 2.2.1.2 Vía nitrato de itrio

Esta reacción presenta una eficiencia que oscila entre 75 al 85%, siendo una buena alternativa para la producción en laboratorio del  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , aunque los costos de los reactivos suelen ser elevados comercialmente (500g de  $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  tienen un valor de \$5595 pesos mexicanos, en el catálogo de *Sigma-Aldrich*). [24]



### 2.2.1.3 Vía acetato de itrio y oxalato de itrio

Las reacciones que se muestran a continuación son una muy buena opción para la formación del  $\text{Y}_2\text{O}_3$  por la sencillez del proceso, además de la buena eficiencia que estas tienen, (75 %). La desventaja de estas reacciones es el desprendimiento de olores desagradables e irritantes para las vías respiratorias durante la deshidratación. <sup>[26]</sup>



## 2.2.2 Vía Sol-Gel

### 2.2.2.1 Fases del proceso y procedimiento

El proceso sol-gel permite la fabricación de materiales amorfos y policristalinos con características especiales en su composición y propiedades. Su utilidad radica en que necesita menor temperatura en comparación con los métodos tradicionales de fabricación de vidrios por fusión. El sol-gel es una ruta química que inicia con la síntesis de una suspensión

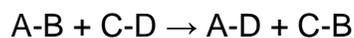
coloidal de partículas sólidas o cúmulos en un líquido (sol) y la hidrólisis y condensación de éste sol para formar un material sólido lleno de solvente (gel). El solvente se le extrae al gel simplemente dejándolo reposar a temperatura ambiente durante un periodo de tiempo llamado envejecimiento, en el cual el gel se encogerá expulsando el solvente y agua residual. Al término del tiempo de envejecimiento, por lo general aún se tienen disolventes en el material, además de que el tamaño del poro es considerable. Para solucionar esto, el material se somete a un tratamiento térmico, al final del cual obtendremos nuestro material en forma de monolito o de película delgada.<sup>[1,24]</sup>

#### 2.2.2.2 Síntesis de óxido de itrio vía Sol-gel

Polvos de  $Y_2O_3$  se pueden sintetizar involucrando diferentes ácidos orgánicos como agentes quelantes: ácido acético, ácido oxálico, ácido malónico, ácido tartárico o ácido cítrico. El itrio se presenta como nitrato de itrio hexahidratado, el cual se disuelve en agua en concentración 0.5M. Posteriormente, se añade lentamente el ácido orgánico y se ajusta a pH 2 con solución de amonía. La solución acuosa obtenida se calienta a  $115^\circ C$  por 12 h y se forma un gel. Dicho producto resultante es finalmente tratado con calor a  $1110^\circ C$  en una atmósfera con flujo de oxígeno con una velocidad de calentamiento de  $200^\circ C h^{-1}$  y manteniendo la máxima temperatura por 4 horas.

#### 2.2.3 Reacción de doble sustitución

Es una reacción en la que ocurre un intercambio de enlaces entre dos especies químicas produciendo compuestos con uniones similares a los reactivos.<sup>[24]</sup>



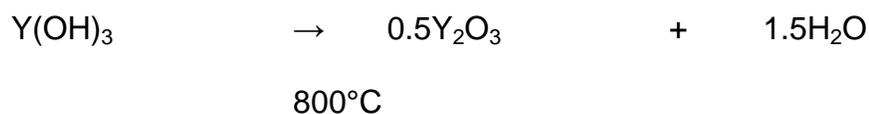
### 2.2.3.1 Reacción de doble sustitución de nitrato de itrio con hidróxido de amonio

En este proceso se lleva a cabo una reacción de doble sustitución entre el nitrato de itrio y el hidróxido de amonio (1:3) lo cual produce un precipitado que pertenece en su mayoría al hidróxido de itrio, que es insoluble en agua, y se forma nitrato de amonio que es muy soluble en agua, basados en la solubilidad de ambos compuestos se pueden separar, es por eso de la importancia de lavar el precipitado con agua, para poder solubilizar todo el nitrato de amonio generado.<sup>[24]</sup>



### 2.2.3.2 Síntesis de $Y_2O_3$ por deshidratación

Esta reacción consiste en una oxidación del hidróxido de amonio a  $800^\circ C$  para formar como producto el  $Y_2O_3$ ; el tiempo de reacción es aproximadamente 10 horas. El tiempo es un factor importante a considerar durante una reacción.<sup>[24]</sup>



## 2.3 Aplicaciones

Son múltiples las áreas en las que el  $Y_2O_3$  es utilizado, algunas aplicaciones son las siguientes:

- Revestimientos para protección contra la corrosión a altas temperaturas.<sup>[20-21]</sup>
- Suele usarse como reforzador cerámico para componentes de alta resistencia estructural.<sup>[6, 20-21]</sup>
- También se le ha dado uso como agente dopante de aislante dieléctrico para dispositivos CMOS (por sus sigla en inglés “Complementary Metal Oxide Semiconductor”) como consecuencia de sus propiedades físicas y su alta estabilidad cristalográfica.<sup>[6-8]</sup>
- Por otra parte, también cuentan con uso en la industria de celdas de combustible de óxido sólido (SOFC por sus siglas en inglés “Solid Oxide Fuel Cells”).<sup>[17-18, 27]</sup>
- Así también, se le han encontrado aplicaciones como catalizador en reacciones orgánicas, algunos ejemplos donde es usado con esta aplicación son: la dimerización del metano, la isomerización del 1-buteno y la hidrogenación del 1,3- butadieno, por mencionar algunos.<sup>[29-31]</sup>

## 2.4 Características microestructurales

Como se mencionó en el apartado de propiedades, el  $Y_2O_3$  cuenta con estructura cristalina polimorfa, la cual puede ser cúbica, monoclinica o hexagonal<sup>[32]</sup>

En la estructura cúbica del  $Y_2O_3$  tiene un ángulo de  $90^\circ$  ( $\alpha$ ,  $\beta$  y  $\gamma$ ) para todos los enlaces. La distancia de enlace es de  $10.604\text{Å}$ .<sup>[44]</sup>

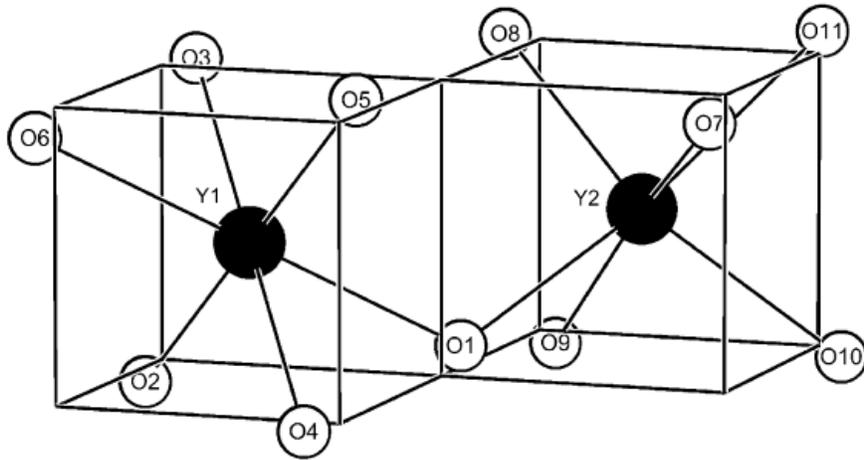


Figura 4. Estructura cristalina cúbica del  $Y_2O_3$ .<sup>[22]</sup>

La estructura monoclinica presenta ángulos de enlace de  $90^\circ$  en  $\alpha$  y  $\gamma$ , pero también presenta un ángulo diferente de  $100.15^\circ$  en  $\beta$ . Es una estructura que se obtiene en condiciones de alta presión. La distancia de enlace es  $a=13.91\text{Å}$ ,  $b=3.483\text{Å}$  y  $c=8.593\text{Å}$ .<sup>[44]</sup>

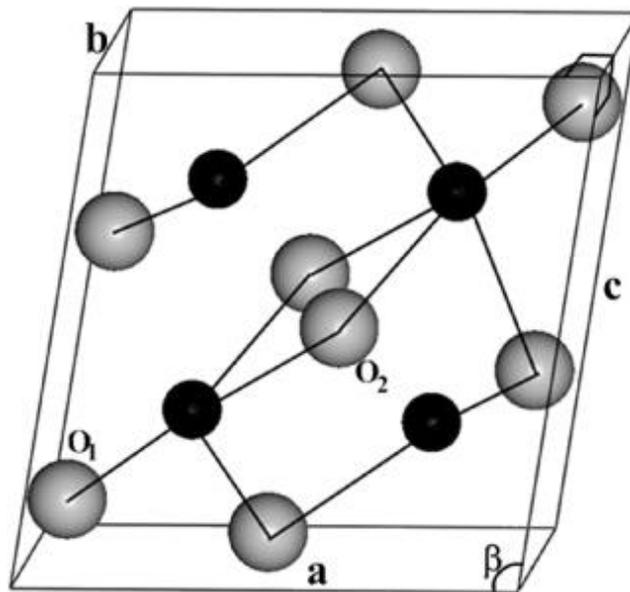
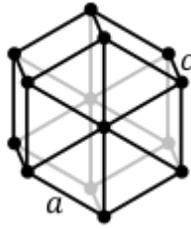


Figura 5. Estructura cristalina monoclinica del  $Y_2O_3$ .<sup>[22]</sup>

La estructura hexagonal del  $Y_2O_3$  presenta una distancia de enlace  $a$  y  $c$  diferentes. La distancia de enlace para  $a=3.81\text{Å}$ ; mientras que para  $c=6.08\text{Å}$ . Los ángulos de enlace  $90^\circ$  para  $\gamma$  y de  $60^\circ$  para  $\alpha$ .<sup>[44]</sup>



*Figura 6. Modelo general de una estructura cristalina hexagonal.<sup>[45]</sup>*

## **2.5 Microscopía electrónica de barrido**

La microscopía electrónica, de barrido (MEB o SEM, por sus siglas en inglés) es utilizada como una de las técnicas más versátiles en el estudio y análisis de las características microestructurales de objetos sólidos.

El principio fundamental del SEM se basa en que los electrones acelerados llevan cantidades significativas de energía cinética, y esta energía se disipa en forma de una variedad de señales producidas por las interacciones electrón-muestra cuando los reactivos incidentes se frenan en la muestra sólida. Los electrones secundarios son valiosos para mostrar la morfología y la topografía de las muestras; y los electrones de retrodispersión son más valiosos para ilustrar contrastes en la composición de las muestras.

Una característica importante de SEM es que podemos observar muestras en tres dimensiones en contraste con la microscopía electrónica de transmisión en donde las muestras son observadas en dos dimensiones, lo cual representa una pérdida en información relacionada con el espesor. Además de que para ésta última técnica la preparación de la muestra debe ser lo suficientemente delgada como para ser transparente al haz de electrones.

Entre las ventajas que presenta SEM respecto a la microscopía electrónica de transmisión (MET o TEM, por sus siglas en inglés) es la versatilidad derivada en gran medida de la gran variedad de interacciones que sufre el haz de electrones en el espécimen y la preparación. Las interacciones pueden dar información sobre la composición del espécimen, topografía, cristalografía, potencial eléctrico, campo magnético local, etc. En el TEM como en el SEM las interacciones pueden ser divididas en dos clases.

- a) Fenómenos de dispersión elástica que afectan las trayectorias del haz de electrones dentro del espécimen sin alterar la energía cinética de los electrones. La dispersión elástica es responsable del fenómeno de retrodispersión electrónica que es la responsable de la formación de algunas técnicas de observación en SEM.
  
- b) Eventos de dispersión inelástica, dan como origen a diferentes tipos de señales como resultado de la pérdida de energía o transferencia de energía a los átomos del espécimen que conducen a la generación de electrones secundarios, electrones Auger, rayos X característicos y bremsstrahlung (el continuo o fondo), pares electrón agujero en semiconductores y aislantes, radiación electromagnética de longitud de onda larga en el visible, radiaciones ultravioleta e infrarroja del espectro, vibraciones de la red (fonones) y oscilaciones colectivas de los electrones en los metales (plasmones).

Los dos tipos de microscopía deben trabajar en un sistema de vacío tal que permita el viaje del haz de electrones a través de la columna. El sistema de vacío en general es similar. Dependiendo de las necesidades del equipo y las técnicas a utilizar será el nivel de vacío requerido Fig x)

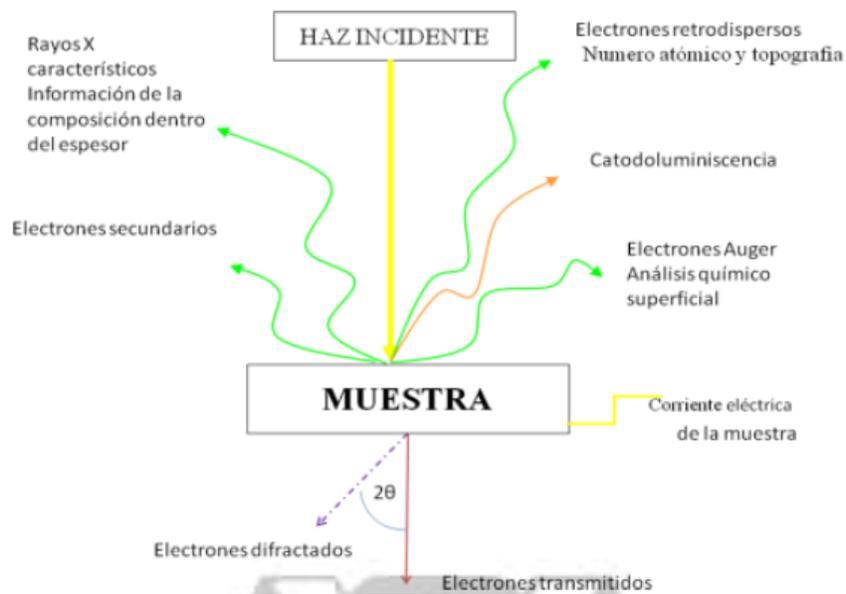


Figura 7. Interacción de los electrones con la muestra obtenidas mediante SEM.

El SEM se utiliza rutinariamente para generar imágenes de alta resolución de las formas de los objetos y para mostrar las variaciones espaciales en la composición química: a) la adquisición de mapas elementales o análisis químico *in situ*; b) la discriminación de las fases en función del número atómico medio; y c) mapas composicionales basados en las diferencias entre los elementos metálicos.

Actualmente, no hay ningún otro instrumento con la amplitud en las aplicaciones en el estudio de materiales sólidos que se compare con el SEM. Este instrumento es fundamental en todos los ámbitos que requieren una caracterización de materiales sólidos. La mayor parte de los SEM son relativamente fáciles de operar y muchas aplicaciones requieren una preparación mínima de la muestra.

La principal limitación que presenta el SEM es que únicamente funciona para muestras sólidas y deben caber en la cámara del microscopio. El tamaño máximo en dimensiones

horizontales es generalmente del orden de 10cm y verticalmente rara vez excederá los 40mm.

Se debe aplicar un recubrimiento eléctrico a muestras que son eléctricamente aislantes para el estudio en microscopios convencionales. La preparación de la muestra puede ser mínima o elaborada para el análisis en SEM, dependiendo de la naturaleza de las muestras y los datos requeridos. La preparación mínima incluye la adquisición de una muestra que se ajuste a la cámara del SEM. Las muestras aislantes eléctricamente están recubiertas con una capa delgada de un material conductor (carbón, oro o algún otro metal o aleación). La elección del material de recubrimiento depende de los datos que se buscan: el carbono es deseable para análisis elementales, mientras que el oro u otros metales son más efectivos para aplicaciones de imágenes de electrones en alta resolución. Las muestras no conductoras pueden ser analizadas sin revestimiento, pero se necesita un SEM capaz de operar a bajo vacío.

### 3.Planteamiento del problema

La corrosión es un problema industrial importante pues puede causar accidentes por deterioro, y además, representa un costo económico importante para las empresas. Con el  $Y_2O_3$  se busca prevenir la corrosión de materiales ferrosos tales como el acero principalmente, pudiendo ser empleado, también, para prevenir la corrosión de materiales ricos en zinc. En virtud de la estabilidad termodinámica del óxido de itrio (hasta  $2325^{\circ}C$ ) y su alta temperatura de fusión ( $2439^{\circ}C$ ). En estudios previos, partículas de  $Y_2O_3$  al ser añadidas en aleaciones base aluminio, han mejorado notablemente las propiedades físicas de dicha aleación en todos los procesos de manufactura de éstas. El  $Y_2O_3$  al ser sintetizado por descomposición térmica presenta ventajas, tales como, buen rendimiento y el costo de los reactivos con respecto al costo del producto final en el mercado.

## **4.Hipótesis**

Por medio de la reacción, entre nitrato de itrio e hidróxido de amonio, y una descomposición térmica del intermediario, hidróxido de itrio, se producirá óxido de itrio para su estudio microestructural y su posible aplicación como un material de revestimiento en aleaciones para evitar la corrosión.

## 5. Objetivos

### 5.1 Objetivo General

Sintetizar partículas de  $Y_2O_3$  y analizar su morfología estructural mediante Microscopia electrónica de Barrido (SEM).

### 5.2 Objetivos específicos

- Realizar una evaluación teórica para seleccionar la reacción más eficiente para preparar  $Y_2O_3$ .
- Sintetizar partículas de  $Y_2O_3$  mediante una reacción eficiente.
- Analizar la morfología microestructural de las partículas obtenidas de  $Y_2O_3$  usando SEM.

## 6. Material y Métodos

### 6.1 Infraestructura

A continuación se lista la infraestructura mínima necesaria para llevar a buen término el desarrollo experimental del presente trabajo de tesis, cabe destacar que el material utilizado y los equipos requeridos son parte de nuestra Universidad, algunos de ellos se encuentran en el Instituto de Ciencias Físicas, y algunos otros como los utilizados en la técnica de caracterización serán utilizados, cubriendo el costo correspondiente, en el Instituto de Investigación en Materiales.

#### a) Equipo

- Balanza analítica
- Mufla ThermoScientific
- Microscopio electrónico de barrido marca Jeol modelo JSM-7600F

#### b) Reactivos

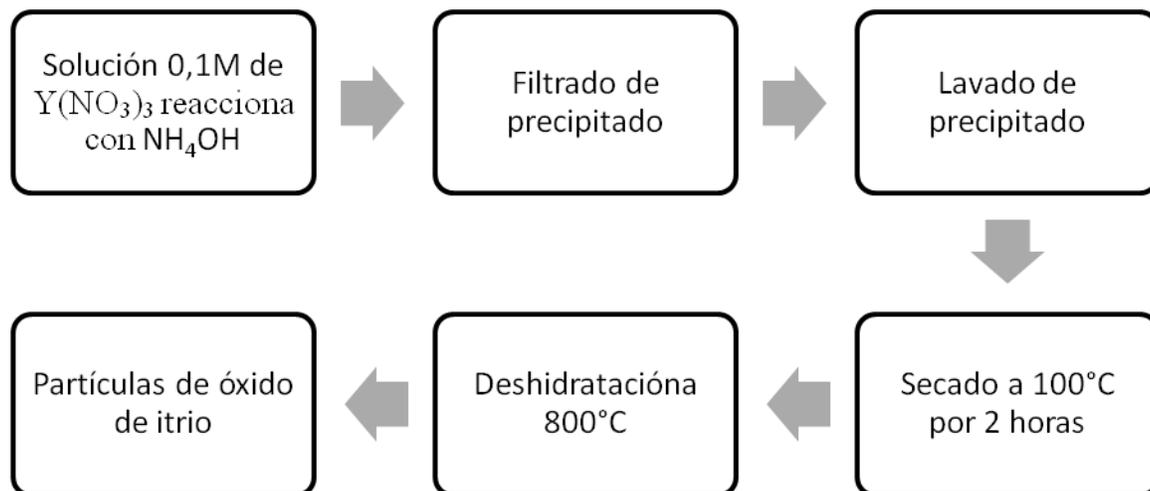
- Nitrato de itrio hexahidratado ( $Y_2O_3 \cdot 6H_2O$ ) grado analítico 99.8%
- Hidróxido de amonio al 28%v/v grado analítico.

#### c) Material

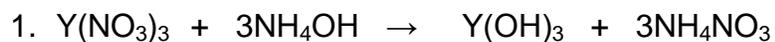
- Vaso de precipitados 150mL
- Probeta 25mL
- Pipeta graduada 5mL
- Crisol de porcelana 50mL

## 6.2 Metodología

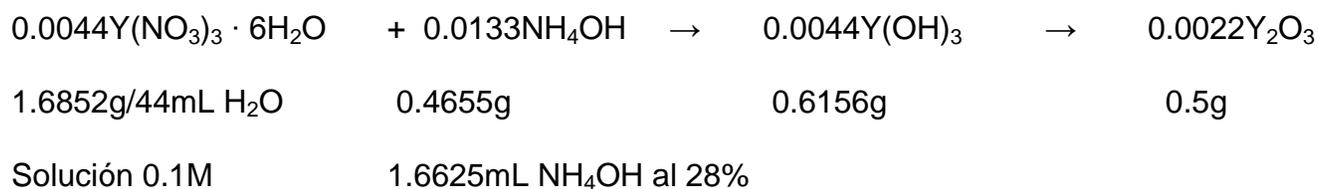
El siguiente diagrama muestra la técnica utilizada para la síntesis de partículas de  $Y_2O_3$ :



La técnica anterior se basa en las siguientes reacciones:



Las reacciones 1 y 2 se pueden expresar de manera sintetizada y con la cantidad de moles utilizadas, como se muestra a continuación, además también se expresa la cantidad de reactivos que se utilizó y la cantidad de producto que se esperaba obtener de manera cuantitativa.



Se realizará una evaluación experimental de las reacciones aumentando la cantidad de producto que se quiere obtener, es decir, se hará un escalamiento del proceso.

Las partículas obtenidas se analizarán por medio del microscopio electrónico de barrido analizando su microestructura.

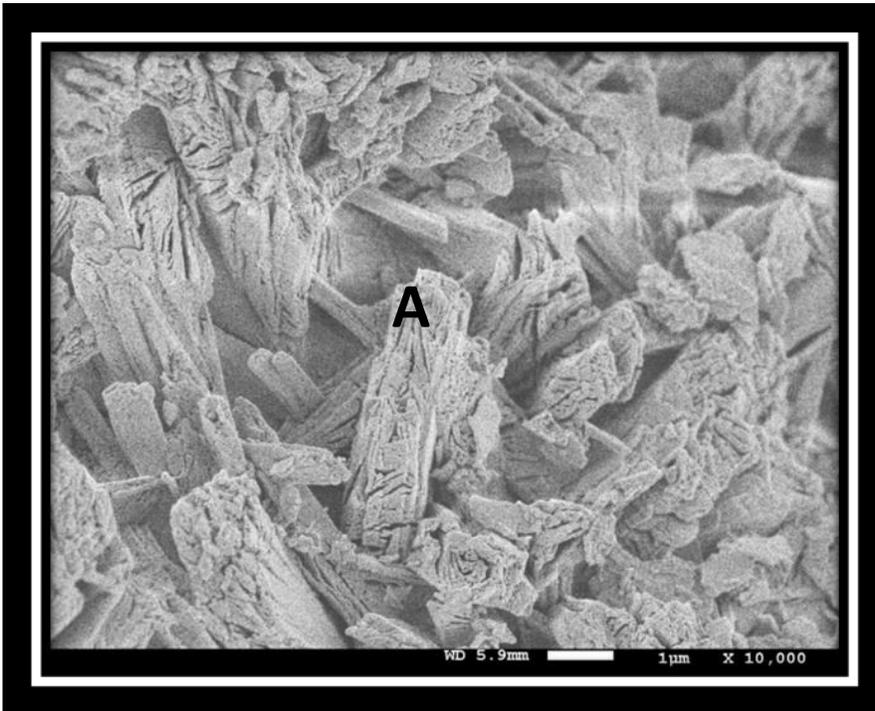
## 7.Resultados

Toda vez que se realizó el análisis de las posibles reacciones, llevamos a cabo la síntesis de  $Y_2O_3$  por la metodología ya mencionada, en la cual obtuvimos los resultados que se muestran en la tabla 1.

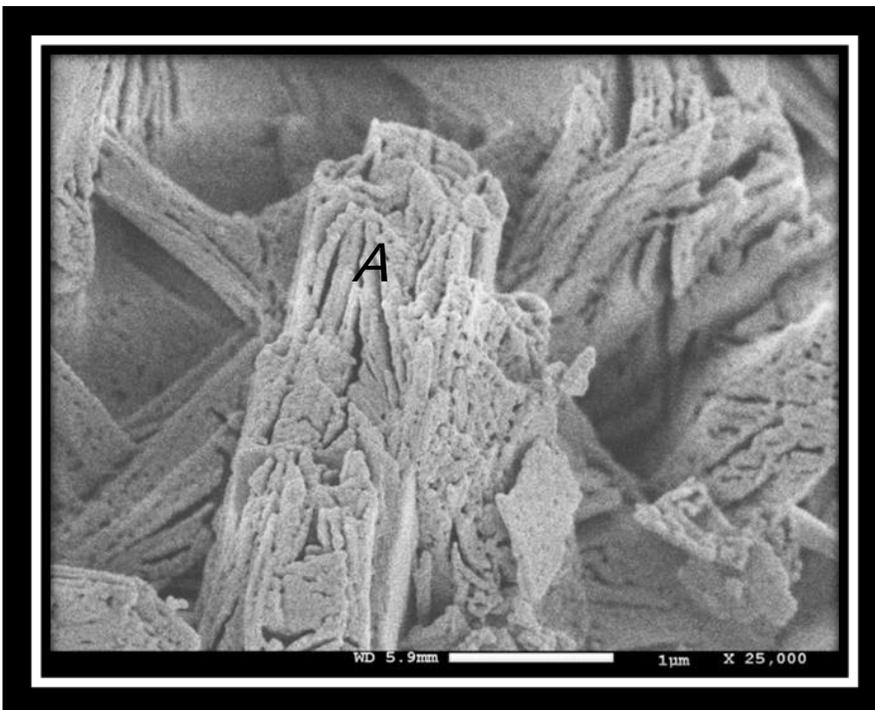
*Tabla 3. Resultados experimentales de la síntesis de  $Y_2O_3$ .*

Prueba	$Y(NO_3)_3$ (g)	$NH_4OH$ 28% (mL)	$Y(OH)_3$ (g)	$Y_2O_3$ (g)	Rendimiento (%)
1	1.70	1.90	0.66	0.53	96.36
2	1.70	1.90	0.67	0.54	98.18
3	1.71	1.90	0.67	0.53	95.80
4	1.70	1.90	0.67	0.54	98.18
5	1.71	1.90	0.68	0.54	97.60

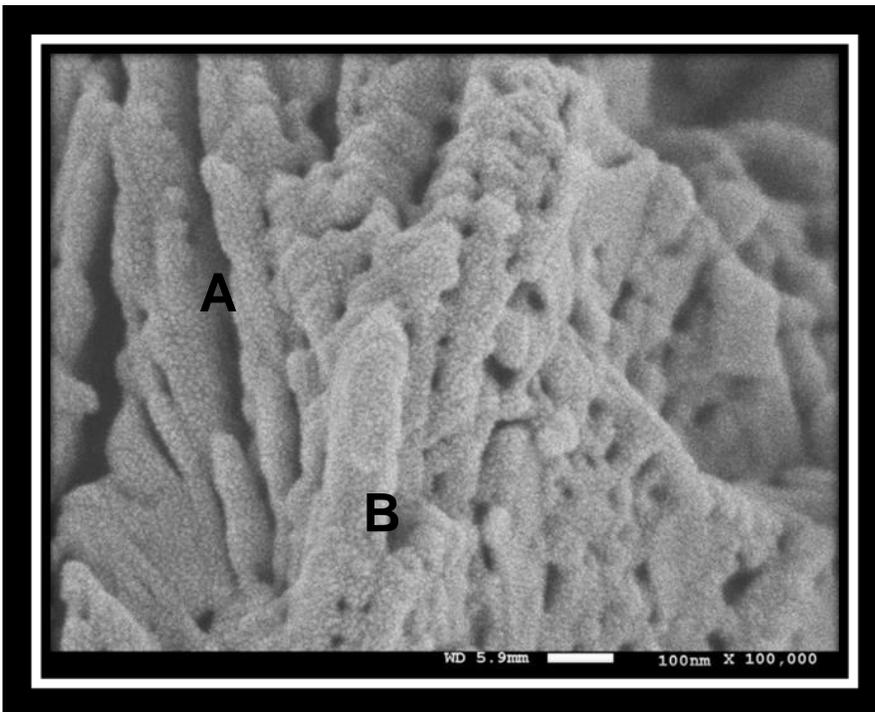
Las partículas de  $Y_2O_3$  obtenidas fueron recubiertas, con vapor de oro con un espesor aproximado de  $5\mu m$ , y observadas por microscopía electrónica de barrido, arrojando las siguientes imágenes.



*Figura 8. Micrografía correspondiente a las partículas de óxido de itrio obtenido mediante SEM con una amplificación de 10000x.*

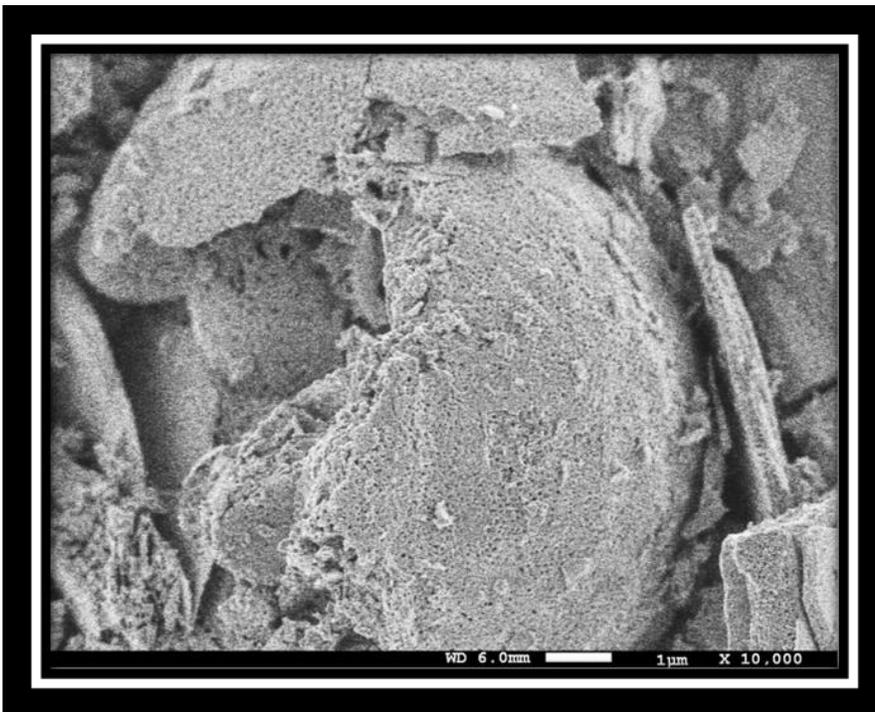


*Figura 9. Micrografía correspondiente a las partículas de óxido de itrio obtenido mediante SEM con una amplificación de 25000x.*

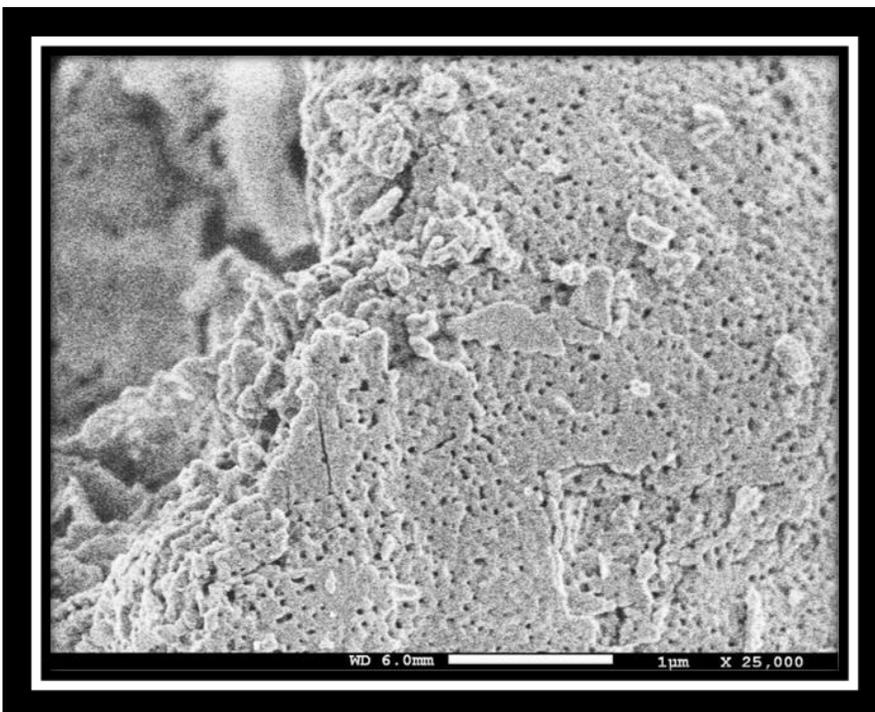


*Figura 10. Micrografía correspondiente a las partículas de óxido de itrio obtenido mediante SEM con una amplificación de 100000x, la ampliación de las partículas observadas permite identificar detalles morfológicos tales como porosidad y el predominio de capas superficiales.*

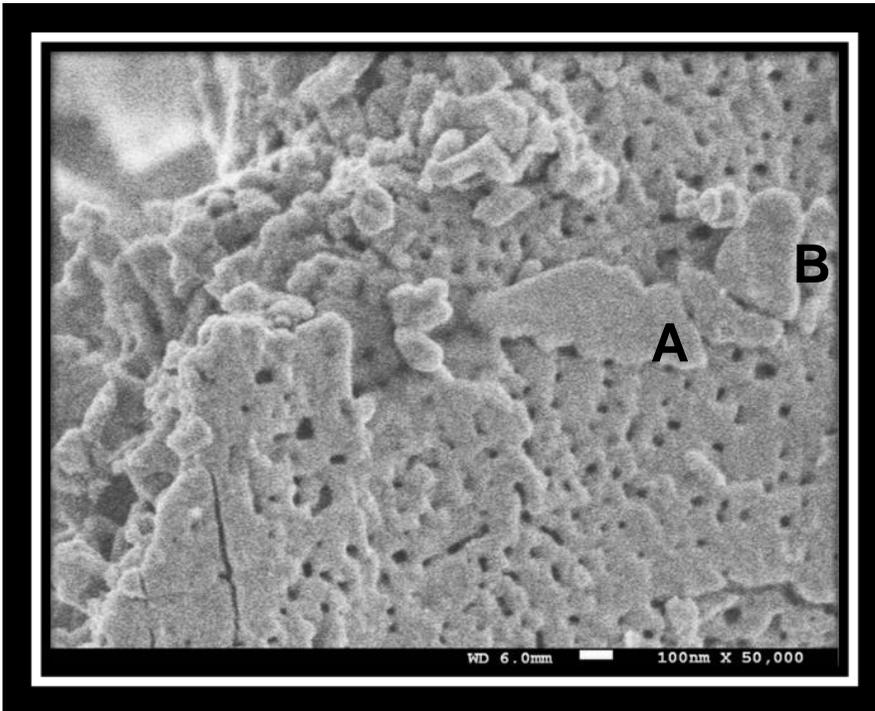
En la observación realizada a las micrografías 8, 9 y 10 se puede apreciar la morfología predominante de las partículas de óxido de itrio. De manera que nuestra síntesis da como resultado partículas de óxido de itrio con morfología tubular irregular. Las dimensiones de dichos tubos oscilan entre 2 y 3  $\mu\text{m}$ , lo anterior se puede apreciar claramente en la Figura 8 y 9. Estas partículas presentan porosidades con dimensiones que oscilan entre 10 y 50 nm, como las que se encuentran en el centro de la Figura 10. En la Figura 10, que es un aumento de la sección A de la Figura 8 y 9, se puede apreciar como los polvos de óxido de itrio están constituidos por filamentos con diámetro aproximado de 100nm, estos filamentos se perciben claramente en la sección A y B de dicha Figura.



*Figura 11. Micrografía correspondiente a las partículas de óxido de itrio obtenido mediante SEM 10000x.*

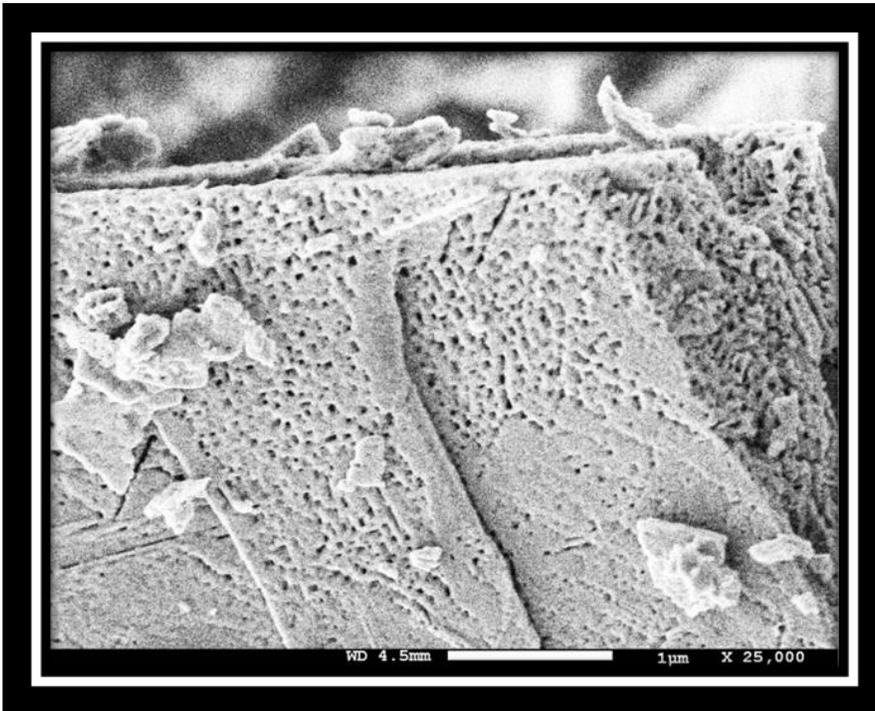


*Figura 12. Micrografía correspondiente a las partículas de óxido de itrio obtenido mediante SEM con una amplificación de 25000x.*

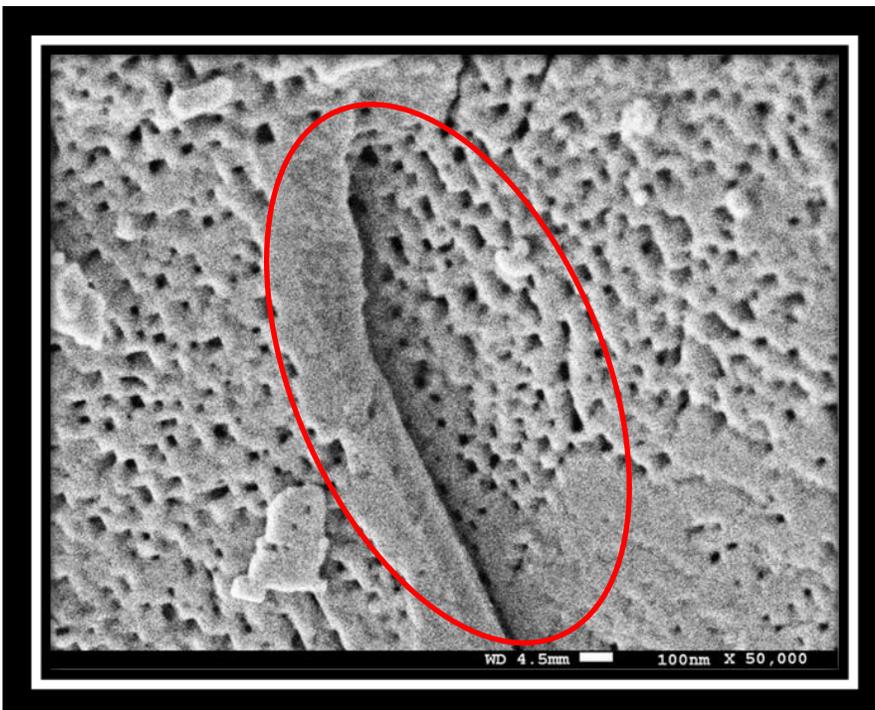


*Figura 13. Micrografía correspondiente a las partículas de óxido de itrio obtenido mediante SEM con una amplificación de 50000x.*

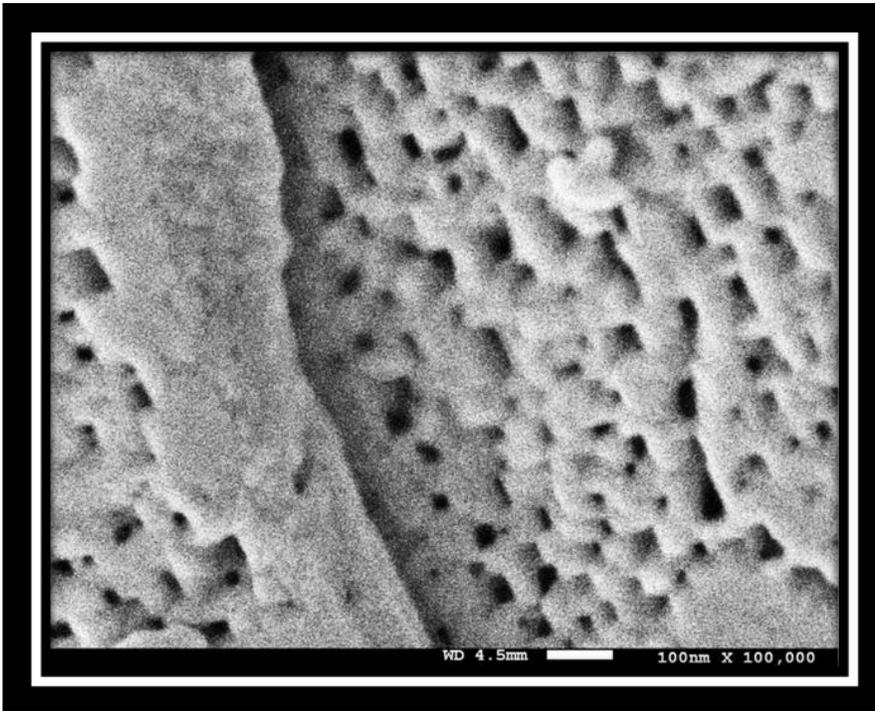
En las imágenes 11, 12 y 13 se hace la observación de una partícula de óxido de itrio a diferentes enfoques. En la Figura 11 se puede observar la morfología irregular de una partícula la cual tiene una morfología circular irregular, con un diámetro aproximado de  $5\mu\text{m}$ , prácticamente el doble de tamaño que las partículas que se observan en la Figura 1. En la Figura 12 y 13 se aprecian la gran cantidad de poros que posee dicha partícula, los poros poseen un diámetro entre los 20 y 50nm. En la Figura 13 se pueden percibir en la zona A y B unos conglomerados que no presentan porosidad, esto se debe al oro utilizado para cubrir a las partículas.



*Figura 14. Micrografía correspondiente a las partículas de óxido de itrio obtenido mediante SEM con una amplificación de 25000x.*

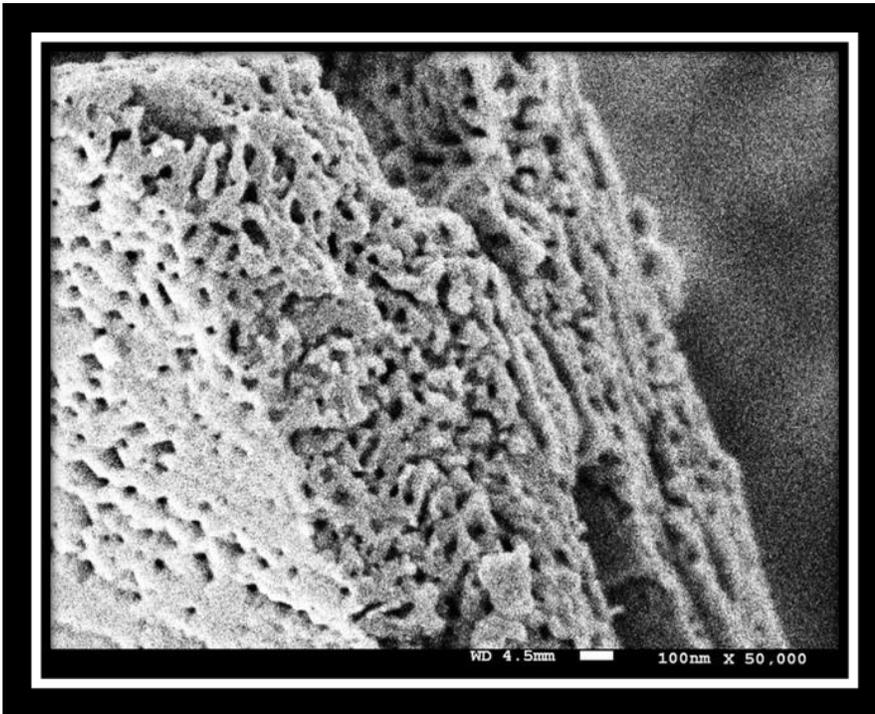


*Figura 15. Micrografía correspondiente a las partículas de óxido de itrio obtenido mediante SEM con una amplificación de 50000x.*

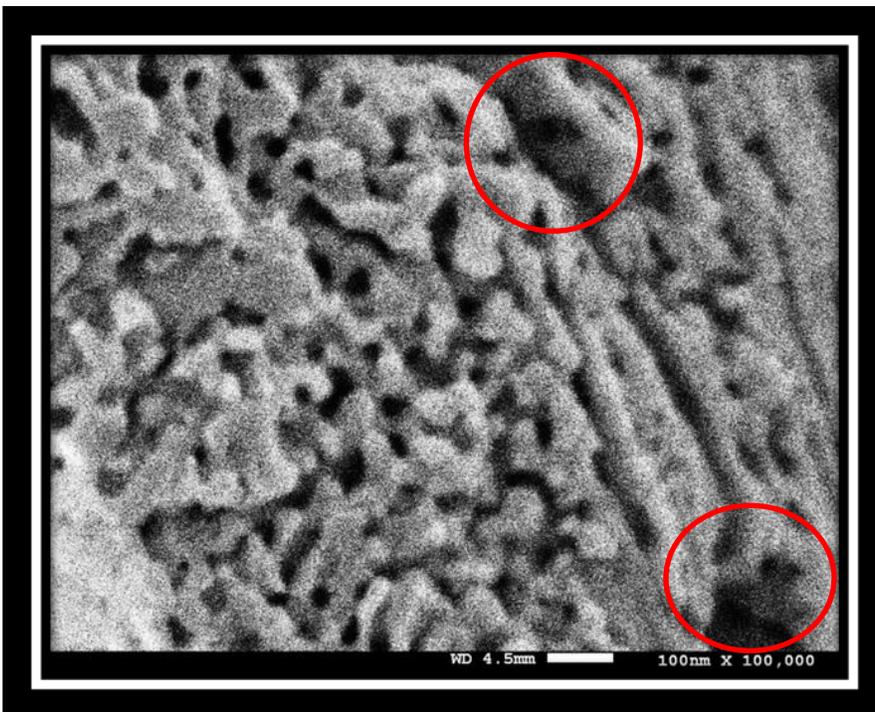


*Figura 16. Micrografía correspondiente a las partículas de óxido de itrio obtenido mediante SEM con una amplificación de 100000x.*

En la Figura 14, 15 y 16 se observa una partícula con una forma rectangular irregular, la cual cuenta con poros (alrededor de 5 poros, que oscilan entre 10 y 50nm de diámetro, por cada 10000 nm<sup>2</sup>). Aparentemente esta partícula tiene una fisura en su cuerpo, la cual se puede apreciar como una línea vertical, a nuestra escala dimensional, que se encuentra en el centro de la Figura 15.

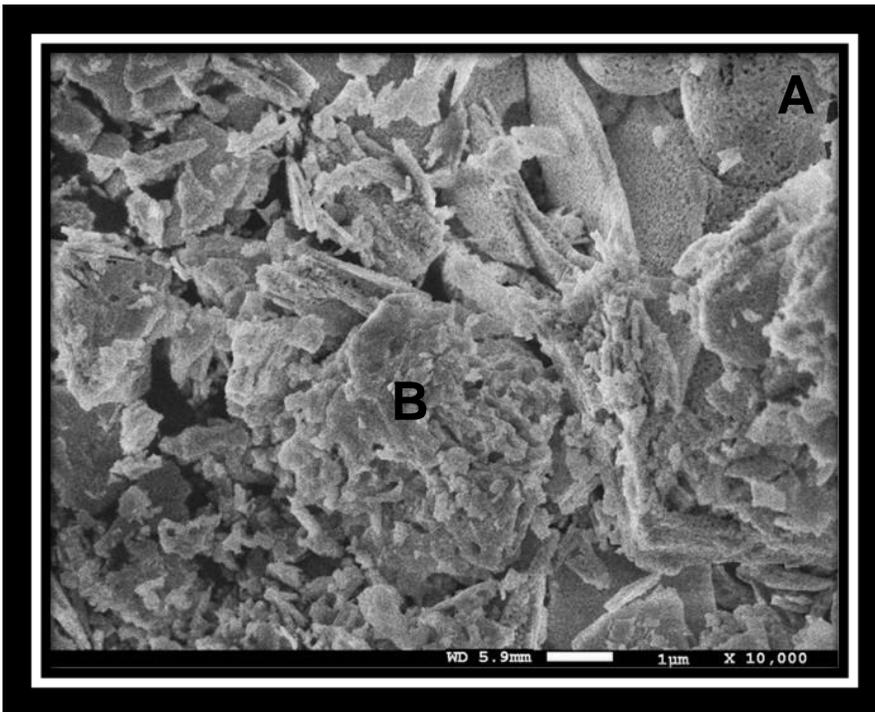


*Figura 17. Micrografía correspondiente a las partículas de óxido de itrio obtenido mediante SEM con una amplificación de 50000x.*

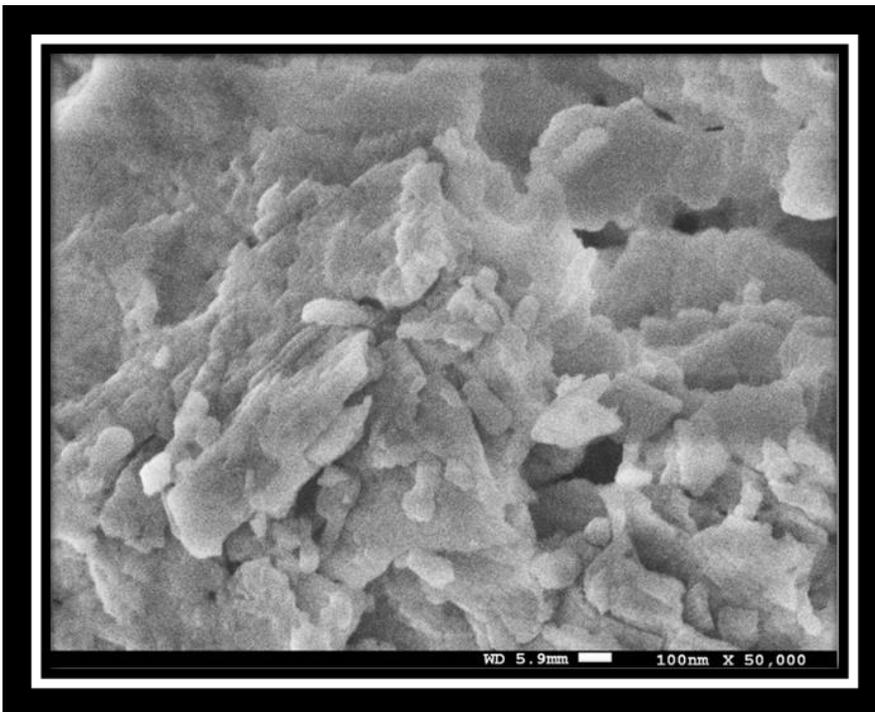


*Figura 18. Micrografía correspondiente a las partículas de óxido de itrio obtenido mediante SEM con una amplificación de 100000x.*

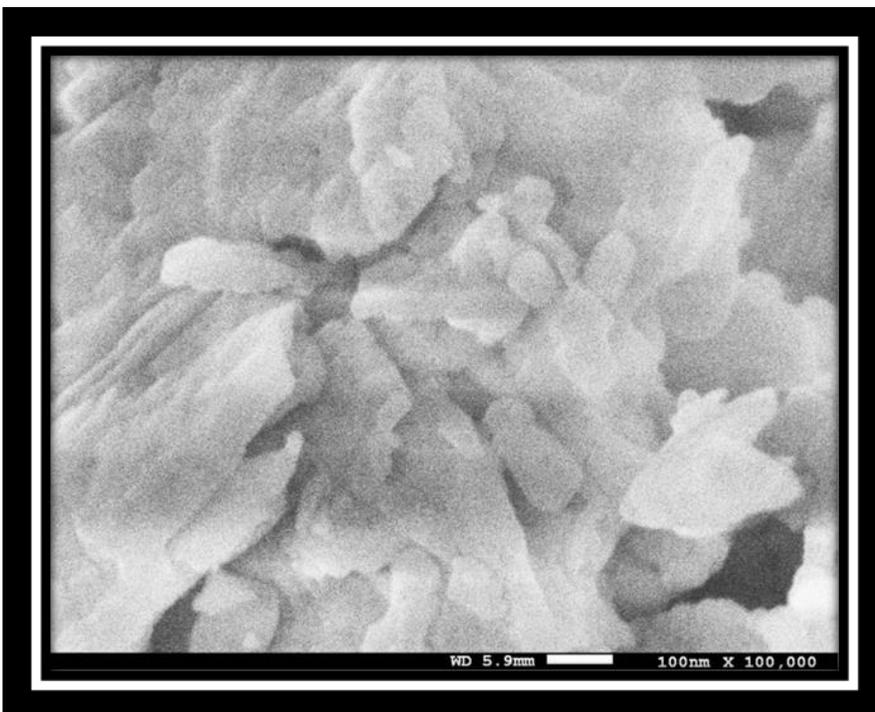
En las imágenes 17 y 18 se observa la pared de una partícula de óxido de itrio en un par de aumentos diferentes. En esta partícula se puede percibir la porosidad que ya hemos observado con anterioridad. Poros con un diámetro de entre 10 y 50nm. Además, en la Figura 17 es posible observar a las 12 y a las 5 algunas cavidades profundas sobre el relieve de estas partículas. La Figura 18 muestra los poros con un aumento de 100000x y nos ayuda a observar claramente la cantidad de poros que puede haber en la superficie de las partículas de óxido de itrio.



*Figura 19. Micrografía correspondiente a las partículas de óxido de itrio obtenido mediante SEM con una amplificación de 10000x.*

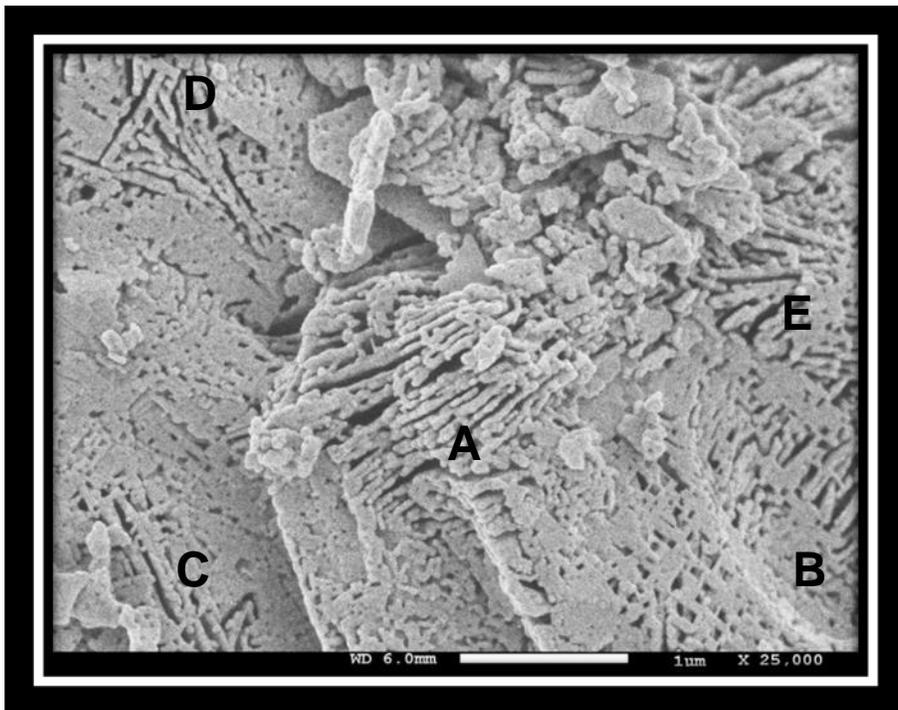


*Figura 20. Micrografía correspondiente a las partículas de óxido de itrio obtenido mediante SEM con una amplificación de 50000x.*

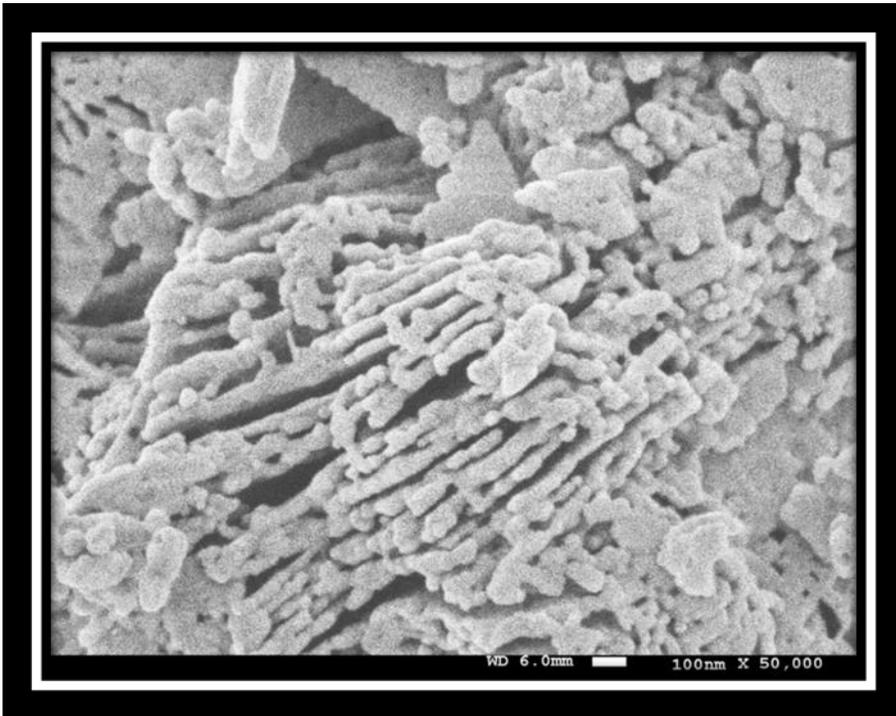


*Figura 21. Micrografía correspondiente a las partículas de óxido de itrio obtenido mediante SEM con una amplificación de 100000x.*

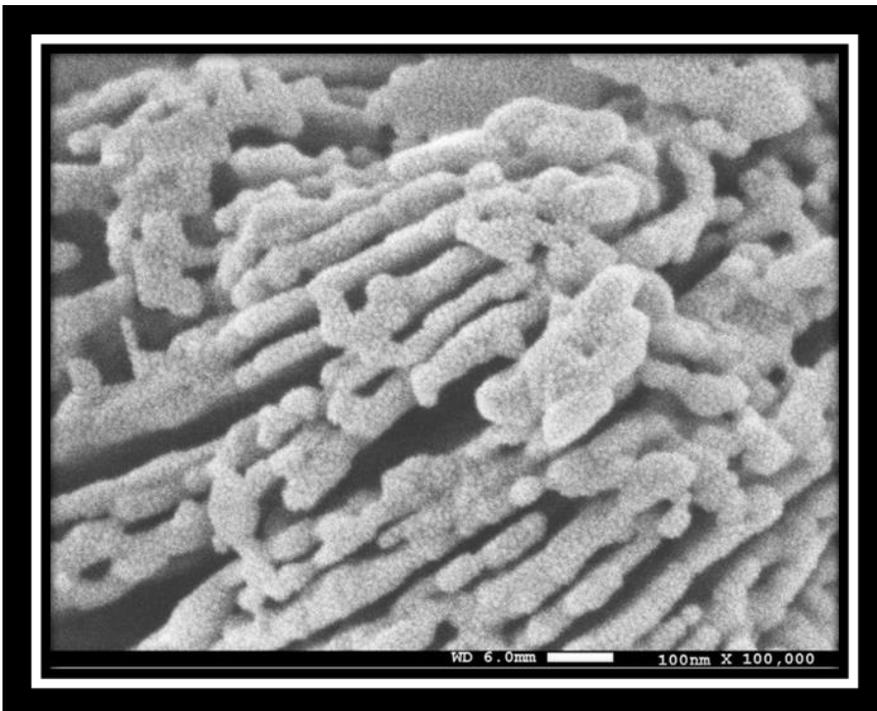
En la Figura 19 es posible observar a diferentes partículas, en la cual se destaca su superficie irregular. Además es posible observar diferentes morfologías entre partículas, en la sección A vemos partículas de forma circular con un diámetro aproximado de  $2\ \mu\text{m}$  y con una superficie más plana; mientras que, en la sección B se observan partículas más irregulares en su superficie y algunas de ellas con un diámetro menor a  $1\ \mu\text{m}$ . La Figura 20 y 21, la cual muestra un aumento en la sección B de la Figura 19, hace notar como se encuentran varias partículas pegadas entre sí, lo cual provoca que se note una superficie muy irregular, además se aprecia claramente las diferentes dimensiones de las partículas.



*Figura 22. Micrografía correspondiente a las partículas de óxido de itrio obtenido mediante SEM con una amplificación de 25000x.*



*Figura 23. Micrografía correspondiente a las partículas de óxido de itrio obtenido mediante SEM con una amplificación de 50000x.*

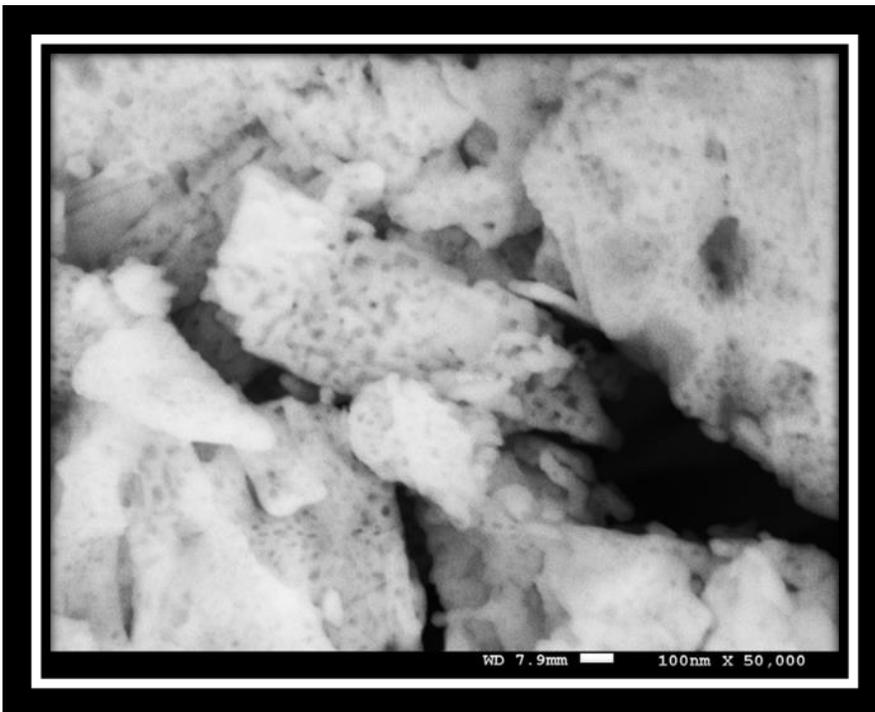


*Figura 24. Micrografía correspondiente a las partículas de óxido de itrio obtenido mediante SEM con una amplificación de 100000x.*

En la Figura 22 se pueden notar las paredes de algunas partículas de óxido de itrio, las cuales, además de su porosidad, también muestran cavidades alargadas en A, B, C, D y E. Se observa una superficie con un relieve irregular, el cual es más notorio en la Figura 23. Las cavidades A de la Figura 22 se observan con un mayor aumento en las Figuras 23 y 24. Estas cavidades poseen un diámetro de entre 100 a 400nm.



*Figura 25. Micrografía correspondiente a las partículas de óxido de itrio obtenido mediante SEM con una amplificación de 10000x.*



*Figura 26. Micrografía correspondiente a las partículas de óxido de itrio obtenido mediante SEM con una amplificación de 50000x.*

En la Figura 25 se percibe un aglomerado de partículas de óxido de itrio. Las partículas que forman el aglomerado son de diferentes dimensiones, son desde  $1\ \mu\text{m}$  (A) hasta  $4\ \mu\text{m}$  (B). Además, en la Figura 26, que muestra un aumento mayor de la Figura 25, se puede apreciar pequeños puntos sobre la superficie de las partículas observadas, los cuales son poros, como los observados en las imágenes previas.



*Figura 27. Micrografía correspondiente a las partículas de óxido de itrio obtenido mediante SEM con una amplificación de 10000x.*



*Figura 28. Micrografía correspondiente a las partículas de óxido de itrio obtenido mediante SEM con una amplificación de 25000x.*

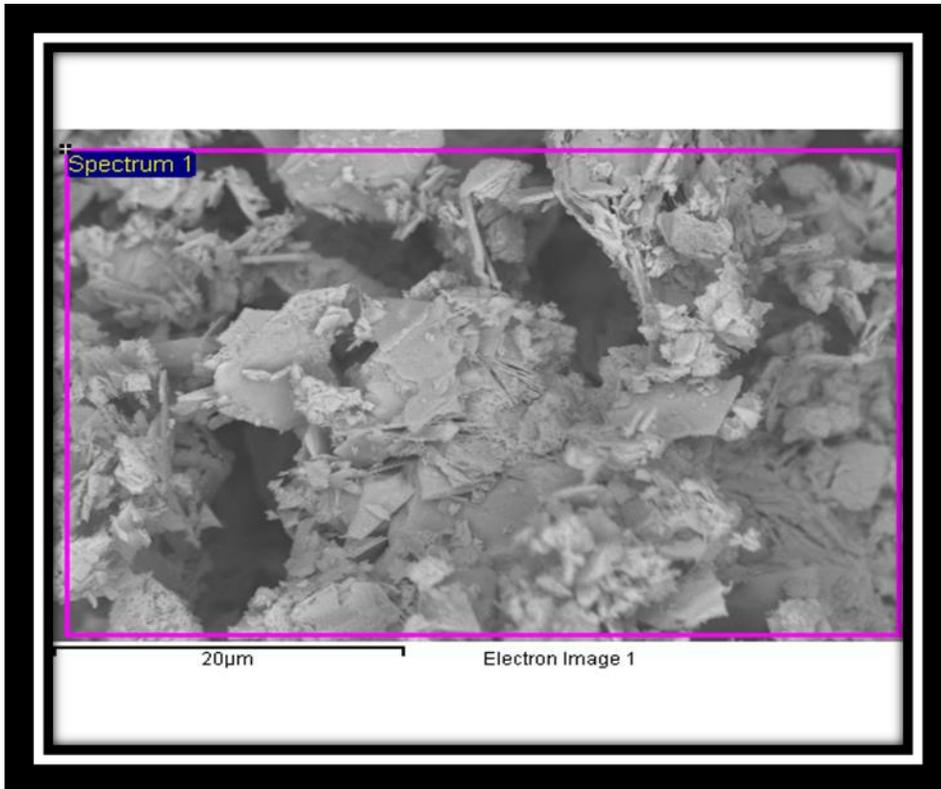


*Figura 29. Micrografía correspondiente a las partículas de óxido de itrio obtenido mediante SEM con una amplificación de 50000x.*

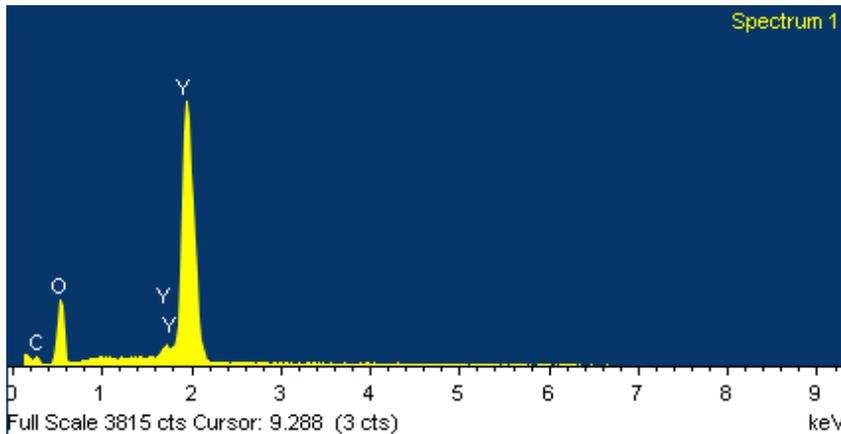
En la Figura 27, al tratarse de una Figura con un aumento pequeño, apenas 10000x, es posible observar un aglomerado de partículas de óxido de itrio, donde se aprecia una morfología irregular en dichas partículas. El relieve formado en el centro de la Figura 28, se puede asegurar que está formado por trazas de un excedente de oro, ya que éstas no presentan porosidad al observarse con un mayor aumento, como en la Figura 29, donde se observan con un aumento de 50000x y se pueden observar poros sobre la superficie de las partículas.

En otros resultados, buscando complementar la caracterización y como prueba de identidad, se le realizó un análisis de contenido a las partículas obtenidas, en cuatro diferentes muestras:

## Muestra 1



*Figura 30. Fotomicrografía obtenida mediante SEM, la cual permite la observación del óxido de itrio.*



*Gráfico 1. Espectro correspondiente al análisis de Rayos-X obtenido por microanálisis mediante el SEM.*

El gráfico 1 muestra un espectro de análisis con un pico en 0.5keV y otro pico en 1.9keV correspondientes al itrio. Los dos elementos detectados corresponden a nuestro compuesto

de trabajo. En 0.2keV se observa un pico correspondiente al carbono.

Muestra 2

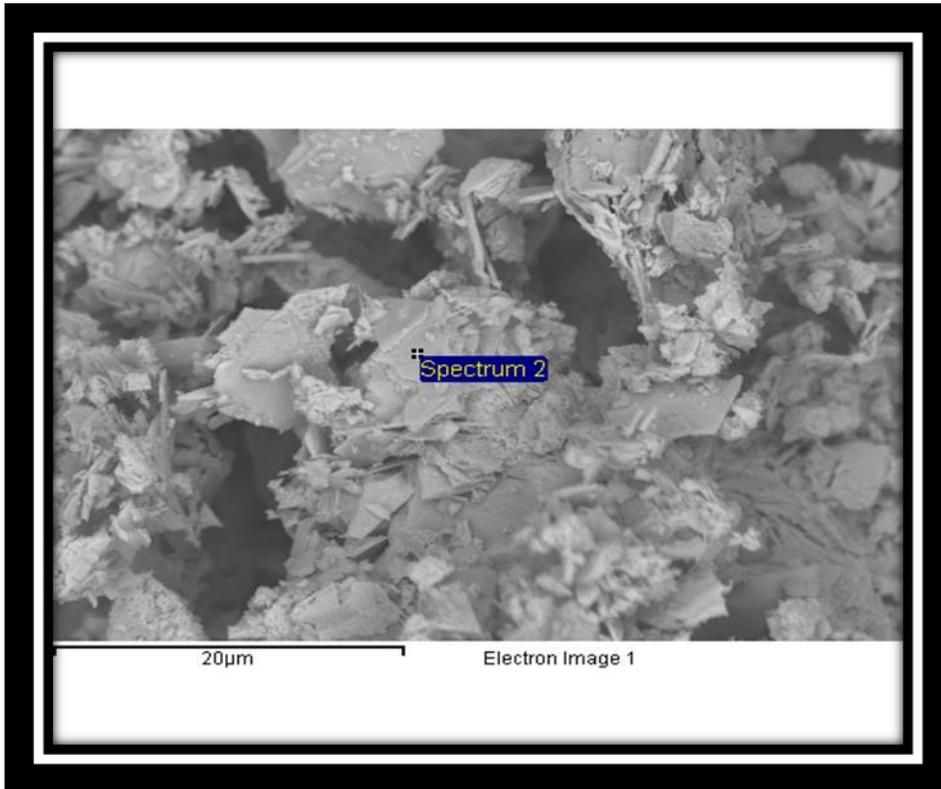


Figura 31. Fotomicrografía obtenida mediante SEM, la cual permite la observación del óxido de itrio.

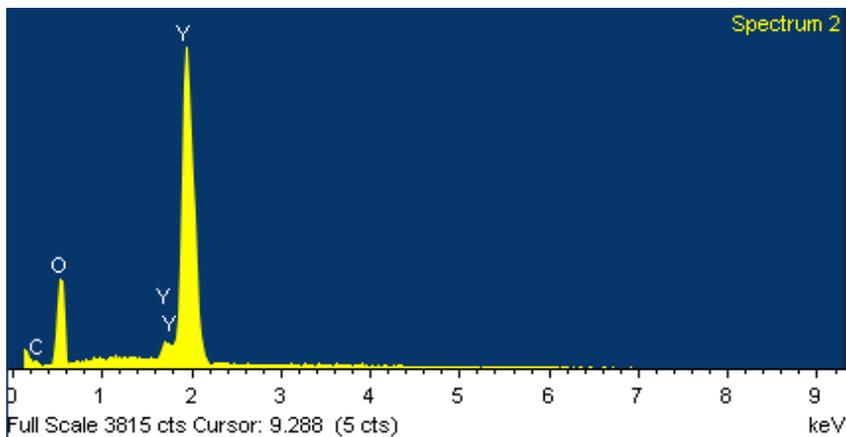


Gráfico 2. Espectro correspondiente al análisis de Rayos-X obtenido por microanálisis mediante el SEM.

El gráfico 2 muestra un pico en 0.5keV y otro pico en 1.9keV correspondientes al itrio. Los dos elementos detectados corresponden a nuestro compuesto de trabajo. En 0.2keV se observa un pico correspondiente al carbono.

Muestra 3

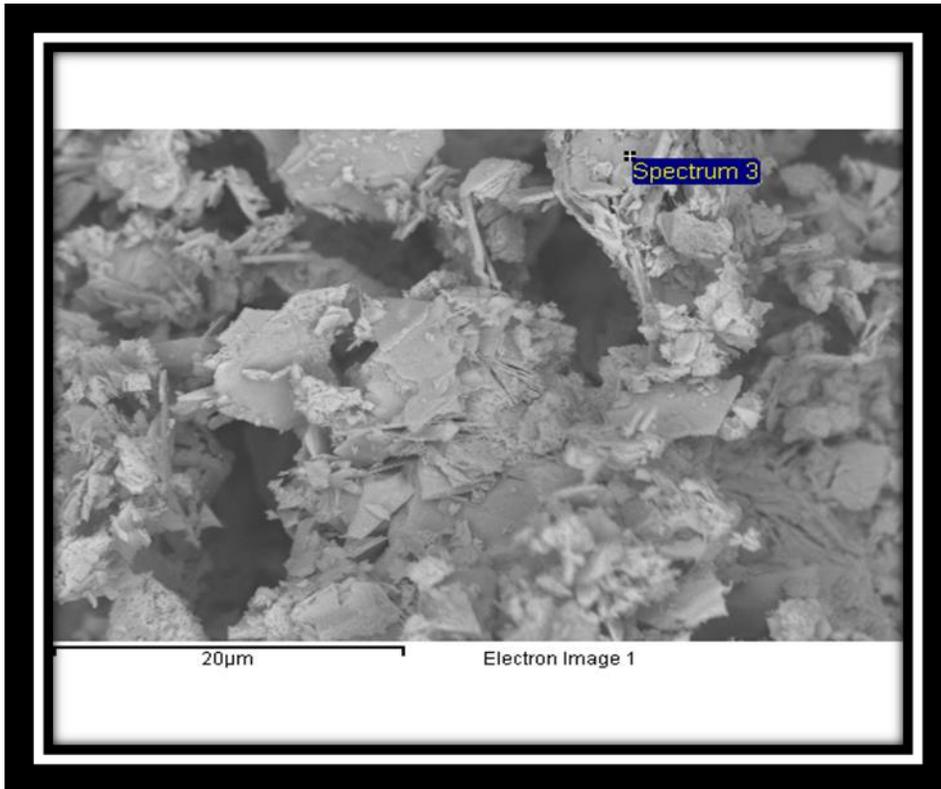


Figura 32. Fotomicrografía obtenida mediante SEM, la cual permite la observación del óxido de itrio.

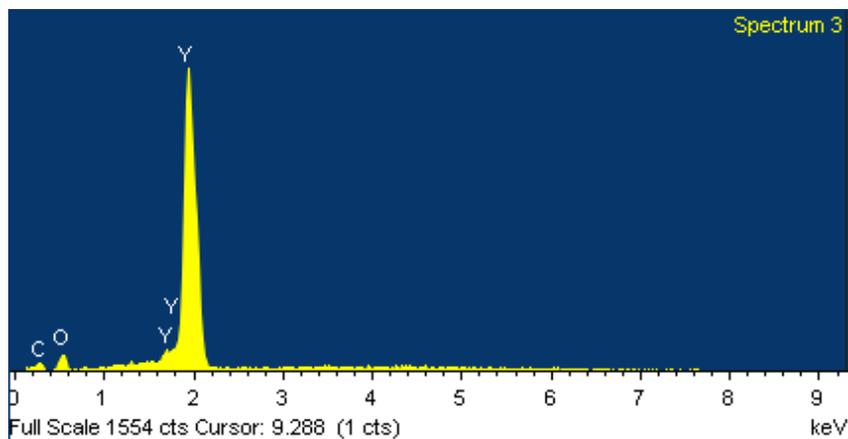
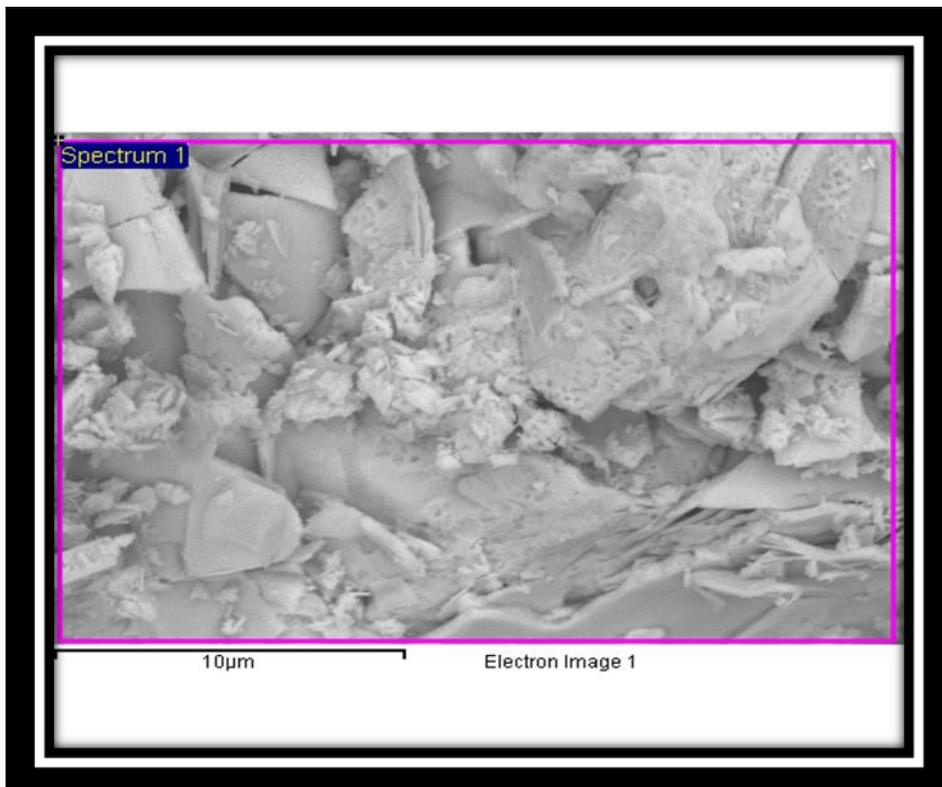


Gráfico 3. Espectro correspondiente al análisis de Rayos-X obtenido por microanálisis

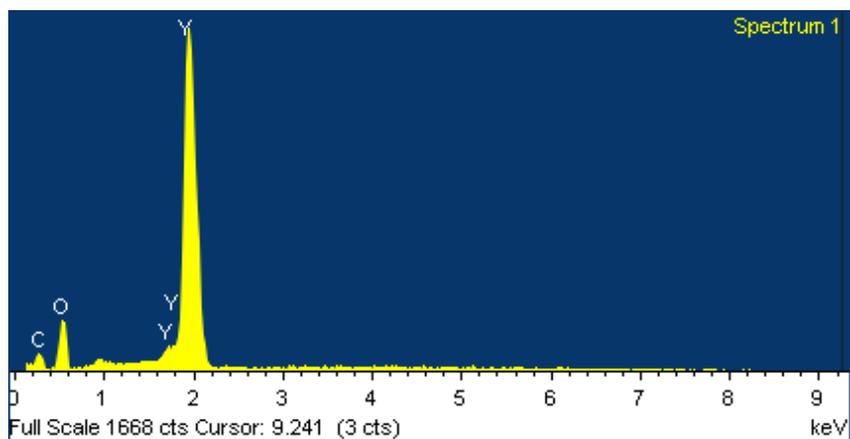
*mediante el SEM.*

El gráfico 3 muestra un pico en 0.5keV y otro pico en 1.9keV correspondientes al itrio. Los dos elementos detectados corresponden a nuestro compuesto de trabajo. En 0.2keV se observa un pico correspondiente al carbono.

*Muestra 4*



*Figura 33. Fotomicrografía obtenida mediante SEM, la cual permite la observación del óxido de itrio.*



*Figura 34. Espectro correspondiente al análisis de Rayos-X obtenido por microanálisis mediante el SEM.*

El gráfico 4 muestra un pico en 0.5keV y otro pico en 1.9keV correspondientes al itrio. Los dos elementos detectados corresponden a nuestro compuesto de trabajo. En 0.2keV se observa un pico correspondiente al carbono.

## 8. Discusión de Resultados

El rendimiento obtenido en la síntesis de las partículas de  $Y_2O_3$  (>95%) es algo que se ha obtenido con anterioridad en algunos otros trabajos. Tal es el caso de Kaygusuz et al. [34] quien observó rendimientos mayores al 90% partiendo, también, de nitrato de itrio. Sin embargo, en ese trabajo, ellos utilizaron algunos otros reactivos como glicina y alginato de sodio, lo cual eleva considerablemente el costo de su reacción, pues este último reactivo tiene un costo de 2316.60 MN el Kilogramo (según catálogo Sigma-Aldrich).

Otro caso donde se observa un rendimiento equiparable al de la síntesis de este trabajo, fue el realizado por Aghazadeh et al. [35] solamente que utilizaron otro compuesto como punto partida. Ellos utilizaron cloruro de itrio cuyo precio oscila en 12500.00 MN/500g, en comparación con el nitrato de itrio, cuyo precio se encuentra en 6335.00 MN/500g (según catálogo Sigma-Aldrich).

J. Mouzon y M. Odén [36] realizaron también la síntesis de partículas de  $Y_2O_3$  a partir de nitrato de itrio, aunque ellos lo hicieron reaccionar con glicina. Su rendimiento es de 90%, lo cual sugiere que nuestro proceso es más eficiente si comparamos nuestro rendimiento por encima del 95%.

Analizando diferentes trabajos, realizados desde el 2003 a la fecha, sobre la caracterización del óxido de itrio se puede afirmar que estas imágenes son inéditas. Aunque, en anteriores trabajos ya se había reportado que este material presenta poros sobre su morfología, no se había observado características morfológicas como las obtenidas en nuestro trabajo, la morfología observada muestra una forma tubular, cuadrada y circular de algunas partículas. La presencia de poros en las partículas parece ser algo común, pues se encontraron

referencias que reportan imágenes tomadas por SEM donde se observan partículas que poseen estos poros en la superficie.

H. Gong et al.<sup>[37]</sup> sintetizó partículas de óxido de itrio usando como precursor nitrato de itrio y sulfato de amonio. Este trabajo arrojó como resultado únicamente partículas esféricas que tenían dimensiones que oscilaban entre los 25nm y 150nm. En nuestro trabajo se observan partículas que se encuentran dentro de ese rango, aunque en la Figura 21 se pueden observar partículas con unas dimensiones del orden de los  $\mu\text{m}$ , lo cual puede hacernos pensar que las consideradas partículas de la Figura 18, más que ser partículas micrométricas, se trata de un aglomerado de partículas nanométricas. Lo dicho anteriormente sólo se trata de una hipótesis que puede explicar el excesivo tamaño de la partícula mostrada en la Figura 21 en comparación con el resto de las imágenes obtenidas por el SEM, no obstante, en la Figura 21 y 22 no se observan las líneas fronterizas que significarían la unión de dos partículas. Así mismo, en el trabajo de Gong, se analizó el cambio de las dimensiones de las partículas aumentando la temperatura de calcinación de las mismas, y se obtuvo un aumento de tamaño de las partículas conforme aumentaron la temperatura de calcinación que fue desde los 900°C hasta los 1200°C; esa podría ser una variable a analizar en un futuro si se requiere aumentar el tamaño de las partículas. Por otro lado, la conclusión anterior se ve apoyada por el trabajo realizado por Weifan C. et al.<sup>[38]</sup>, quien dos años antes ya había encontrado resultados similares a los obtenidos por Gong pero usando una ruta sol gel, diseñada particularmente para la obtención de nanopartículas. Dicha ruta tiene como precursor al mismo óxido de itrio y al etilenglicol. Weifan obtuvo un aumento en el tamaño promedio de las partículas obtenidas con respecto a la temperatura de calcinación que utilizó.

Sin embargo, en contradicción a los resultados de Gong, está el trabajo realizado por Yongxiu L. et al.<sup>[39]</sup> quien un par de años antes que Gong encontró que al aumentar la temperatura de calcinación en el proceso de síntesis del óxido de itrio, se disminuía el tamaño de las partículas obtenidas. Yongxiu utilizó como precursores, además del nitrato de itrio, el ácido cítrico, salicilato de metilo y acetato de etilo. Lo anterior, únicamente nos confirma la importancia de los precursores pues hasta en el tamaño de las partículas son clave.

Siguiendo con el análisis de otros trabajos sobre síntesis de partículas de óxido de itrio, está el trabajo realizado por S. Balakrishnan et al.<sup>[40]</sup> quienes encontraron partículas, cuyas imágenes son similares a las imágenes 18 y 19 de este trabajo, con dimensiones de entre 5 y 20 $\mu\text{m}$ . Estas partículas tan grandes fueron sintetizadas a partir de nitrato de itrio y ácido cítrico, pero el punto a notar no se trata de los precursores sino la temperatura de calcinación, la cual fue de 800°C (la temperatura mínima para oxidar completamente el nitrato de itrio). Y debido a que H. Gong<sup>[37]</sup> demostró que aumentando la temperatura se puede aumentar el tamaño de las partículas, es difícil creer que con 800°C se obtengan partículas de un tamaño mayor a los 5 $\mu\text{m}$ . Sin duda, el tiempo de calcinación jugó un papel importante en las dimensiones de las partículas, pues Balakrishnan sólo calcinó por 4 horas. Se puede concluir que para aumentar el tamaño de las partículas, además de aumentar la temperatura de calcinación, también se puede disminuir el tiempo de calcinación. En lo demás, los resultados de Balakrishnan también presentan porosidad y una morfología irregular.

En un trabajo de H. Yoshida et al.<sup>[41]</sup> realizaron una sinterización de partículas de óxido de itrio. Aunque el tema de nuestro trabajo es diferente, se deben tener en cuenta los resultados obtenidos por Yoshida, quien encontró que al sinterizar variando el voltaje sobre el campo de

aplicación de las partículas, estas últimas modificarán su tamaño. Las dimensiones del grano aumentaron conforme se aumentó el voltaje. Es claro que durante nuestro proceso no existe algún método de sinterización, sin embargo es importante conocer las variables que afectan las dimensiones de las partículas de óxido de itrio.

Atendiendo el caso de lo observado en la Figura 18 y 19, en cuanto a las dimensiones de la partícula observada, podemos analizar el trabajo hecho por S. Sohn et al.<sup>[42]</sup> donde utilizan un proceso llamado dispersión ultrasónica (*ultrasonic dispersion*), el cual ayuda en el proceso de desintegración y reducción de tamaño de los aglomerados. El proceso de síntesis del  $Y_2O_3$  lo realizaron a partir del nitrato de itrio y urea, y con concentraciones de nitrato de itrio menores al 0.1M. A pesar de las diferencias en el proceso de síntesis, la dispersión ultrasónica toma importancia pues sólo presentó efecto en los aglomerados formados por partículas sintetizadas a partir de concentraciones superiores al 0.04M y nuestro óxido de itrio fue sintetizado con nitrato de itrio 0.1M. Por tanto, podemos aceptar que la dispersión ultrasónica puede ser una opción para la reducción o completa desaparición de los aglomerados formados por las partículas de óxido de itrio.

Siguiendo el análisis sobre los aglomerados formados por estas partículas de óxido de itrio, X. Cheng et al.<sup>[43]</sup>, explica que la aglomeración de estas partículas puede ser ocasionado por las cargas eléctricas de la superficie del polvo. Cheng presentó imágenes con resultados similares a los nuestros en cuanto al tamaño, morfología y aglomerados de las partículas, pero lamentablemente no podemos comparar el proceso de síntesis de las partículas pues Cheng adquirió el óxido de itrio ya sintetizado.

La aglomeración de las partículas es algo común entre los óxidos metálicos, entonces no es extraño que las partículas de óxido de itrio que sintetizamos se encuentren aglomeradas. O.

Graeve et al.<sup>[44]</sup> concluyó que el aumentar la temperatura y alargar el tiempo en la etapa de calcinación se favorece a la formación de aglomerados difíciles de romper. La calcinación, para formar estos aglomerados, la realizó por 12 horas a 1000°C. Este es un factor que abre las puertas para experimentar con la etapa de calcinación de nuestro proceso, pues parece conveniente que se disminuya el tiempo de calcinación hasta encontrar un tiempo óptimo en el que sea disminuido el número de aglomerados y prevalezcan las partículas nanométricas.

J. Mouzon y M. Odén<sup>[36]</sup> realizaron un trabajo de síntesis de partículas de óxido de itrio en el cual obtuvieron como resultado una morfología de espuma. Esta síntesis la realizaron usando como precursores: nitrato de itrio y glicina. Además de los precursores ya mencionados, otro aspecto diferente a nuestro proceso de síntesis es la temperatura a la cual se llevó la calcinación del producto, siendo esta 1100°C por 4 horas. Al obtener como resultado una espuma, se puede deducir que la porosidad de nuestras partículas puede aumentar conforme aumentemos la temperatura de calcinación hasta obtener partículas consideradas espuma. En cuanto a la morfología obtenida por Mouzon y Odén, se pudieron observar partículas esféricas y de dimensión que va de los 0.5 a 5µm, es decir, un tamaño mucho mayor a lo que obtuvimos y que pudimos observar en la mayoría de las imágenes que se presentan en resultados (excepto figura 18 y 19). Cabe mencionar que lo realmente importante de dicho reporte realizado por Mouzon y Odén es el uso de sulfato de amonio para romper la espuma de óxido de itrio y así formar satisfactoriamente nanopartículas. Una manera de ampliar este trabajo consistiría en el uso de sulfato de amonio en solución para bañar, partículas de un tamaño mayor a las dimensiones nanométricas, y buscar desintegrar partículas a dimensiones del orden de nanómetros.

Buscando otro enfoque que se le puede dar al análisis de la morfología de las partículas obtenidas en esta tesis, tenemos el trabajo de Huang M et al.<sup>[46]</sup> quien se enfocó en la

importancia de la estructura de los precursores tales como, nitrato de itrio y citrato de sodio con la finalidad de predecir la estructura que tendrá el óxido de itrio sintetizado. Y en los resultados que obtuvo, quedó confirmado que algunas de las partículas sintetizadas correspondían a la morfología de los precursores, es decir, si el precursor eran microesferas de nitrato de itrio, algunas de las partículas de óxido de itrio sintetizado presentaban morfología esférica. El mismo resultado se veía reflejado con precursores con morfología de nanopartículas, microflores, láminas o simplemente con una morfología irregular.

## 9. Conclusiones

La reacción seleccionada de nitrato de itrio e hidróxido de sodio para la síntesis de  $Y_2O_3$ , tras la investigación bibliográfica, es un proceso adecuado para la síntesis de óxido de itrio, destacando la buena eficiencia que presenta la reacción. Además, a través de microscopía electrónica de barrido se realizó el análisis microestructural de las partículas de  $Y_2O_3$  donde obtuvimos unos resultados inéditos de los cuales podemos concluir que las partículas obtenidas cuentan con las características morfológicas adecuadas para un uso en recubrimiento de aleaciones base aluminio.

## 10. Referencias

1. A. Dupont A, Parent C, Le Garrec B, Heintz J. Size and morphology control of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopowders via a sol-gel route. *J Solid State Chem.* 2003; 171: 152-160.
2. Qun T, Zhaoping L, Shu L, Shuyuan Z, Xianming L, Yitai Q. Synthesis of yttrium hydroxide and oxide nanotubes. *J Cryst Growth.* 2003; 259: 208-214.
3. HamdyM ,Gamal A. Texture properties of yttrium oxides generated from different inorganicPrecursors. *Powder Technol.* 1996; 87: 87-92.
4. Rahten A, Ma~ek J, Novosel B. The preparation of yttrium oxide from a Y(N<sub>2</sub>H<sub>3</sub>COO)<sub>3</sub> ·3H<sub>2</sub>O precursor in various atmospheres. *ThermochimActa.* 1995; 258: 135-144.
5. LeiP, ZhuJ, ZhuY, JiangC, YinX. Evolution of composition, microstructure and optical properties of yttrium oxide thin films with substrate temperature. *Surf. coat. Technol.* 2012; 98: 132-136.
6. Mudavakkat V, Atuchin V, Kruchinin V, Kayani A, Ramana C. Structure, morphology and optical properties of nanocrystalline yttrium oxide (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) thin films. *Optical Material.* 2012; 34: 893-900.
7. Wilk G, Wallace R, Anthony J. High-k gate dielectrics: Current status and materials properties considerations. *J. Appl. Phys.* 2001; 89: 5243-5250.
8. Niinistö J, Putkonen M, Niinistö L, Processing of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Thin Films by Atomic Layer Deposition from Cyclopentadienyl-Type Compounds and Water as Precursors. *Chem. Mater.* 2004; 16: 2953-2957.
9. Kwo J, Hong M, Kortan A, Queeney K, Chabal L, Mannaerts J, Boone T, Krajewski J, Sergent A, Rosamilla J. High ε gate dielectrics Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> for silicon. *Appl. Phys. Lett.* 2000; 77: 130-134.
10. Paumier F, Gaboriaud R, Kaul A. Yttrium oxide thin films: chemistry-stoichiometry-strain and microstructure. *Cryst. Eng.* 2002; 5: 169-178.
11. Zhang S, Xiao R. Yttrium oxide films prepared by pulsed laser deposition. *J. Appl. Phys.* 1998; 83: 3842-3846.
12. Cho J, Ko K, Do Y. Optical properties of sol-gel derived Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Eu<sup>3+</sup> thin-film phosphors for display applications. *Thin Solid Films.* 2007; 515: 3373-3380.
13. Cannas C, Casu M, Mainas M, Musinu A, Piccaluga G, Polizzi S, Speghini A, Bettinelli M. Synthesis, characterisation and optical properties of nanocrystalline Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Eu<sup>3+</sup> dispersed in a silica matrix by a deposition-precipitation method. *J. Mater. Chem.* 2003; 13: 3079-3086.
14. Lacroix B, Paumier F, Gaboriad R. Crystal defects and related stress in Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> thin films: Origin, modeling, and consequence on the stability of the C-type structure. *Phys. Rev.* 2011; B 84: 014104.
15. Swamy V, Dubrovinskaya N, Dubrovinsky L. High-temperature powder x-ray diffraction of yttria to melting point. *J. Mater. Res.* 1999; 14: 456-470.
16. O'Connor B, Valentine T. A neutron diffraction study of the crystal structure of the C-form of yttrium sesquioxide. *ActaCrystallogr.* 1969; B 25: 2140-2152.
17. Shim J, Chao C, Huang H, Prinz F. Atomic Layer Deposition of Yttria-Stabilized Zirconia for Solid Oxide Fuel Cells. *Chem. Mater.* 2007; 19: 3850-3856.
18. Huang H, Nakamura M, Su P, Fasching R, Saito Y, Prinz F. High-Performance Ultrathin Solid Oxide Fuel Cells for Low-Temperature Operation. *J. Electrochem. Soc.* 2007; 154: B20.
19. Lu W, Xiao L, Xu D, Qin J, Zhang D. Microstructural characterization of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in in situ synthesized titanium matrix composites. *J. Alloys Compd.* 2007; 433: 140-146.
20. Ramana C, Mudavakkat V, Bharathi K, Atuchin V, Pokrovsky L, Kruchinin V. Enhanced optical constants of nanocrystalline yttrium oxide thin films. *Appl. Phys. Lett.* 2011; 98: 031905.
21. Mudavakkat V, Noor-A-Alam M, Bharathi K, AlFaify S, Dissanayake A, Kayani A, Ramana C. Structure and AC conductivity of nanocrystalline Yttrium oxide thin films. *Thin Solid Films.* 2011; 519: 7947-7952.
22. Putilov L, Varaksin A, Tsidilkovski V. Defect formation and water incorporation in Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *J PhysChem Sol.* 2011; 72: 1090-1095.
23. Gaboriaud R, Pailloux F, Guerin P, Paumier F. Yttrium sesquioxide, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, thin films deposited on Si by ion beam sputtering: microstructure and dielectric properties. *Thin Solid Films.* 2001; 400: 106-110.
24. Phani K, Sanyal D. The relations between the shear modulus, the bulk modulus and Young's modulus for porous isotropic ceramic materials. *Mater. Sci. Eng..* 2008; A 490: 305-312.
25. Ojeda-Martínez M L. Efecto del Y<sup>3+</sup> sobre la estructura y propiedades catalíticas de ZrO<sub>2</sub> y TiO<sub>2</sub>. [Tesis de Maestría]. México D.F.: Departamento de Química, Universidad Autónoma Metropolitana; Mayo 1999.
26. Rahten A, J. Ma~ek J, Novosel B. The preparation of yttrium oxide from a Y(N<sub>2</sub>H<sub>3</sub>COO)<sub>3</sub> ·3H<sub>2</sub>O precursor in various atmospheres. *ThermochimActa.* 1995; 258: 135-144.

27. Israail H, Hussein G. Texture properties of yttrium oxides generated from different inorganic precursors. *J Powder Technology*. 1996; 87: 87-92.
28. Zhang Y, Lu Z, Yang Z, Woo T. The mechanism of sulfur poisoning on the nickel/yttrium-stabilized zirconia anode of solid oxide fuel cells: The role of the oxygen vacancy. *J Power Sources*. 2013; 237: 128-131.
29. Yongxiu L, Xiaoyun L, Yizheng W, Junming L, Weili S. Preparation and Characterization of Porous Yttrium Oxide Powders with High Specific Surface Area. *J rare earths*. 2006; 24: 34-38.
30. Costa L, Silva A, Borges L, Mattos L, Noronha F. Partial oxidation of ethanol over Pd/CeO<sub>2</sub> and Pd/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalysts. *Catalysis Today*. 2008; 138: 147-151.
31. Manlian H, Kai G, Zhenyong M, Haohong C, Xinxin Y, Fangfang X, Jingtai Z. Morphology controllable synthesis of yttrium oxide-based phosphors from yttrium citrate precursors. *J Rare Earths*. 2011; 29 (9): 830-836.
32. Wang L, Wang Y, Liu S, Lu L, Ma X, Deng Y. Efficient synthesis of dimethyl carbonate via transesterification of ethylene carbonate with methanol over binary zinc- yttrium oxides. *Catalysis Communications*. 2011; 16: 45-49.
33. Joliet F, Noguera C, Thromat N, Gautier M, Duraud J. Electronic structure of yttrium oxide. *Phys Rev B*. 1990; 42 (12): 7587-7595.
34. Kaygusuz H, Bilir G, Tezcan F, Erim F, Özen G. Biopolymer-assisted synthesis of yttrium oxide nanoparticles. *Particuology*. 2013.
35. Aghazadeh M, Hosseinifard M, Peirovi M, Sabour B. Electrochemical preparation and characterization of brain-like nanostructures of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *J Rare Earths*. 2013; 31 (3): 281-286.
36. Mouzon J, Odén M. Alternative method to precipitation techniques for synthesizing yttrium oxide nanopowder. *Powder Technol*. 2007; 177: 77-82.
37. Gong H, Tang D, Huang H, Zhang T, Ma J. Effect of grain size on the sinterability of yttriananopowders synthesized by carbonate-precipitation process. *Material Chemistry and Physics*. 2008; 112: 423-426.
38. Weifan C, Fengsheng L, Leili L, Yongxiu L. Synthesis of nano-sized yttria via sol-gel process based on hydrated yttrium nitrate and ethylene glycol and its catalytic performance for thermal decomposition of NH<sub>4</sub>ClO<sub>4</sub>. *J Rare Earths*. 2006; 24: 543-548.
39. Yongxiu L, Xiaoyun L, Yizheng W, Junming L, Weili S. Preparation and characterization of porous yttrium oxide powders with high specific surface area. *J Rare Earths*. 2006; 24: 34-38.
40. Balakrishnan S, Ananthasivan K, Hari K. Studies on the synthesis and sintering of nanocrystalline yttria. *Ceramics International*. Artículo aceptado Diciembre 2013, está en impresión.
41. Yoshida H, Sakka Y, Yamamoto T, Lebrun J, Raj R. Densification behavior and microstructural development in undoped yttria prepared by flash-sintering. *J Eur Ceram Soc*. 2014; 34: 991-1000.
42. Sohn S, Kwon Y, Kim Y, Kim D. Synthesis and characterization of near-monodisperse yttria particles by homogeneous precipitation method. *Powder Tech*. 2004; 142: 136-153.
43. Cheng X, Yuan C, Green N, Withey P. Sintering mechanisms of yttria with different additives, *Ceramics International*
44. Graeve O, Fathi H, Kelly J, Saterlie M, Sinha K, Rojas G, Kanakala R, Brown D, Lopez E. Reverse micelle synthesis of oxide nanopowders: Mechanism of precipitate formation and agglomeration effects. *J Colloid Interface Sci*. 2013; 407: 302-309.
45. Huang M, Guo K, Man Z, Chen H, Yang X, Xu F, Zhao J. Morphology controllable synthesis of yttrium oxide-based phosphors from yttrium citrate precursors. *J Rare Earths*. 2011; 29 (9): 830-837.
46. Tippen P. *Física: Conceptos y aplicaciones*. 7a edición. México: Mc Graw Hill, 2011.
47. Gercek H. Poisson's ratio values for rocks. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*. 2007; 44 (1): 1-13.
48. Garduño I, Alonso J, Bizarro M, Ortega R, Rodríguez-Fernández L, Ortiz A. Optical and electrical properties of lithium doped nickel oxide films deposited by spray pyrolysis onto alumina substrates. *J Cryst Growth*. 2010; 312 (22): 3276-3281.
49. Zhang P, Navrotsky A, Guo B, Kennedy I, Clark A, Leshner C, Liu Q. Energetics of cubic and monoclinic yttrium oxide polymorphs: phase transition, surface enthalpies, and stability at the nanoscale. *J Phys Chem C*. 2008; 112: 932-938.
50. Sands D. *Introduction to crystallography*. EUA: Courier-Dove, 1975.