

# Caracterización de los óxidos de circonio obtenidos por disociación básica del silicato de circonio

J. M. AYALA, J. P. SANCHO, M. P. GARCIA, M. A. LLAVONA, L. F. VERDEJA

Departamento de Ciencias de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica de la Universidad de Oviedo. Escuela de Ingenieros de Minas. Oviedo, Asturias

**RESUMEN.**—Caracterización de los óxidos de circonio obtenidos por disociación básica del silicato de circonio.

Se obtiene óxido de circonio por disociación básica de distintos silicatos de circonio y posterior lixiviación —ácida y básica— de sus impurezas. Se estudia la influencia que tiene la materia prima de partida sobre las características fisicoquímicas del producto final.

**PALABRAS CLAVE:** circonia, circón, lixiviados.

**ABSTRACT.**—Characterization of zirconia obtained from basic disotiation of zircon.

Zirconias were obtained by breaking different zircons down with basic substances and later acid and alkaline leachings. The influence of the raw materials on the physical-chemical characteristics of the final product was studied.

**KEY WORDS:** zirconia, zircon, leaching.

## 1. INTRODUCCION

La Cátedra de Metalurgia de la Escuela de Minas de Oviedo ha venido desarrollando desde el año 1986 procesos de obtención de óxidos de circonio mediante vías térmico-químicas a partir del silicato de circonio, utilizando dos agentes de disociación básicos distintos como son el carbonato sódico y el óxido de calcio (1, 2).

En este trabajo se estudian las características químicas y físicas de los distintos óxidos de circonio obtenidos por ambos métodos, utilizando diferentes calidades de circón.

## 2. PARTE EXPERIMENTAL

### 2.1. Materias primas

Los silicatos de circonio utilizados en este trabajo son productos de grado comercial cuyas especificaciones químicas y físicas se encuentran reflejadas en las tablas I, II y III.

La composición elemental de los circones ensayados se obtuvo utilizando la fluorescencia de rayos X (Outokumpu X-MET 840) para los elementos mayoritarios —circonio, silicio, hafnio y titanio— y la absorción atómica (Philips Pye Unicam SP9) para los elementos —aluminio, calcio, magnesio, hierro, sodio y potasio—. Como queda recogido en la tabla I, la riqueza en  $ZrO_2$  de los silicatos utilizados en la experimentación varía entre 57 y 64%, siendo el nivel de las impurezas del mismo orden en todos ellos.

Se estudiaron algunas de sus características físicas más importantes como son: la porosidad, densidad aparente, densidad global, superficie específica y densidad real, así como la distribución granulométrica.

La porosidad total de los silicatos de circonio utilizados en este estudio, analizada mediante un porosímetro de mercurio modelo Porosizer 9305 de Micromeritics, se sitúa en el entorno del 50%, como se muestra en la tabla II. La mayor parte de la porosidad total se encuentra como porosidad abierta (30-40%), predominando en todas las muestras analizadas la microporosidad (25-35%) sobre la macroporosidad, con la única excepción de la muestra «D» de grano grueso que tiene un 33,4% de macroporosidad y un 0,2% de

TABLA I

ANALISIS QUIMICO DE LOS SILICATOS DE CIRCONIO

Silicato de circonio	ZrO <sub>2</sub> (%)	HfO <sub>2</sub> (%)	SiO <sub>2</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	MgO (%)	K <sub>2</sub> O (%)	Na <sub>2</sub> O (%)	TiO <sub>2</sub> (%)	CaO (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)
A	64,30	1,52	32,54	0,14	0,02	0	0,03	0,04	0,07	0
B	62,64	1,50	33,00	0,23	0,03	0,01	0,02	0,15	0,08	0
C	59,89	1,52	32,58	0,36	0,04	0	0	0,09	0,07	0
D	59,89	1,52	32,58	0,36	0,04	0	0	0,09	0,07	0
E	57,76	1,47	33,42	0,38	0,04	0,03	0,04	0,08	0,04	0
F	58,64	1,42	33,02	0,12	0,05	0,02	0,02	0,09	0,07	0
G	62,60	1,52	32,70	0,50	0,11	0,15	0,47	0,16	0,50	0

Recibido el 18-5-90 y aceptado el 5-12-90.

microporosidad. El tamaño medio del poro es en casi todas las muestras de 2  $\mu\text{m}$ , a excepción del silicato de circonio «D» que tiene un diámetro medio de poro de 35  $\mu\text{m}$ .

El estudio de la distribución granulométrica se realizó combinando una serie de tamices junto con un contador de partículas finas Coulter Counter ( $D_p \leq 75 \mu\text{m}$ ), encontrándose que los silicatos de circonio utilizados presentan granulometrías muy diferenciadas, desde la muestra «B» —con un diámetro medio de partícula de 15  $\mu\text{m}$ , hasta la más gruesa «D»— con un diámetro medio de 130  $\mu\text{m}$  (figura 1).

TABLA II  
CARACTERISTICAS FISICAS DE LOS SILICATOS DE CIRCONIO

Silicato de circonio	P. abierta (%)	P. total (%)	Macro P. (%)	Micro P. (%)	D <sub>50</sub> poro ( $\mu\text{m}$ )
A	35,6	46,5	15,5	20,1	2,19
B	37,1	54,9	7,4	29,7	2,38
C	17,3	46,7	11,2	6,1	2,34
D	33,6	54,6	33,4	0,2	35,32
E	39,2	52,4	8,8	30,4	2,72
F	35,7	50,1	7,4	28,3	2,12
G	43,7	56,4	9,8	33,9	2,11

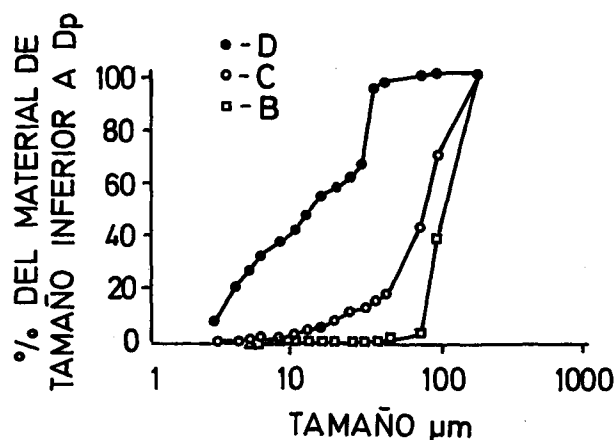


Fig. 1.—Distribución granulométrica de los silicatos de circonio D, C y B.

Lo mismo sucede con las densidades aparentes y globales que varían entre amplios intervalos 3,0-4,0  $\text{g}/\text{cm}^3$  y 2,0-2,7  $\text{g}/\text{cm}^3$ , respectivamente.

Sin embargo, no existen grandes diferencias entre las densidades reales de los circones, que se sitúan alrededor de 4,7  $\text{g}/\text{cm}^3$ , ni en el valor de superficie específica, método BET, que en todos ellos es inferior a 1  $\text{m}^2/\text{g}$ . Para determinar la densidad real se utilizó un picnómetro de helio Autopycnometer 1320 de la firma Micromeritics y para el análisis de la superficie específica se recurrió al Rapid Surface Area Analyser modelo 2200A de Micromeritics.

Como fundentes se utilizó un carbonato sódico de la marca Merck y un óxido de calcio de Probus. Igualmente, para los procesos de lixiviación se eligieron como reactivos, ácido clorhídrico e hidróxido sódico de Probus.

## 2.2. Proceso del carbonato sódico

En la figura 2 se detallan los pasos seguidos para la obtención del óxido de circonio utilizando como reactivo de disociación el carbonato sódico: formación de la mezcla al 10% en  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  seguida de la conformación del material, bajo la forma de pastillas, para poder realizar el tratamiento térmico de disociación durante dos horas a temperatura de 1.500°C en un horno eléctrico.

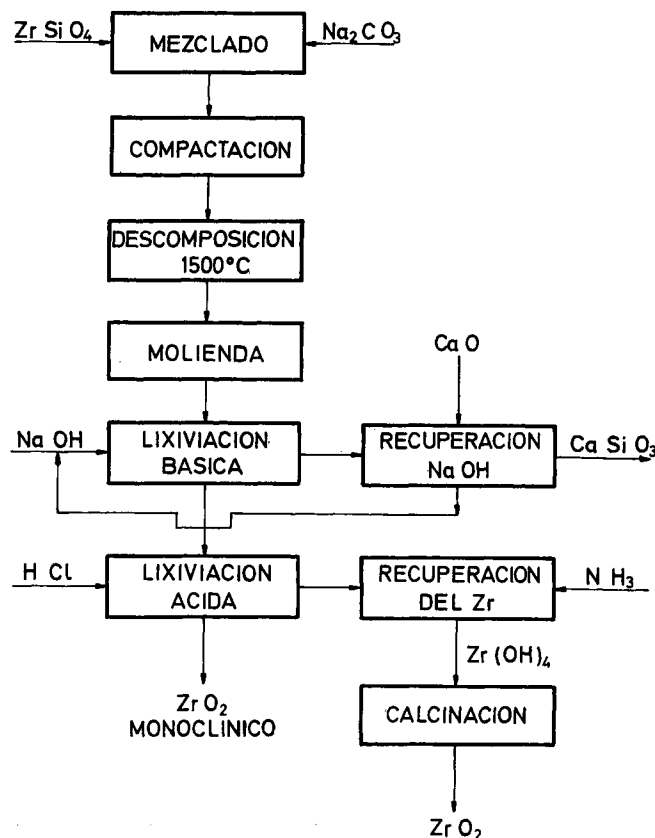


Fig. 2.—Obtención del óxido de circonio monoclinico vía carbonato sódico.

El primer paso en la purificación es la eliminación de la sílice vítrea con sosa al 20% en peso en un autoclave a 200°C durante cinco horas, trabajando con una densidad de pulpa de 300  $\text{g}/\text{l}$  de disolución. Los valores del  $\text{ZrO}_2$  en el sólido, después de la etapa de lixiviación básica, oscilan entre 62,8% para la muestra procedente del circonio «D» y un 70,5% para la «G».

El paso siguiente es una lixiviación ácida, en un reactor de vidrio, con HCl al 10% en volumen, durante una hora, a temperatura ambiente con una densidad de pulpa de 200  $\text{g}/\text{l}$  de disolución. Este proceso elimina el silicocirconato sódico formado durante el tratamiento térmico de disociación del circonio.

Los productos obtenidos se procesaron mediante técnicas instrumentales de caracterización química y física, semejantes a las utilizadas anteriormente para las arenas de silicato de circonio.

2.3. Proceso óxido de calcio

La figura 3 representa un diagrama de flujo propuesto para el tratamiento del circonio con cal. En primer lugar se prepararon las mezclas al 20% en CaO, conformándose pastillas cilíndricas que se introdujeron en un horno eléctrico a la temperatura de 1.500°C durante dos horas.

La etapa de purificación ácida de la wollastonita y de la fase vítrea que lo acompaña, se realiza en un reactor de vi-

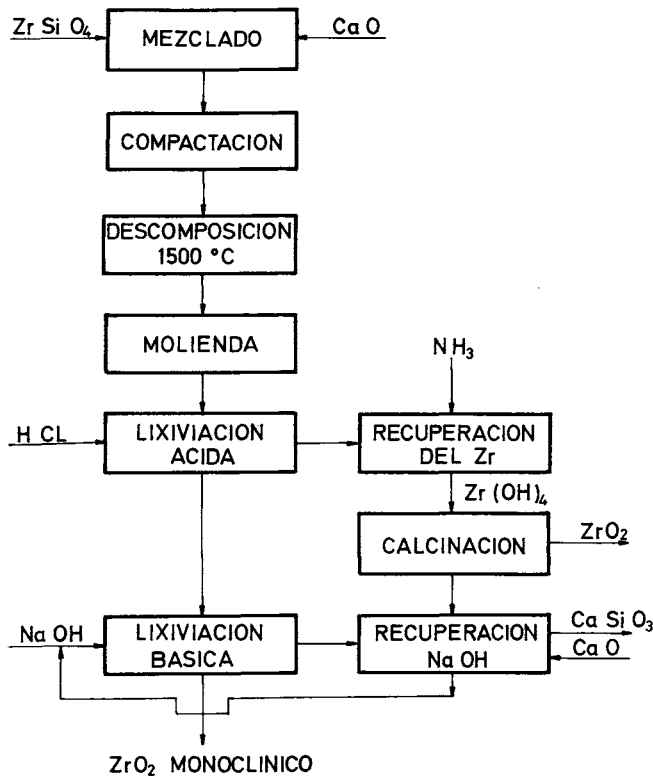


Fig. 3.—Obtención del óxido de circonio monoclinico, vía CaO.

TABLA III

CARACTERISTICAS FISICAS DE LOS SILICATOS DE CIRCONIO

Silicato de circonio	D. aparente (g/cm³)	D. global (g/cm³)	D. real (g/cm³)	D <sub>50</sub> part. (µm)	B.E.T. (m²/g)
A	3,91	2,52	4,71	125	0,8
B	3,35	2,10	4,66	15	0,4
C	3,01	2,49	4,67	80	0,9
D	4,11	2,72	4,67	130	0,7
E	3,61	2,19	4,60	100	0,3
F	3,68	2,37	4,83	77	0,6
G	3,57	2,01	4,65	30	0,6

drio, con una disolución de ácido clorhídrico al 20% en volumen, a la temperatura de ebullición de la mezcla (106°C) durante 30 minutos, trabajando con una densidad de pulpa de 200 g/l de disolución. La riqueza en óxido de circonio obtenida se encuentra comprendida entre el 66,97% para la muestra «D» y el 72,40% para la «G».

Se realizó el proceso de purificación alcalina en el autoclave a 200°C con sosa al 20% durante cinco horas, con una densidad de pulpa de 150 g/l de disolución, al objeto de disolver la sílice presente en las muestras. Finalmente, se procedió a la caracterización química y física de los productos obtenidos.

3. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSION

La composición química de los productos finales obtenidos, tanto por la vía del CaO como por la del Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> puede verse en la tabla IV. En todos ellos el contenido en óxido de circonio es superior al 90%, pudiéndose alcanzar, en algún caso, el 98%. La sílice varía entre 0,5 y 8%, siendo el resto de las impurezas del mismo orden de magnitud en todos ellos.

La composición de la materia prima, silicato de circonio, y la proporción de agente disgregante son parámetros que influyen decisivamente en la pureza del óxido de circonio

TABLA IV

COMPOSICION DE LAS CIRCONAS OBTENIDAS

Circona	ZrO <sub>2</sub> +HfO <sub>2</sub> (%)	SiO <sub>2</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	MgO (%)	K <sub>2</sub> O (%)	Na <sub>2</sub> O (%)	TiO <sub>2</sub> (%)	CaO (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)
A-Ca	94,68	2,34	0,14	0,48	0	0,25	0,04	1,26	0
B-Ca	91,21	4,83	0,21	0,70	0,04	0,64	0,04	2,59	0
C-Ca	94,27	1,36	0,14	0,29	0	0,18	0,09	0,91	0
D-Ca	90,57	4,23	0,14	0,47	0	0,26	0,04	1,19	0
E-Ca	92,71	5,81	0,28	0,31	0,06	0,46	0,05	1,34	0
F-Ca	92,39	3,06	0,21	0,42	0	0,19	0,08	1,34	0
G-Ca	96,82	1,26	0,14	0,16	0,05	0,37	0,05	0,98	0
A-Na	90,53	8,05	0,25	0,11	0,06	0,12	0	0,21	0
B-Na	93,66	6,10	0,28	0,29	0,06	0,19	0,05	0,21	0
C-Na	95,96	1,40	0,14	0,17	0,01	0,07	0,05	0,07	0
D-Na	90,07	6,58	0,14	0,16	0,07	0,23	0,07	0,14	0
F-Na	95,46	3,40	0,14	0,06	0,15	0,30	0,04	0,07	0
G-Na	98,10	0,57	0,14	0,09	0,01	0,05	0,03	0,07	0

obtenido. Generalmente, se obtienen productos más puros cuanto mayor sea la proporción de circonio y fundentes alcalinos presentes en los materiales de partida (ver tablas I y III).

La granulometría del circón tiene, igualmente, una incidencia notable en la riqueza del producto final. Si comparamos las muestras «C» y «D» de igual composición química en el circón de partida, pero distinto tamaño medio de partícula, se encuentra que la circona obtenida con la muestra más fina es algo más rica en  $ZrO_2$  que la elaborada con la gruesa, alrededor de un 4% en  $ZrO_2$  en el proceso del óxido de calcio y un 5% para el proceso del carbonato de sodio (ver tablas I, II y IV).

Los silicatos denominados «C» y «F», que presentan una distribución granulométrica similar, con un diámetro medio de partícula de  $80 \mu m$  y una riqueza en  $ZrO_2$  parecida, aunque ligeramente superior la «C», dan como resultado productos relativamente semejantes, pero con una mayor concentración en  $ZrO_2$  para la «C». En el análisis de los productos vía carbonato sódico, se encontró una aceptable correspondencia entre el tamaño de partícula del circón y la pureza de la circona obtenida. Así, a medida que aumenta el tamaño del grano, disminuye la riqueza en  $ZrO_2$  del producto obtenido, presentándose como única excepción el comportamiento correspondiente al circón «B».

Atendiendo al resto de propiedades físicas y superficiales de los circones, no parece que tengan una excesiva influencia sobre la pureza de la circona obtenida. Así, por ejemplo, del método B.E.T. no puede deducirse conclusiones de trascendencia al obtenerse valores de la superficie específica muy similares e inferiores a  $1 m^2/g$ .

La composición química de las circonas obtenidas en este estudio varían dentro de un intervalo comprendido entre 90 y 98%. No obstante se ha estudiado que se podrían incrementar el %  $ZrO_2$  si la relación sólido/líquido de las lixivaciones ácidas y básicas de purificación fueran lo más pequeñas posibles.

Mediante descomposición hidrotermal del silicato de circonio con  $Ca(OH)_2$  y  $NaOH$  y, partiendo de un circón de semejantes características al «G», se obtienen circonas con

TABLA V  
CARACTERISTICAS FISICAS DE LAS CIRCONAS

Muestra	P. abierta (%)	P. total (%)	Macro P. (%)	Micro P. (%)	$D_{50}$ poro (%)
A-Na	52,1	65,5	8,4	43,7	1,13
B-Na	50,9	60,0	7,1	43,8	0,33
C-Na	59,2	67,9	6,0	53,2	0,37
D-Na	42,9	63,0	7,2	35,7	0,49
F-Na	54,3	64,9	10,7	43,6	0,51
G-Na	52,6	66,0	6,7	45,9	0,34
A-Ca	53,2	63,0	8,2	45,0	0,54
B-Ca	60,9	69,3	15,2	45,7	0,24
C-Ca	53,4	64,0	6,7	46,7	0,27
D-Ca	52,9	61,5	8,1	44,8	0,20
E-Ca	62,4	70,7	12,3	50,1	0,14
F-Ca	37,7	65,7	7,2	30,5	0,13
G-Ca	53,8	65,3	11,4	42,4	0,85
H	40,0	52,1	8,7	31,3	1,68

TABLA VI

CARACTERISTICAS FISICAS DE LAS CIRCONAS

Circonas	D. apar. ( $g/cm^3$ )	D. global ( $g/cm^3$ )	$D_{50}$ part. ( $\mu m$ )	D. real ( $g/cm^3$ )	B.E.T. ( $m^2/g$ )
A-Na	3,66	1,75	4,5	5,09	5,3
B-Na	4,47	2,20	5,5	5,50	2,8
C-Na	4,36	1,78	8,0	5,55	10,2
D-Na	3,49	1,99	6,0	5,39	3,1
F-Na	4,37	1,99	8,0	5,70	0,5
G-Na	4,09	1,94	8,0	5,69	5,0
A-Ca	4,44	2,07	70	5,61	3,6
B-Ca	4,06	1,59	53	5,18	5,5
C-Ca	4,38	2,04	14	5,67	4,4
D-Ca	4,44	2,09	9	5,44	6,9
E-Ca	4,09	1,54	10	5,25	13,4
F-Ca	3,06	1,90	7	5,55	6,8
G-Ca	4,25	1,97	58	5,67	2,0
H	4,69	2,81	60	5,87	0,6

un rango de pureza comprendido entre el 84 y el 99,9% en  $ZrO_2$ , correspondiendo las mayores impurezas del producto al calcio y al sodio, y en menor proporción al magnesio y al aluminio (3).

Por vía hidrotermal, a partir de circonio metálico, se obtiene un óxido de circonio monoclinico con un rango entre 93 y 99,9% dependiendo de las condiciones de operación (4).

Por último, si se produce  $ZrO_2$  mediante descomposición en horno de plasma se encuentran riquezas desde 94,5 hasta 99,6%. Por lo tanto, se puede concluir que los métodos propuestos por los autores del presente trabajo para la fabricación de las circonas dan lugar a productos que son de una riqueza semejante a los obtenidos mediante otras alternativas tecnológicas.

Igualmente, a las circonas obtenidas en el laboratorio se las sometió a una serie de ensayos de caracterización. Las propiedades físicas estudiadas fueron las siguientes: densidad real, densidad aparente, densidad global, porosidades, tamaño de los poros, superficie específica (B.E.T.) y distribución granulométrica. Los valores correspondientes a estas propiedades están recogidos en las tablas V y VI.

Comparando las propiedades físicas de nuestras circonas con las obtenidas mediante otros procedimientos podemos afirmar lo siguiente:

La porosidad total de las circonas obtenidas está comprendida entre el 60 y 70%, y la porosidad abierta entre el 50-60%, superior a la obtenida para la circona comercial «H»: 52% de porosidad total y 40% de porosidad abierta, exceptuando la muestra «F-Ca» que presenta un valor ligeramente inferior para la porosidad abierta (38%).

De la porosidad abierta se puede afirmar que alrededor del 80% corresponde a microporosidad, obteniéndose un diámetro medio del poro en todos los casos muy inferior al que presentan las circonas elaboradas por electrofusión (tabla V).

La existencia de una mayor porosidad junto con un tamaño de poro más pequeño, hace que los valores de la superficie específica sean considerablemente más elevados, en nuestros productos, que en la circona comercial «H».

En la bibliografía consultada no se han encontrado datos relativos a la porosidad abierta de polvos cerámicos para po-

derlos comparar con los resultados obtenidos para las circonas sintéticas vía sodio o calcio.

Por otra parte, se conoce que para lograr una buena densificación durante la sinterización es necesaria una distribución uniforme y pequeña del tamaño de poro y del grano. Si existe un tamaño de poro grande, se precisa una temperatura más elevada si se quiere alcanzar el mismo nivel de densificación.

La densidad real de nuestras circonas varían dentro de los márgenes siguientes: 5,09 y 5,70 g/cm<sup>3</sup> y son ligeramente inferiores a la comercial 5,9 g/cm<sup>3</sup> (tabla VI).

Si se compara la densidad real de los productos obtenidos por otros métodos alternativos, se observa que por vía hidrotermal, dependiendo de las condiciones de trabajo, la densidad real puede variar entre 5,17 y 5,96 g/cm<sup>3</sup> (4). Las elaboradas por plasma y posterior lixiviación en medio alcalino alcanzan un valor medio de 5,70 g/cm<sup>3</sup> (5).

Se determinó la densidad aparente y global de todos los productos obtenidos en el laboratorio, los valores están comprendidos entre 3,1 y 4,5 g/cm<sup>3</sup> y entre 1,5 y 2,2 g/cm<sup>3</sup>, respectivamente.

La superficie específica de todos nuestros productos es sensiblemente superior a la circona monoclinica comercial, aunque de semejantes características a las obtenidas mediante tecnología de plasma entre 5 y 8 m<sup>2</sup>/g y electrofusión entre 3,5 y 10,5 m<sup>2</sup>/g. En las circonas que se obtienen mediante precipitación de sales de circonio por vía húmeda el intervalo es mucho mayor: varía entre 4 y 123 m<sup>2</sup>/g (6, 7, 8).

Una circona que presente un diámetro medio de partícula no superior a 14 μm y que posee una superficie específica comprendida entre 1 y 20 m<sup>2</sup>/g (9) puede catalogarse como de grado de cerámico. Por lo tanto, todas las obtenidas vía sodio pueden incluirse dentro de esta denominación, lo mismo que la mayoría de las obtenidas por la vía del óxido de calcio.

La distribución granulométrica de las circonas obtenidas vía carbonato de sodio es muy semejante, variando el diámetro medio de partícula entre 4,5 y 8 μm. En las circonas de calcio se encuentra una mayor dispersión entre 70 μm de la muestra «A» y 7 μm de la muestra «F» (tabla VI).

En los óxidos de circonio obtenidos por Z-Tech., el tamaño de las partículas varía entre 35 y 3 μm, mientras que los elaborados por vía hidrotermal utilizando el circonio metálico como materia prima presentan valores medios comprendidos entre 0,1 y 3 μm (4, 5).

El óxido de circonio monoclinico comercial «H» tiene un diámetro medio de partícula de 60 μm.

De forma general, se puede decir que utilizando carbonato sódico como agente de disociación se consiguen unas circonas con un tamaño de grano más homogéneo, muestras «A», «B», «C» y «D», aunque existen algunas muestras que presentan una mayor dispersión: «F» y «G» en las que el tamaño de partícula varía entre 100 μm y 5 μm. Las circonas obtenidas por la disgregación con el óxido de calcio poseen un mayor tamaño, así como una mayor dispersión de granos.

### 3.1. Análisis morfológico por microscopía electrónica de barrido

Se realizó un estudio morfológico mediante SEM utilizando un microscopio Philips, modelo 505, de las circonas obtenidas por ambas vías (fig. 4). En las circonas vía carbonato

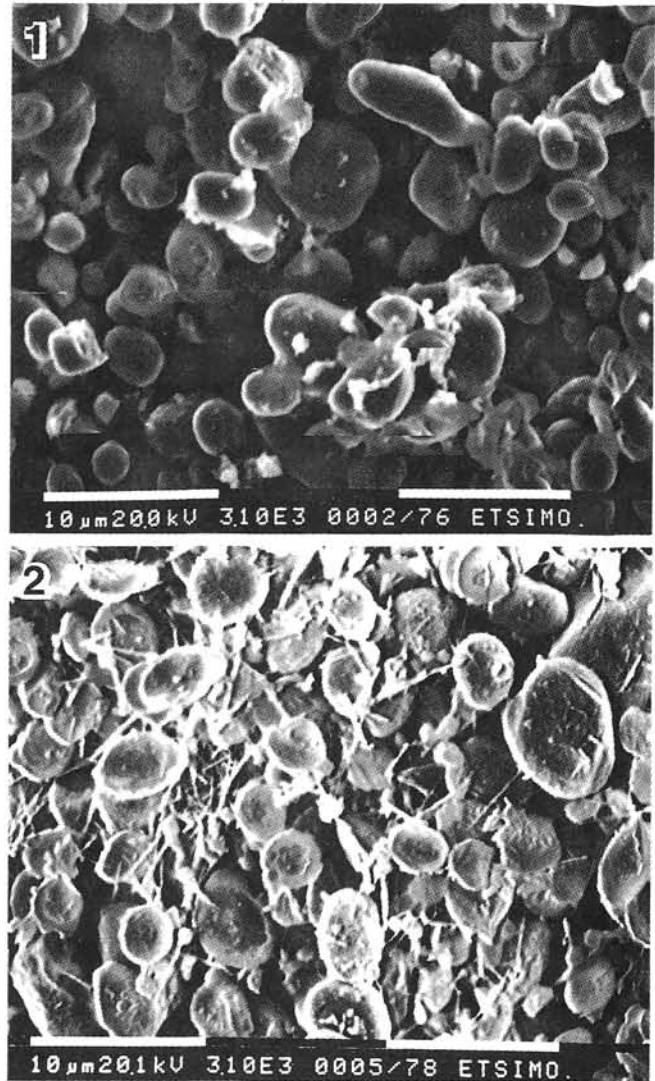


Fig. 4.—Foto 1 (superior): SEM del óxido de circonio G-Na. Foto 2 (inferior): SEM del óxido de circonio G-Ca.

sódico, se observa que en aquellas que presentan una mayor riqueza en ZrO<sub>2</sub>, muestras «C», «F» y «G», la geometría de los granos es preferentemente esférica (foto 1) y de semejante morfología a los encontrados en la bibliografía (10), mientras que en la de inferior pureza muestra «A» se observa la existencia de otros granos más pequeños adheridos de los cristales de ZrO<sub>2</sub>.

Las circonas elaboradas mediante la descomposición del circonio con óxido de calcio presentan unas características morfológicas parecidas a las obtenidas mediante la vía del carbonato sódico (foto 2).

## 4. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se estudian las características fisicoquímicas de unos óxidos de circonio obtenidos por métodos desarrollados por los autores, alternativos a los procesos normales de fabricación, así como las correspondientes a las materias primas utilizadas: diferentes silicatos de circonio comerciales.

La composición química del silicato de circonio y la proporción de agente disgregante son parámetros que influyen decisivamente en la pureza del óxido de circonio obtenido. Lo mismo ocurre con la distribución granulométrica, cuanto más fino sea el diámetro medio de partícula del silicato de circonio mejor será la calidad de la circona obtenida.

La composición química de los óxidos de circonio obtenidos varían dentro de un intervalo comprendido entre 90 y 98% de  $ZrO_2$  y son de una riqueza semejante a los elaborados mediante tecnologías hidrotermales o de plasma.

Casi todas las circonas obtenidas en el laboratorio por los dos métodos propuestos se pueden clasificar como circonas de grado cerámico, ya que poseen una superficie específica (B.E.T.) dentro del rango de 1 y 20  $m^2/g$  con un diámetro medio de partícula inferior a 14  $\mu m$ .

De forma general, se puede decir que el método que utiliza el carbonato sódico como agente de disociación consigue unas circonas de tamaño más pequeño y uniforme que las que se obtienen a partir del óxido de calcio.

Se han determinado las densidades reales de las circonas elaboradas por ambos procesos, los valores se sitúan entre 5,1 y 5,7  $g/cm^3$ .

Se determinó la densidad aparente y global de todos los productos obtenidos en el laboratorio; los valores están comprendidos entre 3,1 y 4,5  $g/cm^3$  y 1,5 y 2,2  $g/cm^3$ , respectivamente.

Se ha estudiado la porosidad de estas circonas, encontrándose unos valores para la porosidad total del 65%. La porosidad abierta presenta unos valores similares en todos los compuestos obtenidos, comprendiendo la denominada microporosidad abierta un 45% del total.

Mediante la microscopía electrónica de barrido se ha determinado la morfología de los óxidos de circonio obtenidos. Los granos de circona tienen un factor de forma aproximadamente igual a la unidad.

#### AGRADECIMIENTOS

Los autores quieren expresar su agradecimiento a la Fundación para la Investigación Científica Aplicada y la Tecnología en Asturias (FICYT) por la financiación del proyecto «Obtención de materiales refractarios especiales por tratamiento (estabilización) de materias primas a elevada temperatura», del que forma parte el presente trabajo.

#### 5. BIBLIOGRAFIA

1. AYALA, J. M., SANCHO, J. P., LLAVONA, M. A. y VERDEJA, L. F.: Obtención de  $ZrO_2$  por descomposición del silicato de circonio con carbonato sódico. *Bol. Soc. Esp. Cerám. Vidr.* (1990), 5.
2. AYALA, J. M., SANCHO, J. P., LLAVONA, M. A. y VERDEJA, L. F.: Obtención del óxido de circonio por disociación del silicato de circonio con óxido de calcio. *Bol. Soc. Esp. Cerám. Vidr.* (1990), 6.
3. REYNEN, P., BASTIUS, H., PAVLOVSKI, B. y VON MALLINCKRODT, D.: Production of high-purity circonia by hydrothermal decomposition of circon ( $ZrSiO_4$ ). *Advances in Ceramics*. 3. Ed. Heuer y Hobbs. The American Ceramic Society. Columbus, OH (1981), 464-475.
4. YOSHIMURA, M. y SOMIYA, S.: Hydrothermal reaction sintering of monoclinic circonia. *Advances in Ceramics*. 3. Ed. Heuer y Hobbs. The American Ceramic Society. Columbus, OH (1981), 455-463.
5. CLARKE, G.: The rise of Z-Tech. An emerging force in high purity ceramic materials. *Metal Bulletin Journals Ltd.* (1987).
6. VAN DE GRAAF, M. A. y BURGGRAAF, A. J.: Wet-Chemical preparation of circonia powders: Their microstructure and behaviour. *Advances in Ceramics*. 12. Ed. N. Claussen, M. Rühle y A. H. Heuer. The American Ceramic Society. Columbus, OH (1985), 744-765.
7. MILLBERG, L. S.: The synthesis of ceramic powders. *Journal of metals*. August (1987), 9-13.
8. CIFTCIOGLU, M., AKINC, M. y BURKHART, L.: Measurement of agglomerate strength distributions in agglomerated powders. *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 65(1986), 12, 1591-1596.
9. CLOUGH, D. J.:  $ZrO_2$  powders for advanced and engineered ceramics. *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, 6 (1985), 9-10, 1244-1260.
10. INGEL, R. P., LEWIS, D., BENDER, B. A. y RICE, R. W.: Physical, microstructural and thermomechanical properties of  $ZrO_2$  single crystals. *Advances in Ceramics*. 12. Ed. N. Claussen, M. Rühle y A. H. Heuer. The American Ceramic Society. Columbus, OH(1985), 408-414.

## CEVISAMA'91 y la SECV

La Sociedad Española de Cerámica y Vidrio participa y está presente en la Feria de Cerámica y Vidrio de Valencia CEVISAMA'91 con la convocatoria y concesión de los **PREMIOS ALFA DE ORO**, máximo galardón a la producción y al diseño de revestimientos y pavimentos cerámicos, y con la presencia de un stand en la Feria con información y publicaciones de la SECV.