



UNIVERSIDAD JUÁREZ AUTÓNOMA DE TABASCO

DIVISIÓN ACADÉMICA DE INGENIERÍA Y ARQUITECTURA



**“SISTEMAS CERÁMICOS MASZr Y SU COMPORTAMIENTO
DIELÉCTRICO”**

TESIS PARA OBTENER EL GRADO DE:

MAESTRO CIENCIAS EN INGENIERÍA

PRESENTA:

I.Q. CORTÁZAR JIMÉNEZ PRAXIS

BAJO LA DIRECCIÓN DE:

DR. ERIK RAMÍREZ MORALES

EN CODIRECCIÓN DE:

DRA. ZUREIMA GARCÍA HERNÁNDEZ

CUNDUACÁN, TABASCO 16 DE JUNIO DEL 2026

Declaración de Autoría y Originalidad

En la Ciudad de Cunduacán, el día 22 del Junio del año 2026, el que suscribe Praxis Cortázar Jiménez alumna del Programa posgrado con número de matrícula 242D19002, adscrito a la Maestría en Ciencias en Ingeniería de la Universidad Juárez Autónoma de Tabasco, como autora de la Tesis presentada para la obtención del grado de maestría y titulada "Sistemas cerámicos MASZr y su comportamiento dieléctrico" dirigida por Dr. Erik Ramírez Morales y Dra. Zureima García Hernández.

DECLARO QUE:

La Tesis es una obra original que no infringe los derechos de propiedad intelectual ni los derechos de propiedad industrial u otros, de acuerdo con el ordenamiento jurídico vigente, en particular, la LEY FEDERAL DEL DERECHO DE AUTOR (Decreto por el que se reforman y adicionan diversas disposiciones de la Ley Federal del Derecho de Autor del 01 de Julio de 2020 regularizando y aclarando y armonizando las disposiciones legales vigentes sobre la materia), en particular, las disposiciones referidas al derecho de cita.

Del mismo modo, asumo frente a la Universidad cualquier responsabilidad que pudiera derivarse de la autoría o falta de originalidad o contenido de la Tesis presentada de conformidad con el ordenamiento jurídico vigente.

Villahermosa, Tabasco a 26 de Junio 2026.



Praxis Cortázar Jiménez



UNIVERSIDAD JUÁREZ
AUTÓNOMA DE TABASCO

"ESTUDIO EN LA DUDA. ACCIÓN EN LA FE"



División
Académica
de Ingeniería
y Arquitectura



2026
año de
Margarita
Maza

DIRECCIÓN

OFICIO: DAIA/DIR/667/2026
FECHA: 16 de junio de 2026
ASUNTO: Autorización de
impresión definitiva

IQ. PRAXIS CORTAZAR JIMÉNEZ
PASANTE DE LA MAESTRÍA EN CIENCIAS EN INGENIERÍA
PRESENTE

En virtud de haber elaborado su trabajo de TESIS denominado:

"Sistemas cerámicos MASZr y su comportamiento dieléctrico"

Para obtener el grado de **Maestría en Ciencias en Ingeniería** y en el cual ha tenido como Director de Tesis al Dr. Erik Ramírez Morales y su Co-directora la Dra. Zureima García Hernández.

Tengo a bien autorizarle la **IMPRESIÓN DEFINITIVA** de dicho trabajo, continuando con los trámites correspondientes para su examen de obtención de grado.

Sin otro particular, le envío un afectuoso saludo.

ATENTAMENTE



DRA. DORA MARÍA FRÍAS MÁRQUEZ
DIRECTORA

c.c.p. Archivo
DRA'DMFM / MCA'RACT



DIRECCIÓN



UNIVERSIDAD JUÁREZ
AUTÓNOMA DE TABASCO

"ESTUDIO EN LA DUDA. ACCIÓN EN LA FE"



División
Académica
de Ingeniería
y Arquitectura



2026
año de
Margarita
Maza

JEFATURA DE POSGRADO

Cunduacán, Tabasco a 16 de junio de 2026.
MEM/AP-DAIA/157/2026

PARA **DRA. DORA MARÍA FRÍAS MÁRQUEZ**
DIRECTORA DE LA DAIA
DE: COMISIÓN SINODAL
ASUNTO: APROBACIÓN DE IMPRESIÓN DE TESIS DE MAESTRÍA

Una vez hecha la revisión detallada del Trabajo de Tesis denominado:

"Sistemas cerámicos MASZr y su comportamiento dieléctrico"

Desarrollado por la IQ: **PRAXIS CORTAZAR JIMÉNEZ**, de la **Maestría en Ciencias en Ingeniería**, le comunicamos que aceptamos la impresión del trabajo, ya que el mismo ha cumplido con los requisitos necesarios.

COMITÉ SINODAL

DRA. ANGÉLICA SILVESTRE LÓPEZ RODRÍGUEZ
PRESIDENTE

DRA. LIZETH ROJAS BLANCO
SECRETARÍA

DR. ERIK RAMÍREZ MORALES
VOCAL 1

DR. ILDEFONSO ZAMUDIO TORRES
VOCAL 2

DRA. EBELIA DEL ANGEL MERAZ
VOCAL 3

Carta de Cesión de Derechos

Villahermosa, Tabasco 26 de Junio 2026

Por medio de la presente manifestamos haber colaborado como AUTOR(A) y/o AUTORES(AS) en la producción, creación y/o realización de la obra denominada "Sistemas cerámicos MASZr y su comportamiento dieléctrico".

Con fundamento en el artículo 83 de la Ley Federal del Derecho de Autor y toda vez que, la creación y/o realización de la obra antes mencionada se realizó bajo la comisión de la Universidad Juárez Autónoma de Tabasco; entendemos y aceptamos el alcance del artículo en mención, de que tenemos el derecho al reconocimiento como autores de la obra, y la Universidad Juárez Autónoma de Tabasco mantendrá en un 100% la titularidad de los derechos patrimoniales por un periodo de 20 años sobre la obra en la que colaboramos, por lo anterior, cedemos el derecho patrimonial exclusivo en favor de la Universidad.

COLABORADORES



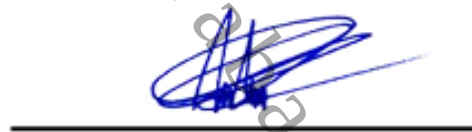
Praxis Cortázar Jiménez

Dr. Erik Ramírez Morales y Dra. Zureima García Hernández

TESTIGOS



Dr. Ildefonso Zamudio Torres



Edicson Macedonio López Alejandro

Dedicatoria

Me siento privilegiada con la vida que hoy Dios me ha prestado. La incertidumbre que existe en mi camino me recuerda que soy un ser humano en constante crecimiento.

Cuando mi cuerpo se vea reducido a huesos, una parte de mi vida permanecerá en este escrito. He sido privilegiada al cumplir, por fin, el sueño de aquella niña que un día observó un diccionario, una tabla periódica y la historia de quienes dedicaron su vida al conocimiento.

Hoy reconozco que quizá aún no estoy cerca de ser como ellos, pero una parte de la deuda con aquella niña ha sido saldada. Dedico este escrito a todas las personas que decidan servir al mundo a través de la investigación.

Agradecimientos

Agradezco a mi familia por sostenerme cada día y por creer en mí. A mi madre y a mi padre, por haber dado como resultado esta mezcla química de elementos que hoy soy yo. Les agradezco por la educación que me dieron en casa, porque sin ella no habría podido desarrollarme en el campo del que hoy quiero formar parte. A mis hermanos y sobrinos, hoy presentes, por ser ese chiste mal contado que me dio risa en momentos de estrés y depresión.

Agradezco al Dr. Ildefonso Zamudio Torres por haber sido el primero en invitarme a participar en un posgrado y por ver en mí un potencial que ni yo misma podía reconocer. Asimismo, le agradezco por brindarme todas las facilidades a su alcance y por apoyarme durante estos últimos años. No suelo ser una persona afectuosa con quienes conozco desde hace poco tiempo, pero sus charlas y pláticas lograron ablandar mi corazón.

De igual manera, agradezco al Dr. Erik Ramírez Morales por darme el privilegio de formar parte de su equipo "SEMI", por enseñarme a ser más empática con los demás y servicial con el prójimo. Agradezco profundamente sus aportes, ideas y enseñanzas brindadas durante el desarrollo de esta investigación.

Asimismo, agradezco a mis maestros, quienes me abrieron sus puertas durante mis estancias de laboratorio. En especial, a la Dra. Zureima García Hernández, por sus valiosos consejos, por ayudarme a encontrar otra perspectiva e inspiración en la investigación y por abrirme las puertas del Centro de Investigación en Química Aplicada (CIQA).

De igual manera, agradezco al Dr. Armando Reyes Montero, perteneciente al Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM (IIM), por permitirme realizar una estancia de investigación en el laboratorio LB-002, Química de Materiales Cerámicos. Asimismo, agradezco al Laboratorio Universitario de Microscopía Electrónica (LUME-IIM) y, de manera específica, a los técnicos Dra. Lourdes Bazán Díaz, Dr. Omar Novelo Peralta y Fís. Josué Esaú Romero Ibarra, por su apoyo en la caracterización de los materiales mediante Microscopía Electrónica de Barrido y Microscopía Electrónica de Transmisión.

A la M. en C. Adriana Tejeda Cruz (IIM-UNAM), le agradezco por la capacitación en el uso del equipo y por su apoyo en la caracterización de muestras mediante la técnica de Difracción de Rayos X.

Agradezco también el apoyo recibido por parte de la DGAPA-UNAM, a través del proyecto del Dr. Armando Reyes Montero, PAPIIT-IN115625, para el pago de la membresía destinada al uso de equipos de caracterización del IIM-UNAM.

Asimismo, agradezco a los doctores que también realizaron aportes importantes a este trabajo. Al Dr. José Luis Benítez Benítez, por su apoyo y conocimiento fundamental sobre cerámica; sin él, como primera conexión y fuente de ideas, este trabajo no habría sido posible. De igual manera, agradezco a la Dra. Lizeth Rojas Blanco, a la Dra. Ebelia del Ángel Meraz y a la Dra. Angélica Silvestre López Rodríguez, por sus valiosos aportes y por contribuir al crecimiento de su servidora.

También agradezco a los laboratorios de Semiconductores, Ingeniería de Superficies y Energías Renovables, pertenecientes al Centro de Investigación en Ciencia y Tecnología Aplicada de Tabasco (CICTAT), de la Universidad Juárez Autónoma de Tabasco (UJAT), por el apoyo brindado durante este proceso.

Asimismo, agradezco al Comité del Posgrado de Ciencias en Ingeniería por su acompañamiento, apoyo y compromiso durante mi formación académica. Gracias a su labor y orientación, hoy puedo aspirar con orgullo a recibir el título de Maestra en Ciencias en Ingeniería, un logro que representa esfuerzo, crecimiento y dedicación. De igual manera, agradezco a la Secretaría de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación (SECIHTI) por la beca otorgada, cuyo apoyo económico fue fundamental para continuar con mis estudios de posgrado y para brindarme una valiosa oportunidad de crecimiento académico, profesional y personal.

A cada uno de mis compañeros del posgrado, gracias por extenderme su mano, por brindarme su amistad y por permitirme formar parte de sus vivencias durante estos dos años. A mis amigos Nes, Oscar, Eve, Katy, LuisMi, Isa, Víctor, Ale y Chio, gracias por compartir este camino conmigo, de la misma manera aquellos compañeros que conocí en mis estancias gracias por incluir a una persona tan testaruda como lo soy yo, esto va para mi amigo Mathieu, Araceli, Paola y MiKy Olivos su paciencia a su servidora es de admirar. Asimismo, agradezco a los amigos que han permanecido a lo largo de esta etapa: Beny, Edison, Burboa y Brandon. Nuestros diez años de amistad son muy importantes para mí.

Contenido

ÍNDICE DE FIGURAS	b
Resumen	1
Abstract.....	2
ABREVIATURAS	3
CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN	4
CAPÍTULO II. MARCO TEÓRICO.....	7
2.1. Materiales	7
2.1.1 Cerámicos funcionales.....	7
2.1.2 Vidrio cerámicos.....	7
2.1.2 Materiales dieléctricos.....	9
2.2. Síntesis	10
2.2.1 Métodos de síntesis de cerámicos.....	10
2.2.2 Factores a considerar en MSF	11
2.2.2 Mezcla Eutéctica	12
2.3. Crecimiento de cristales	13
2.3.1 Nucleación	13
2.3.2 Rampa de temperatura	13
2.3.3 Sinterización	14
2.3.4 Método de Arquímedes	15
2.4. Propiedades de los materiales cerámicos.....	16
2.4.1 Choque térmico.....	16
2.4.2 Conductividad térmica.....	16
2.4.4 Conductividad eléctrica	16
2.4.5 Resistividad eléctrica	17
2.4.5 Permitividad	18
2.5 Caracterizaciones	19
2.5.1 Difracción de Rayos X.....	19
2.5.1.1 Refinamiento Rietveld	19
2.5.2 Espectroscopía de Impedancia (EIS)	20
2.5.3 Microscopía electrónica de barrido.....	20
2.6. Sistemas y aplicaciones	21
2.6.1 Aplicaciones de cerámicos.....	21
JUSTIFICACIÓN.....	22
PREGUNTAS DE INVESTIGACIÓN	24

HIPÓTESIS.....	24
OBJETIVOS.....	25
CAPÍTULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	26
3.1 Síntesis de cerámicos	26
3.2 Método 1: estado sólido	27
3.2.1 Preparado de los precursores.	27
3.2.2 Tratamiento térmico.	27
3.2.3 Tratamiento de molienda.....	28
3.3 Método 2: sales fundentes	30
3.3.2 Preparado por tratamientos del diseño experimental.	31
3.3.3 Tratamiento térmico.	31
3.3.4 Lavado del cerámico.	33
3.4 Conformación de comprimidos.....	34
3.5 Mediciones de densidad por el método de Arquímedes (ASTM C373-88).....	34
3.6 Caracterizaciones de Rayos X.....	36
3.8 Microscopia electrónica de barrido (SEM).....	37
3.7 Mediciones de impedancia.....	37
3.7.1 Preparación de los comprimidos.....	37
3.7.2 Montaje de medición de impedancia	38
3.9 Caracterizaciones térmica (DSC y TGA).....	41
CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	42
4.1 Rendimiento después de síntesis.....	42
4.3 Difracción de Rayos X por MES y MSF.....	44
4.3.1 Balance de masa (rendimiento + Rietveld).....	48
4.4 Caracterizaciones microestructurales.....	50
4.4.1 Microscopía Electrónica de Barrido por MES.	50
4.4.2 Microscopía Electrónica de Barrido MSF.....	53
4.5.1 Impedancia (Z' vs Z'') a $T= 25^{\circ}\text{C}$	58
4.5.2 Variación de impedancia real e imaginaria respecto a la frecuencia.....	60
4.5.2.1 Impedancia real a $T= 25^{\circ}\text{C}$	60
4.5.2.2 Impedancia imaginaria a $T= 25^{\circ}\text{C}$	61
4.5.3 Resistividad y conductividad para MES y MSF a $T= 25^{\circ}\text{C}$	63
4.5.4 Variación de frecuencia con ángulo de fase a $T= 25^{\circ}\text{C}$	64
4.5.5 Permitividad a $T= 25^{\circ}\text{C}$	65
4.6 Caracterizaciones eléctricas por MES y MSF a $T= 200^{\circ}\text{C}$ - 500°C	68
4.6.1 Variación de impedancia (Z' vs Z'') con respecto a la temperatura.....	68

4.6.1.1 Impedancia de las muestras obtenidas por MES T= 200°C-500 °C.....	68
4.6.1.2 Impedancia de las muestras obtenidas por MSF T= 200°C-500 °C.....	69
4.6.2 Variación de impedancia real respecto a la frecuencia por MES y MSF.....	71
4.6.2.1 Frecuencia vs Impedancia real obtenidas por MES T= 200°C-500 °C.....	71
4.6.2.2 Frecuencia vs Impedancia real obtenidas por MSF T= 200°C-500 °C.....	73
4.6.3 Variación de impedancia imaginaria respecto a la frecuencia	75
4.6.3.1 Frecuencia vs Impedancia imaginaria obtenidas por MES.	75
4.6.3.2 Frecuencia vs Impedancia imaginaria obtenida por MSF.	76
4.6.4 Variación de resistividad respecto a la temperatura obtenida por MES y MSF.....	77
4.6.4.1 Frecuencia vs Resistividad obtenida por MES.....	77
4.6.4.2 Frecuencia vs Resistividad obtenida por MSF.....	79
4.6.5 Variación de Conductividad respecto a la temperatura obtenida por MES y MSF.	80
4.6.5.1 Frecuencia vs Conductividad obtenida por MES.	80
4.6.5.2 Frecuencia vs Conductividad obtenida por MSF.	81
4.6.6 Variación de ángulo de fase respecto a la temperatura.....	83
4.6.6.1 Frecuencia vs Ángulo de fase de las muestras obtenidas por MES.	83
4.6.6.2 Frecuencia vs Ángulo de fase de las muestras obtenidas por MSF.....	84
4.6.7 Variación de permitividad respecto a la temperatura.....	85
4.6.7.1 Frecuencia vs Permitividad de las muestras obtenidas por MES.....	85
4.6.7.2 Frecuencia vs Permitividad de las muestras obtenidas por MSF.....	87
CAPÍTULO V. CONCLUSIÓN	93
CAPÍTULO VI: RECOMENDACIONES Y PERSPECTIVAS FUTURAS	95
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	96
ANEXOS.....	111

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1.....	7
Tipos de cerámicos funcionales y sus aplicaciones. Elaboración propia con base en (Kumari et al., 2019; Siddiqui et al., 2020; Yao et al., 2020).	
Figura 2.2.....	10
Esquema general de un material dieléctrico a) al no tener un campo eléctrico y b) en presencia de un campo eléctrico.	
Figura 2.3.....	11
Técnicas de síntesis de cerámicos y sus características Elaboración propia basado en (Ayode Otitoju et al., 2020b; Gupta & Mao, 2021; Zuniga et al., 2018).	
Figura 2.4.....	12
Factores para la selección de sales en MSF. Elaboración propia basado en (Gupta & Mao, 2021c; Kumar et al., 2022).	
Figura 2.5.....	13
Diagrama de fases binario de KCl y NaCl. Elaboración propia, basado en (Broström et al., 2013; Grégoire et al., 2020).	
Figura 2.6.....	14
Ejemplo gráfico de una rampa de temperatura con calentamiento (a,c), meseta (b,d) y enfriamiento (e). Tomado de (Basante-Romo et al., 2016).	
Figura 2.7.....	15
Fases de la sinterización. Adaptado de artes cerámicas, 2024.	
Figura 2.8.....	19
Representación de interaccion de DRX . Basado de Philip Willmott (Instituto Paul Scherrer, Suiza), 2025.	
Figura 2.9.....	21
Aplicación de cerámicos en las diferentes industrias. Elaboración propia basado en (Kenfaui et al., 2019; Lakhdar et al., 2021b; Ramachandran et al., 2022; Wang et al., 2022).	
Figura 3.1.....	28
Representación general del tratamiento térmico para el MES donde (a) Calentamiento, (b) Mantenimiento de temperatura, (c) Enfriamiento y cristalización (Thirupathi et al., 2023).	
Figura 3.2.....	29
a) Cerámico después del tratamiento térmico con MES, b) Retriturado posterior del MES.	
Figura 3.3.....	29
a) Metodología por método de estado sólido (MES).	
Figura 3.4.....	32
Representación del tratamiento térmico con rampas de temperatura para mezclas de precursores en el MSF. Donde a)Calentamiento b)Fusion de sales c)Calentamiento d) Mantenimiento e) Cristalización y enfriamiento (Thirupathi et al., 2023; West, 2014).	

Figura 3.5.....	32
Representación gráfica de a) Mezcla de precursores y sales eutécticas, b) Calentamiento de mezcla c) Nucleación.....	32
Figura 3.6.....	33
a) Metodología por Método de Sales Fundentes (MSF).....	33
Figura 3.7.....	34
a) Prensa uniaxial para la realización de comprimidos , b) Mufla Furnace para sinterización a 1200°C.....	34
Figura 3.8.....	35
Balanza equipada con kit de densidad.....	35
Figura 3.9.....	36
Bruker D8 Advance powder X-ray Diffraction.....	36
Figura 3.10.....	38
a) Pulidora de comprimidos con velocidad de 50 RPM, b) Medición de comprimidos con apoyo de un micrómetro, c) Comprimido con electrodo de plata aplicado.....	38
Figura 3.11.....	39
Montaje para medición de impedancia con variación de temperatura.....	39
4.2) Cálculo de densidad por el método de Arquímedes.....	43
Figura 4.1.....	45
Difractogramas de los materiales cerámicos obtenidos por MES.....	45
Figura 4.2.....	46
Difractogramas de los materiales cerámicos obtenidos por MSF.....	46
Figura 4.3.....	51
Microestructuras SEM (1.00 kx, 10 µm) de cerámicos $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-(ZrO}_2, \text{MgO, SiO}_2\text{)}$ por síntesis MES (1000 °C) y sinterizados a 1200 °C.....	51
Figura 4.4.....	47
MAPEO elemental (EDS) del cerámico obtenido por MES tras la sinterización. En todas las muestras procesadas por MES se observó una distribución homogénea y uniforme de los elementos: a) Al, b) Zr, c) Mg, d) O y e) Si.....	52
Figura 4.5.....	54
Microestructuras SEM (1.00 kx, 10 µm) de cerámicos $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-(ZrO}_2, \text{MgO, SiO}_2\text{)}$ por síntesis MSF (800 °C) y sinterizados a 1200 °C.....	54
Figura 4.7.....	57
Curvas DSC y TGA de las muestras M1–M3 sintetizadas por MES y MSF (10 °C/min).....	57
4.5) Caracterizaciones eléctricas a T= 25°C.....	58
Figura 4.8.....	58
Gráficos de impedancia por ambas rutas de síntesis.....	58
Figura 4.9.....	61

Comportamiento de impedancia real en relación a la frecuencia a) MES y b)MSF.	61
Figura 4.10.....	62
Comportamiento de la impedancia imaginaria en relación a la frecuencia a) MES y b)MSF.	62
Figura 4.11.....	63
Comportamiento de conductividad y resistividad en relación a la frecuencia por a) MES y b) MSF.....	63
Figura 4.12.....	65
Comportamiento de ángulo de fase en relación con la frecuencia por a) MES y b) MSF.	65
Figura 4.13.....	66
Comportamiento de permitividad en relación con la frecuencia por MES y MSF.....	66
Figura 4.14.....	68
Diagramas de Nyquist de Z' vs Z'' por MES.....	68
Figura 4.15.....	70
Diagramas de Nyquist de Z' vs Z'' por MSF.	70
Comportamiento de impedancia (Z') con variación en la frecuencia por MES.	72
Figura 4.17.....	74
Comportamiento de impedancia (Z') con variación en la frecuencia por MSF.	74
Figura 4.18.....	75
Comportamiento de impedancia imaginaria (Z'') con variación en la frecuencia por MES.	75
Figura 4.19.....	76
Comportamiento de impedancia imaginaria (Z'') con variación en la frecuencia por MSF.	76
Figura 4.20.....	78
Comportamiento de Resistividad (ρ) con variación en la frecuencia por MES.....	78
Figura 4.21.....	79
Comportamiento de Resistividad (ρ) con variación en la frecuencia por MSF.....	79
Figura 4.22.....	81
Comportamiento de conductividad (σ) con variación en la frecuencia por MES.	81
Figura 4.23.....	82
Comportamiento de conductividad (σ) con variación en la frecuencia por MSF.	82
Figura 4.24.....	83
Comportamiento de ángulo de fase con variación en la frecuencia por MES.	83
Figura 4.25.....	84
Comportamiento de ángulo de fase con variación en la frecuencia por MSF.	84
Figura 4.26.....	86
Comportamiento de ángulo de fase con variación en la frecuencia por MES.	86
Figura 4.27.....	87

Comportamiento de permitividad con variación en la frecuencia por MSF.	87
Figura 4.28.....	91
Refinamiento Rietveld de la muestra seleccionada M3 sintetizada por (a) MES y (b) MSF. Los marcadores representan el patrón de DRX observado (lobs), la línea continua el patrón calculado (lcalc) y la curva inferior corresponde a la diferencia (lobs–lcalc).....	91
Figura A1	114
Espectros Raman de las muestras sintetizadas a 1200 °C mediante los métodos MES (a) y MSF (b). Los picos observados en ~1370 y ~1400 cm ⁻¹	114
Figura A2	116
Diagrama de fase binario de ZrO ₂ -Al ₂ O ₃	116
Figura A3	117
Diagrama de fase binario de MgO-Al ₂ O ₃	117
Figura A4	118
Diagrama de fase binario de SiO ₂ -Al ₂ O ₃	118

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1 Clasificación general de los vidriocerámicos.....	8
Tabla 3.1. Información de reactivos utilizados.....	26
Tabla 3.2. Diseño experimental por MES.....	27
Tabla 3.3 Diseño experimental por MSF.....	31
Tabla 4.1 Rendimiento de cada uno de los tratamientos después de la síntesis para MES Y MSF.....	42
Tabla 4.2. Datos de densidad por método de Arquímedes.....	43
Tabla 4.6. Comparación de impedancia total obtenida por MES y MSF.....	59
Tabla 4.9. Comparación de impedancia obtenida por MES y MSF.....	71
Tablas 4.10. Lectura de datos por ambas rutas de síntesis.....	88
Tabla A1. Reactivos propuestos para la elaboración de la cerámica.....	111
Tabla A2. Propiedades de precursores seleccionados (A. M. Abyzov, 2019b).....	112
Tabla A3. Sales fundentes propuestas para la metodología.....	113

Resumen

El presente trabajo tuvo como objetivo sintetizar y evaluar materiales del sistema MASZr (Al_2O_3 – MgO – SiO_2 – ZrO_2) con posible aplicación como cerámicos dieléctricos/aislantes para condiciones térmicas exigentes. Para ello, se compararon dos rutas de síntesis: el Método de Estado Sólido (MES) y el Método de Sales Fundentes (MSF), empleando tres composiciones con variaciones en el contenido de ZrO_2 y MgO . Los polvos obtenidos fueron conformados en comprimidos, sinterizados a 1200 °C y caracterizados mediante densidad por Arquímedes, difracción de rayos X (DRX), refinamiento Rietveld, microscopía electrónica de barrido (SEM/EDS), análisis térmico DSC-TGA y espectroscopía de impedancia en un intervalo de 25 a 500 °C. Los resultados mostraron que ambos métodos permitieron obtener materiales densos, con viabilidades cercanas al 90–95 %. La DRX confirmó una matriz predominante de α - Al_2O_3 , acompañada por fases secundarias como espinela MgAl_2O_4 y ZrO_2 monoclinico, cuya proporción dependió de la ruta de síntesis y de la composición. El análisis eléctrico evidenció un comportamiento tipo NTCR, con disminución de la impedancia al aumentar la temperatura. Entre las composiciones evaluadas, M3, con mayor contenido de MgO , presentó el mejor desempeño aislante, alcanzando resistividades del orden de $10^9 \Omega \cdot \text{m}$ y una permitividad moderada, asociada a una microestructura más compacta y estable. En conclusión, el desempeño dieléctrico del sistema MASZr está gobernado por la relación composición–método de síntesis–microestructura, siendo M3 la formulación más prometedora para aplicaciones de aislamiento eléctrico a alta temperatura.

Abstract

This work aimed to synthesize and evaluate MASZr ceramic materials ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{--MgO--SiO}_2\text{--ZrO}_2$) for potential use as dielectric/insulating materials under demanding thermal conditions. Two synthesis routes were compared: the solid-state method (MES) and the molten salt method (MSF), using three compositions with different ZrO_2 and MgO contents. The resulting powders were pressed into pellets, sintered at 1200 °C, and characterized by Archimedes density measurements, X-ray diffraction (XRD), Rietveld refinement, scanning electron microscopy with energy-dispersive spectroscopy (SEM/EDS), DSC-TGA thermal analysis, and impedance spectroscopy from 25 to 500 °C. The results showed that both methods produced dense materials, with viability values close to 90–95%. XRD confirmed a predominant $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ matrix, accompanied by secondary phases such as MgAl_2O_4 spinel and monoclinic ZrO_2 , whose proportions depended on both the synthesis route and composition. The electrical response revealed NTCR-type behavior, with impedance decreasing as temperature increased. Among the evaluated compositions, M3, with the highest MgO content, exhibited the best insulating performance, reaching resistivity values on the order of $10^9 \Omega\cdot\text{m}$ and moderate permittivity, associated with a more compact and stable microstructure. In conclusion, the dielectric performance of the MASZr system is governed by the relationship among composition, synthesis method, and microstructure. Therefore, M3 is identified as the most promising formulation for high-temperature electrical insulation applications.

ABREVIATURAS

MES	Método de Estado Sólido
MSF	Método de Sales Fundidas
Al_2O_3	Óxido de aluminio
ZrO_2	Dióxido de Zirconio
MgO	Óxido de Magnesio
SiO_2	Dióxido de Silicio
MASZr	Sistema cerámico (MgO , Al_2O_3 , SiO_2 , ZrO_2)
MAS	Sistema cerámico (MgO , Al_2O_3 , SiO_2)
MPa	Mega Pascal
m	Metro
$^{\circ}\text{C}$	Grado Celsius
K	Grado Kelvin
Ω	Ohmio
cm	Centímetro
GdAlO_3	Aluminato de Gadolinio
XPS	Espectroscopía Fotoelectrónica de Rayos X
ρ	(rho)
g	Gramo
cm^3	Centímetro cúbico
λ	Conductividad térmica
S	Siemens
Hz	Hertz
F	faradio
AC	Corriente alterna
Z	Impedancia
V	voltaje
ω	Frecuencia
kN	Kilonewton
mA	miliamperio
θ	Theta
cps	Cuentas Por Segundo
α	Alfa
μm	micrómetro
ϵ'	Permitividad
Rg	Resistencia de grano
Fg	Frontera de grano
NTCR	Coeficiente de temperatura negativo de resistencia
σ	Conductividad

CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN

Los materiales vidrio-cerámicos se han consolidado como una familia de materiales avanzados con amplio potencial en aplicaciones de alta temperatura, particularmente cuando se requiere combinar estabilidad termoquímica, desempeño mecánico y respuesta eléctrica controlada. A diferencia de los vidrios convencionales, los vidrio-cerámicos se obtienen mediante procesos que permiten una nucleación y cristalización controladas, de modo que la fase cristalina final puede ajustarse a partir de la composición y de los tratamientos térmicos (Y. Liu et al., 2024; She et al., 2023). Esta capacidad de diseño microestructural (tipo y fracción de fases cristalinas, tamaño de grano, distribución de fases y fase vítrea residual) es clave porque la microestructura gobierna propiedades críticas como la densificación, la porosidad y resistencia al choque térmico (Hernández Vázquez, 2022; R.-Z. Zhang & Reece, 2019).

Desde el punto de vista aplicado, la literatura reporta el uso extendido de vidrio-cerámicos en escenarios donde el material enfrenta ciclos térmicos severos y debe mantener integridad y estabilidad dimensional. Un ejemplo representativo son los vidrio-cerámicos aluminosilicatos (como los del sistema MAS), empleados en cubiertas de estufas, sustratos para espejos y componentes ópticos, así como cubiertas protectoras, debido a su muy bajo coeficiente de expansión térmica, buen comportamiento mecánico y capacidad de reforzamiento químico (Feng et al., 2021; Le et al., 2020).

Asimismo, en la literatura científica se reporta el uso de materiales cerámicos con aplicaciones dieléctricas. Por ejemplo, Prasad & Basu, 2013 estudiaron las propiedades dieléctricas y la impedancia de un vidrio-cerámico del sistema MAS obtenido mediante sinterización, logrando identificar fases como la cordierita y el silicato fluorado de magnesio. Reportaron que la constante dieléctrica y el factor de pérdidas disminuyen con la frecuencia y aumentan con la temperatura. Mediante espectroscopía de impedancia compleja evidenciaron contribuciones del volumen y los límites de grano, así como un comportamiento tipo Coeficiente de Temperatura Negativo (NTCR) asociado a vacancias de oxígeno y movilidad iónica. Por su parte, Mehta et al., 2018 evaluaron el efecto de la sustitución de Al_2O_3 en sílice fundida mediante análisis dieléctrico e impedancia compleja. Reportaron que la permitividad y el factor de pérdidas disminuyen con la frecuencia, comportamiento típico de materiales con múltiples mecanismos de polarización. La respuesta eléctrica mostró relajación tipo no-Debye asociada a defectos estructurales. Así mismo (H. Liu

et al., 2022) analizaron la formación de vacancias de oxígeno en cerámicos eutécticos $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3/\text{ZrO}_2$ obtenidos por impresión 3D láser. Demostraron que estos defectos se generan por migración de oxígeno hacia una atmósfera deficiente durante la solidificación. Mediante recocido y XPS evidenciaron que las vacancias no alteran la estructura cristalina ni la microestructura, pero sí modifican el estado de enlace químico. La eliminación de vacancias redujo la dureza y aumentó la tenacidad, confirmando su influencia en las propiedades del material. Y por último (Pan et al., 2024) investigaron la degradación del Al_2O_3 bajo condiciones de alta temperatura y campo eléctrico, demostrando que la migración de vacancias de oxígeno conduce a la formación de fases no estequiométricas ($\text{Al}_2\text{O}_{3-x}$) y al incremento de la conductividad eléctrica, afectando negativamente su desempeño aislante. Mediante simulación computacional y análisis por Espectroscopía de Fotoelectrones de Rayos X (XPS), evidenciaron que el dopaje con MgO incrementa la concentración de vacancias, mientras que el ZrO_2 favorece la estabilización estructural y reduce la movilidad de defectos.

Adicionalmente, el campo de los vidrio-cerámicos continúa expandiéndose hacia aplicaciones emergentes en electrónica y energía, donde se han explorado formulaciones con propiedades funcionales específicas (por ejemplo, materiales con respuesta eléctrica y/o conducción iónica) (Al-Naib, 2023a; Le et al., 2020). A la par, el crecimiento tecnológico asociado a dispositivos electrónicos y a vehículos electrificados ha incrementado la demanda de ciertos óxidos estratégicos, lo que impulsa el interés por sistemas alternativos y por el uso de aditivos capaces de modificar la cristalización y la densificación sin depender estrictamente de formulaciones tradicionales. En este marco, óxidos como MgO y ZrO_2 se reportan como modificadores relevantes del comportamiento de cristalización y del desarrollo microestructural en vidrio-cerámicos aluminosilicatos, abriendo la posibilidad de ajustar fases y propiedades mediante rutas de procesado y composición (A. Abyzov, 2019; Fabris et al., 2020).

Dentro de los sistemas de interés, las composiciones basadas en óxidos del tipo $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--MgO--SiO}_2\text{--ZrO}_2$ (MAS-Zr), con la incorporación de aditivos o agentes que influyen en la nucleación/cristalización como ZrO_2 , ofrecen un marco atractivo para explorar vidrio-cerámicos con microestructuras densas y fases estables. En estos sistemas, el papel de cada componente se relaciona con su contribución a la estabilidad térmica, la formación de fases y la evolución microestructural durante el tratamiento térmico. Particularmente, la presencia de SiO_2 puede influir en la sinterización y en la distribución de fases, mientras que ZrO_2 puede participar como modificador microestructural y favorecer ciertos procesos de cristalización, dependiendo de la ruta de síntesis y de las condiciones de tratamiento.

El desempeño final de un vidrio-cerámico depende en gran medida del método de procesamiento. Por ello, esta tesis compara dos rutas de síntesis: el Método de Estado Sólido (MES) y el Método de Sales Fundentes (MSF). El MES se considera una ruta clásica por su simplicidad y escalabilidad; sin embargo, puede presentar limitaciones asociadas a la difusión sólida y a la formación de fases secundarias (Gupta & Mao, 2021; Webber et al., 2024). En contraste, el MSF puede promover mayor reactividad y favorecer la formación de fases a temperaturas relativamente menores, además de modificar la cinética de crecimiento de grano y la homogeneidad microestructural. En consecuencia, ambas rutas pueden conducir a diferencias relevantes en densificación, porosidad, fronteras de grano y distribución de fases, con impacto directo en propiedades térmicas, mecánicas y eléctricas (Ayode Otitoju et al., 2020).

En este contexto, el objetivo central de la investigación es sintetizar y caracterizar materiales del sistema vidrio-cerámico seleccionado mediante MES y MSF, y establecer relaciones claras entre ruta de síntesis, microestructura (fases presentes, densificación, porosidad, características de grano y límites de grano) y propiedades (parcialmente térmicas y eléctricas/dieléctricas) en el rango de operación de interés. El estudio busca aportar criterios para orientar el material hacia aplicaciones de alta temperatura, ya sea como dieléctrico/aislante o como material con respuesta eléctrica dependiente de la temperatura, con base en evidencia experimental y comparación sistemática entre métodos.

CAPÍTULO II. MARCO TEÓRICO

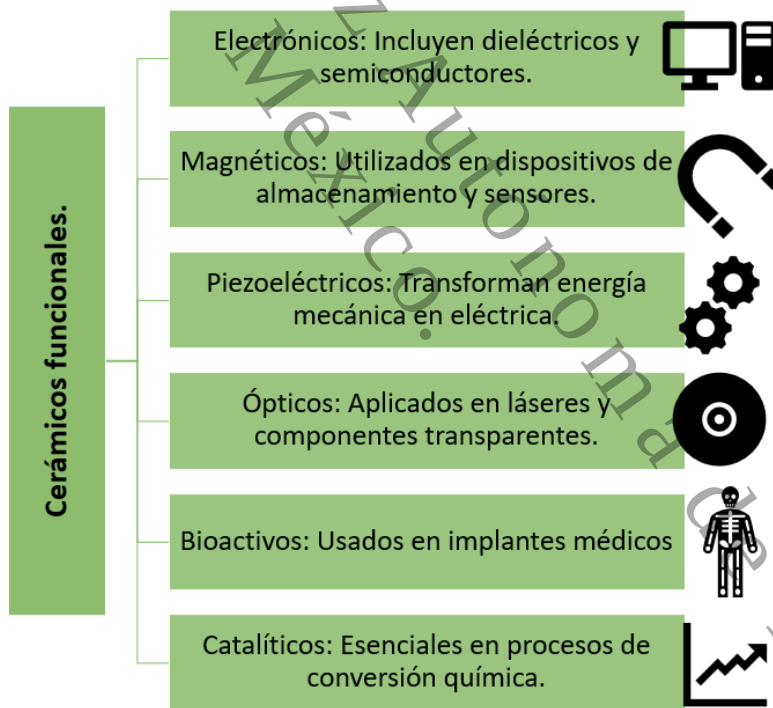
2.1. Materiales

2.1.1 Cerámicos funcionales

Son materiales inorgánicos no metálicos diseñados para desempeñar funciones específicas más allá de su uso estructural. Su comportamiento se basa en propiedades eléctricas, magnéticas, ópticas, químicas o mecánicas, lo que los hace fundamentales en diversas aplicaciones tecnológicas (Siddiqui et al., 2020). Dentro de esta categoría se incluyen:

Figura 2.1

Tipos de cerámicos funcionales y sus aplicaciones. Elaboración propia con base en (Kumari et al., 2019; Siddiqui et al., 2020; Yao et al., 2020).



2.1.2 Vidrio cerámicos.

Son materiales obtenidos a partir de un vidrio base que, mediante un tratamiento térmico controlado, desarrolla una microestructura compuesta por una o varias fases cristalinas dispersas

en una fase vítrea residual. Esta combinación les permite reunir propiedades características tanto de los vidrios como de las cerámicas, tales como resistencia mecánica, estabilidad térmica y propiedades funcionales específicas (Andraskar et al., 2022a).

Los vidriocerámicos pueden clasificarse de acuerdo con diferentes criterios, como su composición química, el tipo de fase cristalina predominante, el método de obtención y su aplicación tecnológica. Esta clasificación (Tabla 2.1) permite comprender mejor su comportamiento y seleccionar el sistema más adecuado según el uso requerido.

Tabla 2.1. Clasificación general de los vidriocerámicos (Hsiang et al., 2014; Kaur et al., 2019; T. Li et al., 2020; Y. Liu et al., 2024).

Criterio de clasificación	Tipo de vidriocerámico	Características principales	Aplicaciones comunes
Según su composición química	Silicatos y aluminosilicatos	Presentan buena estabilidad térmica, resistencia mecánica y química. Pueden contener fases como mullita, espinela o silicatos cristalinos.	Aisladores eléctricos, recubrimientos, materiales estructurales y componentes térmicos.
	Fosfatos	Poseen buena bioactividad y compatibilidad con tejidos biológicos.	Biomateriales, implantes y recubrimientos bioactivos.
	Borosilicatos	Tienen buena resistencia al choque térmico y estabilidad química.	Materiales de laboratorio, selladores y recubrimientos.
Según la fase cristalina predominante	Basados en espinela	Presentan buena resistencia mecánica, estabilidad térmica y propiedades dieléctricas.	Componentes eléctricos, aisladores y materiales refractarios.
	Basados en zirconia	Mejoran la tenacidad, resistencia al desgaste y estabilidad estructural.	Cerámicos técnicos, biomateriales y componentes sometidos a esfuerzo mecánico.

2.1.2 Materiales dieléctricos

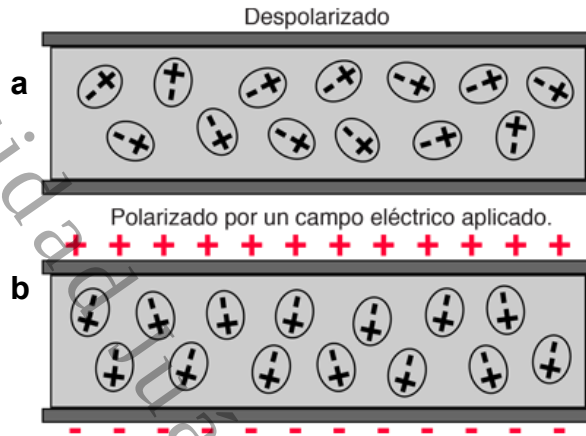
Son aislantes eléctricos que tiene la propiedad de polarizarse cuando se le aplica un campo eléctrico externo. A diferencia de los conductores, que tienen electrones libres que se mueven con facilidad, los dieléctricos tienen sus cargas eléctricas (electrones y núcleos) fuertemente unidos a sus átomos o moléculas (Stark, 2022; Yao et al., 2020).

Entre las propiedades clave de los dieléctricos se encuentran:

- Reducida conductividad eléctrica: Su característica principal es que no permiten el paso de la corriente eléctrica.
- Polarización: A pesar de no conducir la electricidad, sus cargas internas pueden desplazarse ligeramente, formando dipolos eléctricos. Como se observa en la Figura 2.2, en ausencia de un campo eléctrico los dipolos del material dieléctrico se encuentran orientados de manera aleatoria, por lo que no existe una polarización neta. Sin embargo, cuando se aplica un campo eléctrico externo, las cargas internas se desplazan ligeramente y los dipolos tienden a alinearse en dirección del campo, generando así la polarización del material.
- Constante dieléctrica (ϵ_r): Es una medida de la capacidad de un material para almacenar energía en un campo eléctrico. Cuanto mayor sea este valor, mayor será la capacidad de polarización del material.
- No todos los aislantes son dieléctricos: Si bien todo dieléctrico es un aislante, no todo aislante se clasifica como dieléctrico. La principal diferencia radica en que los dieléctricos tienen la capacidad de polarizarse (Hussain et al., 2024).

Figura 2.2

Esquema general de un material dieléctrico a) al no tener un campo eléctrico y b) en presencia de un campo eléctrico.



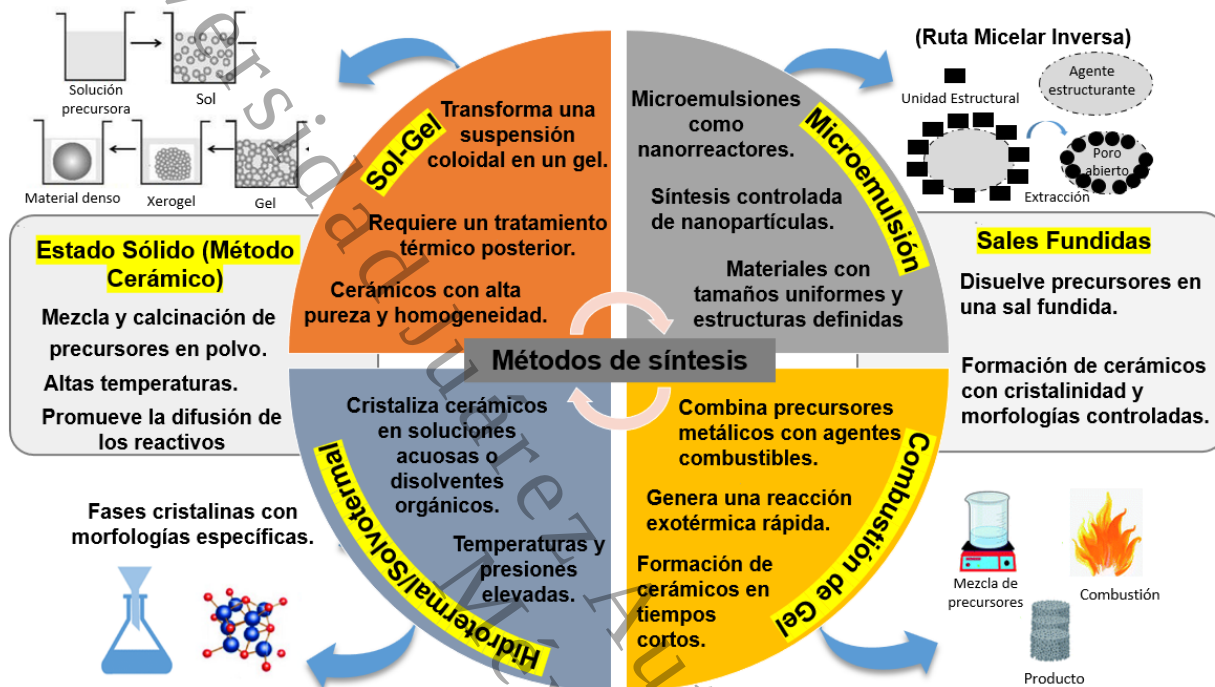
2.2. Síntesis

2.2.1 Métodos de síntesis de cerámicos

Comprende un conjunto de métodos que permiten la obtención de compuestos con estructuras y propiedades específicas, esenciales para diversas aplicaciones tecnológicas e industriales. Estos métodos pueden clasificarse en función del estado físico de los precursores, las condiciones de procesamiento y los mecanismos de formación de la fase cerámica. Como se muestra en la Figura 2.3, los métodos de síntesis de cerámicos pueden agruparse en diferentes rutas, tales como el estado sólido, sol-gel, microemulsión, sales fundidas, combustión de gel e hidrotermal/solvotermal. Cada técnica presenta condiciones particulares de procesamiento y permite controlar aspectos como la pureza, cristalinidad, tamaño de partícula, morfología y homogeneidad del material obtenido. Por ello, la selección del método de síntesis depende de las propiedades finales que se desean alcanzar en el cerámico.

Figura 2.3

Técnicas de síntesis de cerámicos y sus características Elaboración propia basado en (Ayode Otitoju et al., 2020b; Gupta & Mao, 2021; Zuniga et al., 2018).



2.2.2 Factores a considerar en MSF

En la Figura 2.4 se presenta los criterios reportados para la selección respectiva de las sales fundidas para el MSF.

Figura 2.4

Factores para la selección de sales en MSF. Elaboración propia basado en (Gupta & Mao, 2021c; Kumar et al., 2022).

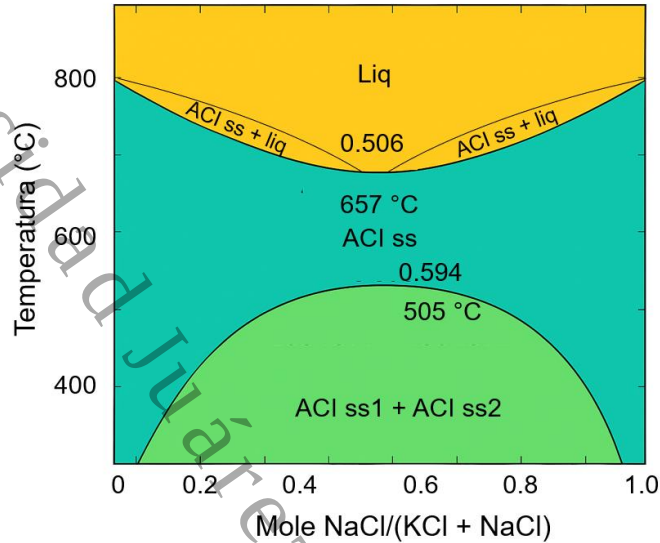


2.2.2 Mezcla Eutéctica

Una de las características del MSF es que utiliza una combinación de sales que presenta un punto de fusión más bajo que sus componentes individuales, lo que permite reducir la temperatura de reacción en este método. Estas mezclas también exhiben menor viscosidad y un rango de temperatura de operación más amplio, lo que facilita la difusión de los reactivos y mejora la formación de productos. En la Figura 2.5 se muestra el diagrama de fases binario del sistema **KCl–NaCl**, el cual permite identificar las regiones de estabilidad de la mezcla en función de la temperatura y la fracción molar de NaCl, este tipo de diagramas es importante en MSF, ya que permite seleccionar composiciones que fundan a menor temperatura que las sales puras. (Gupta & Mao, 2021; Kumar et al., 2022).

Figura 2.5

Diagrama de fases binario de KCl y NaCl. Elaboración propia, basado en (Broström et al., 2013; Grégoire et al., 2020).



Nota: «Liq» es una solución fundida. «ACI ss» es una solución sólida. «ACI ss1 y ACI ss2» son dos soluciones sólidas con diferente composición.

2.3. Crecimiento de cristales

2.3.1 Nucleación

Es el proceso en el cual monómeros, como átomos o moléculas, forman una estructura estable a nivel atómico o molecular, iniciando la formación de partículas. A medida que estas partículas crecen, se produce la maduración de Ostwald, un mecanismo donde las partículas más pequeñas, debido a su mayor energía superficial, se disuelven y redepositan en las más grandes. Este proceso favorece el crecimiento de las partículas más grandes y contribuye a la optimización de la microestructura del material, minimizando la energía libre del sistema. (Dong et al., 2023; X. Xie et al., 2023).

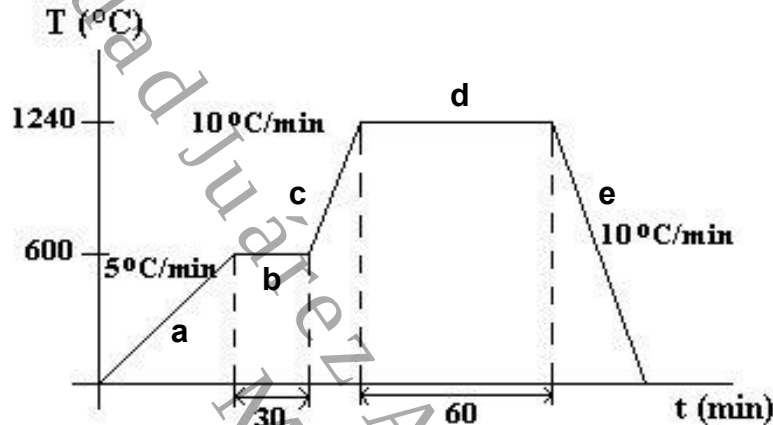
2.3.2 Rampa de temperatura

Son los cambio controlados y programados en la temperatura durante un proceso térmico, medidos en °C/min. Se utilizan para procesos de calentamiento y enfriamiento rápidos para reducir el tiempo de procesamiento, como en el caso del Procesamiento Térmico Rápido (RTP) y hornos rápidos. Estas también permiten controlar el presupuesto térmico, minimizando la

exposición del material a altas temperaturas y reduciendo defectos. Además, ayudan a optimizar la uniformidad térmica dentro de un material o lote procesado; En la Figura 2.6 se presenta un ejemplo de una rampa de temperatura típica utilizada en procesos térmicos, donde se distinguen las etapas de calentamiento, meseta y enfriamiento (Pasiut & Partyka, 2023a; Roy et al., 2001).

Figura 2.6

Ejemplo gráfico de una rampa de temperatura con calentamiento (a,c), meseta (b,d) y enfriamiento (e). Tomado de (Basante-Romo et al., 2016).

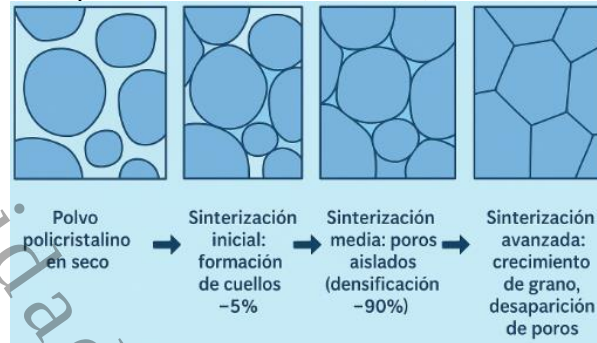


2.3.3 Sinterización

Es un proceso que consiste en calentar un material en polvo a temperaturas elevadas (típicamente entre 1000°C a 2000°C) pero por debajo de su punto de fusión principal, para que las partículas se unan y formen una masa sólida y compacta. Durante este proceso, las partículas se difunden a través de las superficies de contacto, fusionando gradualmente las partículas y eliminando los poros para crear un material denso y resistente como se puede observar en la Figura 2.7. Es un método fundamental en la metalurgia de polvos, así como en la producción de cerámicas donde los tiempos entre de 3 a 24 horas, ya que permite obtener formas complejas y propiedades mecánicas específicas sin necesidad de fundir el material por completo (Lakhdar et al., 2021).

Figura 2.7

Fases de la sinterización. Adaptado de artes cerámicas, 2024.



2.3.4 Método de Arquímedes

Es una técnica empleada para determinar la densidad de un material. Se basa en la fuerza de flotación (o empuje) que experimenta un cuerpo sumergido en un fluido es igual al peso del fluido que desplaza. A diferencia de un material no poroso, para una cerámica es necesario considerar el peso del líquido que llena sus poros abiertos. Por lo tanto, el proceso requiere la medición de tres pesos distintos para calcular su densidad aparente y su porosidad (B. Li et al., 2021a; Martinelli & Sene, 2000a).

Para el cálculo de las densidades se empleó:

$$\rho = \left(\frac{p_a - (0.00129) \cdot p_{H_2O}}{p_a - p_{H_2O}} \right) \quad \text{Ecuación 2.1}$$

Donde:

p_a = Peso del comprimido en el aire (seco)

p_{H_2O} = Peso del comprimido sumergido

Seguidamente para comprobar la viabilidad de la densidad obtenida se empleó la ecuación 2.2:

$$\text{Viabilidad} = \frac{\rho_{\text{Experimental}}}{\rho_{\text{Teórica}}} \times 100 \quad \text{Ecuación 2.2}$$

Donde:

$\rho_{\text{Experimental}}$ = Densidad obtenida por el método de Arquímedes

$\rho_{\text{Teórica}}$ = Densidad consultada en base de datos y patentes (promedio 3.5 – 3.7 g/cm³)

2.4. Propiedades de los materiales cerámicos

2.4.1 Choque térmico

Es un fenómeno que ocurre cuando un material experimenta un cambio brusco de temperatura, generando tensiones internas que pueden provocar fracturas o fallos, especialmente en vidrios y metales. Este fenómeno es crucial en ingeniería y manufactura para asegurar la integridad estructural de los materiales (Cherepanov et al., 2023; B. Li et al., 2021b).

2.4.2 Conductividad térmica

Es una propiedad física que mide la capacidad de un material para conducir calor desde una zona de mayor temperatura hacia otra de menor temperatura. Se representa mediante el coeficiente λ o k , y sus unidades en el Sistema Internacional son $W/m \cdot K$.

Esta propiedad puede calcularse mediante la ley de Fourier Ec. 2.3 para conducción de calor en estado estacionario:

$$\lambda = \frac{\dot{Q} \cdot L}{A \cdot \Delta T} \quad \text{Ecuación 2.3}$$

Donde λ es la conductividad térmica, $\dot{Q}$ el flujo de calor, L el espesor del material, A el área de transferencia y ΔT la diferencia de temperatura entre las caras del material.

Para realizar este cálculo es necesario contar con datos experimentales; sin embargo, también pueden consultarse valores reportados en tablas de propiedades térmicas. Los metales presentan alta conductividad térmica, mientras que materiales como vidrios, polímeros y algunos cerámicos tienen valores bajos, por lo que se consideran aislantes térmicos. En cerámicos, esta propiedad depende de la composición, porosidad, densidad, fases cristalinas y microestructura del material (Meng et al., 2021; Pasiut & Partyka, 2023b).

2.4.4 Conductividad eléctrica

Es la capacidad de un material para permitir el flujo de corriente eléctrica a través de sus partículas. Esta propiedad depende directamente de la estructura atómica y molecular del material, así como de factores físicos como la temperatura y el estado de la materia (sólido,

líquido o gaseoso). La conductividad eléctrica se mide en siemens por metro (S/m) y se representa con el símbolo σ .

La conductividad eléctrica se relaciona de forma inversa con la resistividad mediante la Ec. 2.4:

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad \text{Ecuación 2.4}$$

Donde σ es la conductividad eléctrica y ρ la resistividad eléctrica. También puede calcularse a partir de la resistencia medida y las dimensiones de la muestra:

$$\sigma = \frac{L}{R \cdot A} \quad \text{Ecuación 2.5}$$

Donde L es el espesor o longitud de la muestra, R la resistencia eléctrica y A el área transversal de contacto.

Los materiales con alta conductividad eléctrica, como los metales, permiten el paso de la corriente con facilidad, mientras que los materiales con baja conductividad, como los aislantes, ofrecen resistencia al flujo eléctrico. La conductividad eléctrica es inversamente proporcional a la resistividad, que mide la resistencia de un material al paso de la corriente (H. Li et al., 2020a; Ming et al., 2020a).

2.4.5 Resistividad eléctrica

Es una propiedad física de los materiales que mide su capacidad para resistir el flujo de corriente eléctrica. Se representa con la letra griega ρ (rho) y se mide en ohmios-metro ($\Omega \cdot m$). La resistividad es una propiedad intensiva, lo que significa que no depende de la cantidad ni de las dimensiones del material, sino únicamente de su composición y estructura interna.

La resistividad eléctrica se relaciona mediante la Ec. 2.6:

$$\rho = \frac{R \cdot A}{L} \quad \text{Ecuación 2.6}$$

Donde R es la resistencia eléctrica, A el área transversal de la muestra y L el espesor o longitud del material.

Un valor alto de resistividad indica que el material es un buen aislante valores usuales entre 10^5 – $10^8 \Omega \cdot m$, mientras que un valor bajo sugiere que es un buen conductor. Factores como la temperatura, la pureza y la estructura cristalina del material pueden influir en su resistividad (Martinelli & Sene, 2000b; R. Yang et al., 2023).

2.4.5 Permitividad

Es una propiedad física que describe la respuesta de un material a la aplicación de un campo eléctrico. En términos sencillos, es una medida de la capacidad un material para almacenar energía eléctrica cuando se encuentra en un campo eléctrico (En los vidrios-cerámicos tienen valores entre 7.84 y 9.15 (a 1–3 MHz) (Avila, 2025).

La permitividad absoluta de un material se relaciona con la permitividad relativa mediante la siguiente Ec.2.7:

$$\epsilon = \epsilon_r \cdot \epsilon_0$$

Ecuación 2.7

Donde ϵ es la permitividad del material, ϵ_r es la permitividad relativa o constante dieléctrica y ϵ_0 es la permitividad del vacío, cuyo valor es aproximadamente $8.854 \times 10^{-12} \text{ F/m}$.

En materiales dieléctricos también puede calcularse a partir de la capacitancia mediante:

$$\epsilon_r = \frac{C \cdot d}{\epsilon_0 \cdot A}$$

Ecuación 2.8

Donde **C** es la capacitancia, **d** el espesor de la muestra, **A** el área de contacto del electrodo y ϵ_0 la permitividad del vacío.

Un material con una alta permitividad se polariza más fácilmente, reduciendo la intensidad del campo eléctrico dentro de él en comparación con el vacío, lo que a su vez le permite almacenar una mayor cantidad de carga. Se mide en faradios por metro (F/m) en el Sistema Internacional de Unidades (H. Li et al., 2020b).

2.5 Caracterizaciones

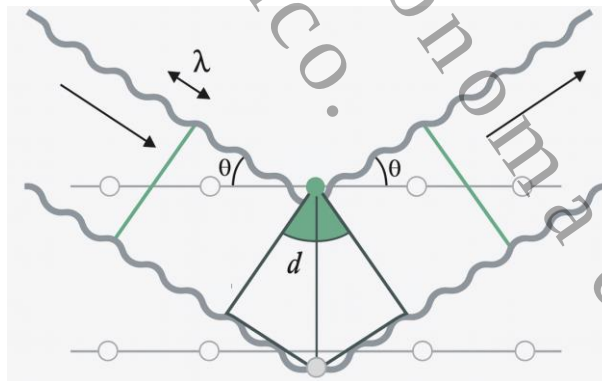
2.5.1 Difracción de Rayos X

Es una técnica de análisis no destructiva, utilizada para determinar la estructura cristalina, la composición de fases, el tamaño de los cristales y otras propiedades estructurales de un material. Se basa en la interacción de un haz de rayos X con los electrones de los átomos que forman un sólido como se puede observar en la Figura 2.8 (Artioli, 2022).

El principio de funcionamiento de la DRX se rige por la ley de Bragg, que establece que la difracción ocurre cuando los rayos X incidentes tienen una longitud de onda y un ángulo específicos que permiten que se reflejen de manera constructiva en los planos atómicos de un cristal. Esta interferencia constructiva genera un patrón de picos de intensidad, que es único para cada compuesto cristalino, actuando como una "huella digital" del material. La posición y la intensidad de estos picos proporcionan información detallada sobre la estructura atómica de la muestra (Artioli, 2022; Fewster, 2023).

Figura 2.8

Representación de interacción de DRX. Basado de Philip Willmott (Instituto Paul Scherrer, Suiza), 2025.



2.5.1.1 Refinamiento Rietveld

Es un método computacional de análisis de datos que se utiliza para modelar y analizar difractogramas de rayos X o neutrones obtenidos de materiales cristalinos. La técnica, desarrollada por Hugo M. Rietveld, compara un patrón de difracción teórico, basado en un modelo estructural del material, con el patrón de difracción experimental medido.

A través de un proceso iterativo de mínimos cuadrados, el software ajusta los parámetros del modelo (como los parámetros de la red cristalina, las posiciones atómicas, los factores de escala de fase y los parámetros de microestructura) hasta que la diferencia entre los patrones teórico y experimental es mínima. Este método permite obtener información muy detallada y cuantitativa sobre la estructura del material, incluyendo la identificación y cuantificación precisa de las fases presentes en una muestra, el grado de cristalinidad, el tamaño de cristalito y las micro deformaciones (Landeros-Velázquez et al., 2021; Petrick-Casagrande & Castillo-Blanco, 2005).

2.5.2 Espectroscopía de Impedancia (EIS)

La Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS) es una técnica de caracterización que mide la impedancia (la resistencia aparente al flujo de corriente alterna) de un sistema electroquímico como una función de la frecuencia de la señal aplicada.

En la medición de la Impedancia (Z), el sistema responde con una señal de corriente que también es sinusoidal (corriente alterna, AC), pero que está desfasada (ϕ) con respecto a la señal de voltaje aplicada. La impedancia como se puede observar en la ecuación 2.9 es la relación compleja entre el voltaje (V) y la corriente (I) en el dominio de la frecuencia (ω):

$$Z(\omega) = \frac{V(\omega)}{I(\omega)} = Z' + jZ'' \quad \text{Ecuación 2.9}$$

Donde Z' es la parte real de la impedancia (resistencia) y Z'' es la parte imaginaria (reactancia), y j es la unidad imaginaria (Hambley, 2019).

2.5.3 Microscopía electrónica de barrido

Es una técnica de microscopía que utiliza un haz de electrones enfocado para escanear la superficie de una muestra y generar imágenes de alta resolución. A diferencia de un microscopio óptico que usa luz visible, el SEM permite obtener imágenes con una gran profundidad de campo y un nivel de detalle mucho mayor, revelando la topografía, morfología y, en algunos casos, la composición química de la superficie del material (González Mancera & Noguez Amaya, 2006).

2.6. Sistemas y aplicaciones

2.6.1 Aplicaciones de cerámicos

Los materiales cerámicos presentan una amplia variedad de aplicaciones debido a sus propiedades térmicas, eléctricas, mecánicas, químicas y biocompatibles. Como se observa en la Figura 2.9, su uso puede agruparse en sectores estratégicos como la industria electrónica, aeroespacial, biomédica y automotriz. En cada una de estas áreas, los cerámicos cumplen funciones específicas relacionadas con su estabilidad térmica, resistencia al desgaste, aislamiento eléctrico, baja densidad, resistencia química y capacidad para trabajar en condiciones severas.

Figura 2.9

Aplicación de cerámicos en las diferentes industrias. Elaboración propia basado en (Kenfaui et al., 2019; Lakhdar et al., 2021b; Ramachandran et al., 2022; Wang et al., 2022).



JUSTIFICACIÓN

El desarrollo de materiales vidrio-cerámicos representa una línea estratégica en la ingeniería de materiales avanzados, debido a que permite diseñar microestructuras mediante nucleación y cristalización controladas, ajustando el tipo y fracción de fases cristalinas, el tamaño y distribución de grano, así como la presencia de fase vítrea residual. Esta capacidad de control microestructural es determinante porque manipula propiedades para operación a elevadas temperatura, tales como densificación, porosidad, estabilidad termoquímica y resistencia al choque térmico, características que resultan indispensables cuando el material trabaja bajo ciclos térmicos severos y requiere conservar integridad y estabilidad dimensional (Zhan et al., 2024; Y. Zhang et al., 2021).

En paralelo, la expansión tecnológica de la electrónica y de los vehículos electrificados incrementa la demanda de materiales funcionales y de óxidos estratégicos, impulsando la búsqueda de sistemas alternativos y de formulaciones que permitan optimizar propiedades sin depender estrictamente de composiciones tradicionales. Bajo este panorama, los sistemas basados en $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--MgO--SiO}_2\text{--ZrO}_2$ (MAS-Zr) son particularmente atractivos, ya que MgO y ZrO_2 se reconocen como modificadores relevantes de la cristalización, la densificación y la evolución microestructural en aluminosilicatos, mientras que SiO_2 puede influir en la sinterización y en la distribución de fases; todo ello abre la posibilidad de ajustar el balance entre fases estables, porosidad, características de límites de grano y respuesta eléctrica (Li et al., 2020).

Se seleccionó como material principal el óxido de aluminio (Al_2O_3), ya que es frecuentemente utilizado como base en cerámicas debido a sus óptimas propiedades, como una dureza de 9 en la escala de Mohs, resistencia térmica aproximada de 2050 °C y un coeficiente de expansión térmica de $8.3 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ en el rango de 20 °C a 1000 °C. La combinación de estas características otorga una larga vida útil a los componentes cerámicos (A. M. Abyzov, 2019a; Hadian et al., 2022).

De manera similar, se seleccionaron los demás precursores, teniendo en cuenta sus propiedades Tabla A2. Entre ellos destaca el dióxido de zirconio (ZrO_2), cuyas propiedades principales incluyen una tenacidad a la fractura de $1\text{--}8 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ y su notable resistencia a los choques térmicos, con un coeficiente de expansión térmica de $10.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ en el rango de 20 °C a 1000

°C, lo que lo hace ideal para aplicaciones que implican ciclos rápidos de calentamiento y enfriamiento (Khorashadizade et al., 2021; Pasiut & Partyka, 2023a).

Asimismo, se incluyó óxido de magnesio (MgO), conocido por su estabilidad térmica, con un punto de fusión de 2852 °C. Además, funciona como aislante eléctrico gracias a su resistividad eléctrica de $10^{12} - 10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$ a temperatura ambiente, y presenta una expansión térmica de $12.85 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$. Estas propiedades lo hacen adecuado para aplicaciones que requieren aislamiento tanto eléctrico como térmico, como en cables calefactores y calentadores eléctricos. Destaca también por su facilidad de fabricación y procesamiento en diversas formas, lo que lo convierte en un material accesible y versátil para múltiples aplicaciones industriales (De La Cruz, 2019; Kozerozhets et al., 2021).

Y como último precursor, el dióxido de silicio (SiO_2) se caracteriza por su resistencia térmica, con un punto de fusión aproximado de 1710 °C, y su estabilidad química, siendo resistente a la mayoría de los ácidos, excepto al ácido fluorhídrico (HF). Además, su baja expansión térmica, de $0.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$, lo convierte en un material óptimo para aplicaciones de aislamiento, tanto en la industria eléctrica como en entornos de temperaturas demandantes (Jain et al., 2023).

En la producción de estos cerámicos, el método más usado es el MES, considerado estándar por su simplicidad, escalabilidad y control sobre propiedades como estequiometría, dopaje y pureza de fase. Sin embargo, presenta retos como reacciones complejas, formación de fases secundarias y volatilización de componentes (Webber et al., 2024). Como alternativa, el MSF ofrece mejor uniformidad y control microestructural, pues crea un entorno altamente reactivo que facilita la difusión iónica y la formación de fases homogéneas a menores temperaturas y tiempos. Además este método ha mostrado mejoras en estabilidad térmica y dieléctrica de los materiales (Ayode Otitoju et al., 2020; Gupta & Mao, 2021).

Por lo anterior, esta tesis se justifica porque aporta evidencia experimental y criterios de selección para orientar materiales del sistema MAS-Zr hacia aplicaciones de alta temperatura, ya sea como aislantes/dieléctricos o como materiales con respuesta eléctrica dependiente de la temperatura. El estudio contribuye al entendimiento de cómo composición y procesamiento controlan la microestructura y, a su vez, el desempeño funcional, fortaleciendo la viabilidad del sistema propuesto frente a los retos actuales de estabilidad y confiabilidad en condiciones termoelectricas exigentes.

PREGUNTAS DE INVESTIGACIÓN

- ¿Mediante el método de sales fundidas es posible obtener materiales cerámicos con mejores propiedades estructurales, morfológicas, térmicas y eléctricas, en comparación con el método de estado sólido convencional?
- ¿Cómo influye la variación de ZrO_2 y MgO en las propiedades estructurales, morfológicas, térmicas y eléctricas de materiales cerámicos sintetizados mediante el método de sales fundidas y el método de estado sólido convencional?
- ¿Qué combinación de óxidos cerámicos, específicamente Al_2O_3 , ZrO_2 , MgO y SiO_2 , permite obtener materiales con propiedades adecuadas de aislamiento térmico-eléctrico en el rango de operación evaluado para aplicaciones vidriocerámicas?

HIPÓTESIS

A partir de la combinación de óxidos metálicos como MgO , Al_2O_3 , SiO_2 y ZrO_2 , por los MSF vs MES, es posible obtener materiales cerámicos con propiedades de dureza, resistencia térmica (punto de fusión) y aislamiento eléctrico (resistividad) con propiedades vitrocerámicas.

OBJETIVOS

Objetivo General:

Establecer la composición del sistema MASZr (MgO , Al_2O_3 , SiO_2 , ZrO_2) y las condiciones de síntesis que conduzcan a materiales vidrio-cerámicos con microestructura estable (densificación, porosidad y estructura de fronteras de grano) y desempeño dieléctrico favorable en el rango de operación de interés, orientados a aplicaciones de materiales avanzados bajo condiciones térmicas exigentes.

Objetivos Específicos:

- ❖ Establecer la temperatura de síntesis de los materiales cerámicos MASZr utilizando los MES y MSF, para ajustar las condiciones en la obtención de los parámetros funcionales de los cerámicos.
- ❖ Evaluar las propiedades termoeléctricas y térmicas de los cerámicos mediante técnicas como Espectroscopía de Impedancia (IS) para el análisis del comportamiento dieléctrico variando la temperatura ($200^\circ\text{C} - 500^\circ\text{C}$), Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) para identificar transiciones térmicas que involucren absorción o liberación de calor y Análisis Termogravimétrico (TGA) para medir el cambio de peso (masa) de una muestra en función de la temperatura.
- ❖ Analizar la estructura cristalina y la morfología de los materiales cerámicos mediante técnicas de caracterización como la microscopía electrónica de barrido (SEM), la difracción de rayos X (XRD) y análisis elemental (EDS), con el fin de comprender su influencia en propiedades, particularmente las de tipo eléctrico y térmico.
- ❖ Evaluar las propiedades de los cerámicos obtenidos por los métodos experimentales (MES y MSF) con el fin de seleccionar el material más adecuado para la aplicación.

CAPÍTULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.1 Síntesis de cerámicos

Este capítulo expone las actividades experimentales realizadas a lo largo del proyecto de investigación. Se describe en detalle la metodología aplicada, los materiales y equipos empleados en cada procedimiento, así como las condiciones en las que se llevaron a cabo los distintos experimentos.

3.1.1 Materiales precursores

Para la síntesis de los materiales cerámicos se emplearon reactivos comerciales correspondientes al sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--ZrO}_2\text{--MgO--SiO}_2$. El Al_2O_3 se utilizó como componente principal, mientras que ZrO_2 , MgO y SiO_2 actuaron como óxidos modificadores para favorecer la formación de fases cristalinas y mejorar las propiedades térmicas y eléctricas del material.

Además, se emplearon NaCl y KCl como sales fundentes en el método MSF, debido a que favorecen la difusión de los precursores durante el tratamiento térmico. En la Tabla 3.1 se presenta la información de los reactivos utilizados, incluyendo marca, fórmula química, pureza y número CAS.

Tabla 3.1. Información de reactivos utilizados.

Reactivo	Marca	Fórmula química	Pureza	CAS
Óxido de aluminio	MEYER	Al_2O_3	98%	1314-28-1
Óxido de magnesio	FAGA	MgO	95.2%	1309-48-4
Óxido de zirconio	ALDRICH	ZrO_2	99%	1314-23-4
Oxido de Silicio	FAGA	SiO_2	> 98%	--
Cloruro de sodio	CTR SCIENTIFIC	NaCl	99.03%	7647-14-5
Cloruro de potasio	MEYER	KCl	99%	7447-40-7

3.2 Método 1: estado sólido

3.2.1 Preparado de los precursores.

Los precursores (Al_2O_3 , ZrO_2 , MgO , SiO_2) se pesaron en una balanza analítica marca VELAB modelo VE-210 de acuerdo con el diseño experimental (Tabla 3.2). Posteriormente, se realizó una molienda utilizando un mortero de ágata durante 2 horas, con el objetivo de obtener una mezcla homogenizada.

Tabla 3.2. Diseño experimental por MES.

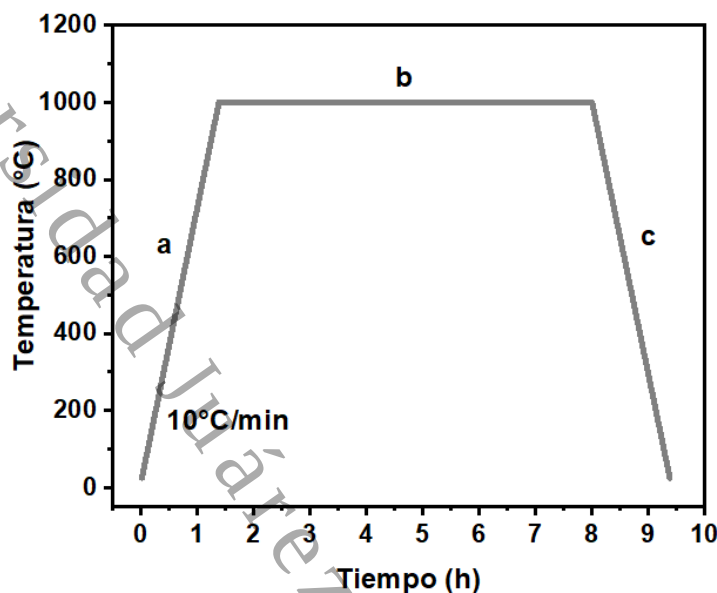
	Al_2O_3 (Base)%	ZrO_2 (%)	MgO (%)	SiO_2 (%)	Total %
M1-MES (extremo alto para ZrO_2)	85	7	3	5	100
M2-MES (equilibrado)	85	5	5	5	100
M3-MES (extremo alto para MgO)	85	3	8	4	100

3.2.2 Tratamiento térmico.

La mezcla fue sometida a un proceso de sintetización en una mufla LINDBERG BLUE modelo BF51848A-1. La rampa de temperatura como se observa en la Figura 3.1 inicio a 25 °C y asciende a una tasa de 10 °C/min, alcanzando los 1000 °C en aproximadamente 1h y 38 minutos. Posteriormente, se mantiene a 1000 °C durante 8 horas, permitiendo la interacción y consolidación de los reactivos. Finalizado este tiempo, la temperatura desciende de manera controlada a una tasa de 10 °C/min, regresando a 25 °C en el mismo intervalo de tiempo, con el objetivo de evitar tensiones térmicas o grietas en el material sintetizado.

Figura 3.1

Representación general del tratamiento térmico para el MES donde (a) Calentamiento, (b) Mantenimiento de temperatura, (c) Enfriamiento y cristalización (Thirupathi et al., 2023).

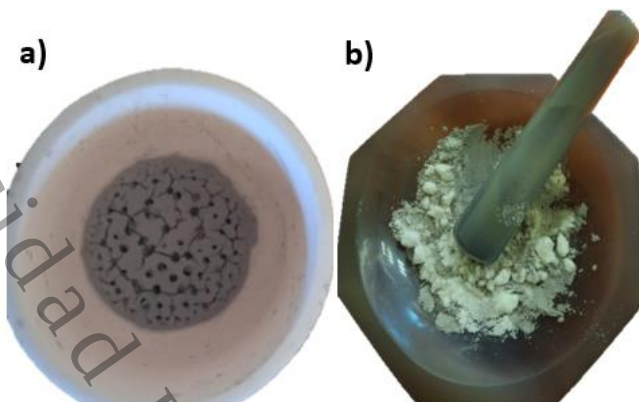


3.2.3 Tratamiento de molienda

Dado que en el MES el material cerámico tiende aglomerarse tras la reacción, se realizó una segunda molienda para mejorar su manejo y dispersión, facilitando así las caracterizaciones posteriores. En la Figura 3.2, se observan poros en la cerámica, los cuales pueden estar relacionados con diferentes factores del proceso de síntesis por el MES. Algunas posibles causas incluyen la liberación de gases durante la sinterización, ya que ciertos compuestos pueden descomponerse a altas temperaturas, generando gases que quedan atrapados en la matriz cerámica. Además, un calentamiento excesivamente rápido puede impedir la adecuada liberación de estos gases antes de que la muestra alcance su densificación óptima.

Figura 3.2

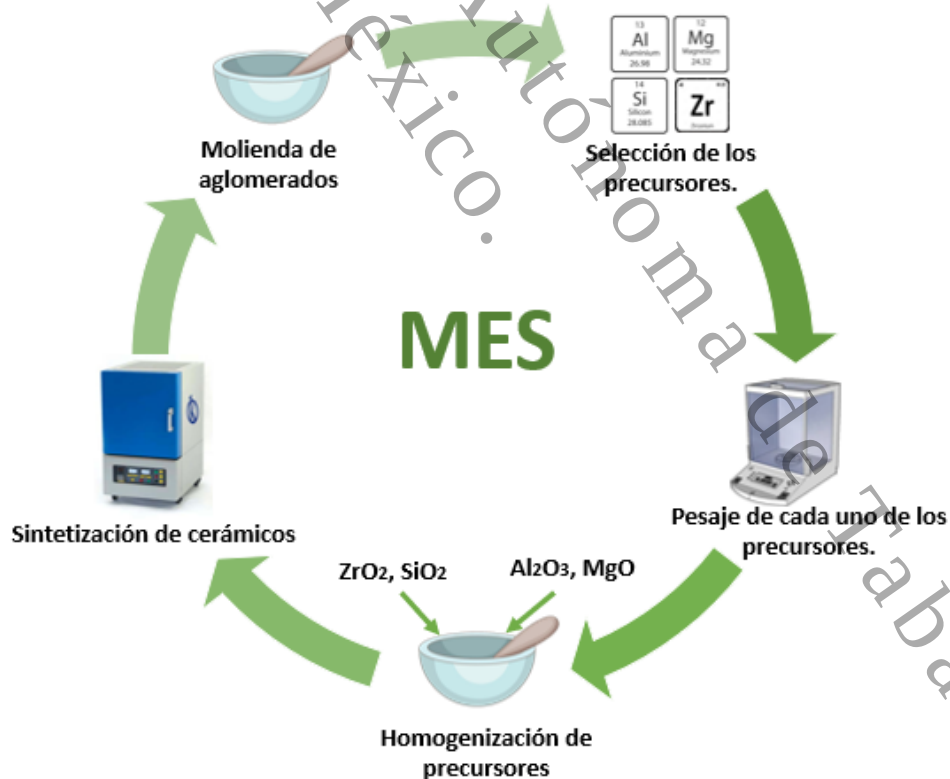
a) Cerámico después del tratamiento térmico con MES, b) Retriturado posterior del MES.



A continuación, se esquematiza en la Figura 3.3 la metodología a seguir para MES.

Figura 3.3

a) Metodología por método de estado sólido (MES).



3.3 Método 2: sales fundentes

3.3.1 Relación de sal eutéctica.

Para establecer la relación de sales eutécticas y los precursores se realizaron consultas de este método aplicado con anterioridad en diferentes síntesis de compuestos desde nanopartículas (Zuniga et al., 2018), esferas (Gupta & Mao, 2021b) y monocristales (Bergh et al., 2024).

Según Bergh W. 2024 y colaboradores establecen que las relaciones sal-precursor:

- 1:1: Produce partículas más pequeñas, lo que puede limitar la eficiencia en el crecimiento de cristales y aumentar la cantidad de defectos en la estructura del material.
- 4:1: Permite una mayor flexibilidad en el crecimiento de cristales, y se considera una relación más práctica para controlar el tamaño de las partículas y mejorar la homogeneidad.
- 10:1: Utilizada comúnmente en la síntesis de óxidos inorgánicos, esta proporción favorece el crecimiento de partículas grandes y reduce los defectos, pero puede no ser tan eficiente o económica en términos de uso de materiales.

En la Figura 2.5 podemos ver las sales seleccionadas para el sistema eutéctico fueron NaCl-KCl, debido a su bajo punto de fusión ($\sim 657^\circ\text{C}$), significativamente menor en comparación con el método de estado sólido. Esto permite reducir la energía requerida para la fusión y minimizar temperaturas extremas que podrían alterar la estructura del material.

Ambas sales presentan estabilidad química a temperaturas elevadas y no reaccionan con la mayoría de los precursores metálicos o cerámicos, lo que previene la incorporación de impurezas en el producto final.

Además, el uso de NaCl y KCl favorece el control del tamaño y la morfología de las partículas, al actuar como un medio de dispersión o confinamiento durante la síntesis (Bergh et al., 2024; Gupta & Mao, 2021b).

3.3.2 Preparado por tratamientos del diseño experimental.

Las sales componentes de la mezcla eutéctica y los precursores (Al_2O_3 , ZrO_2 , MgO , SiO_2) se pesaron en una balanza analítica marca VELAB modelo VE-210 de acuerdo con el diseño experimental (Tabla 3.3). Posteriormente, se realizó una molienda utilizando un mortero de ágata durante 2 horas, con el objetivo de obtener una mezcla homogenizada.

Tabla 3.3 Diseño experimental por MSF.

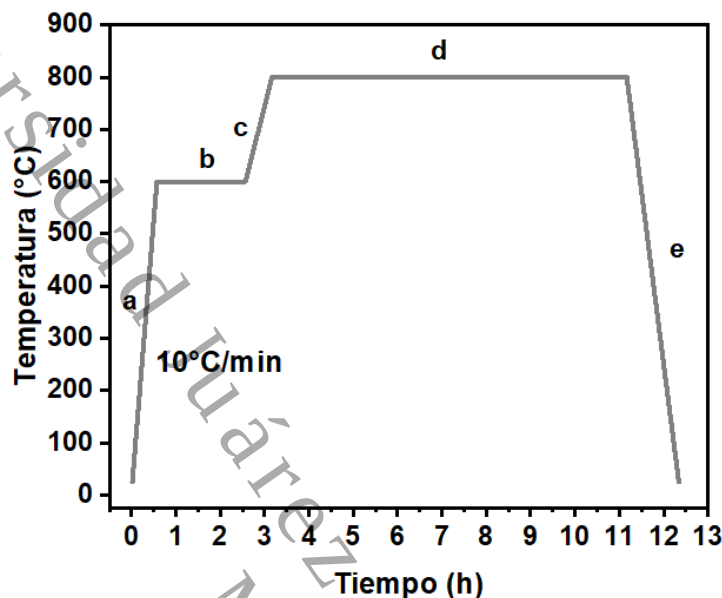
	Al_2O_3 (Base)%	ZrO_2 (%)	MgO (%)	SiO_2 (%)	Total %
M1-MSF (extremo alto para ZrO_2)	85	7	3	5	100
M2-MSF (equilibrado)	85	5	5	5	100
M3-MSF (extremo alto para MgO)	85	3	8	4	100

3.3.3 Tratamiento térmico.

La mezcla fue sometida a un proceso de síntesis en una mufla LINDBERG BLUE modelo BF51848A-1 la rampa de temperatura inicia a 25 °C y se calienta a una tasa de 10 °C/min hasta alcanzar 600 °C en aproximadamente 1h y 18 min. Posteriormente, la temperatura continúa aumentando a 10 °C/min hasta llegar a 800 °C, donde se mantiene durante 8 horas, favoreciendo la interacción de los reactivos. Finalmente, el sistema se enfría a 10 °C/min hasta descender a 25 °C, asegurando un enfriamiento controlado para evitar tensiones térmicas en el material. Este control térmico asegura una fusión homogénea de las sales, permitiendo su correcta función como medio de reacción o dispersión como se ilustra en la Figura 3.4.

Figura 3.4

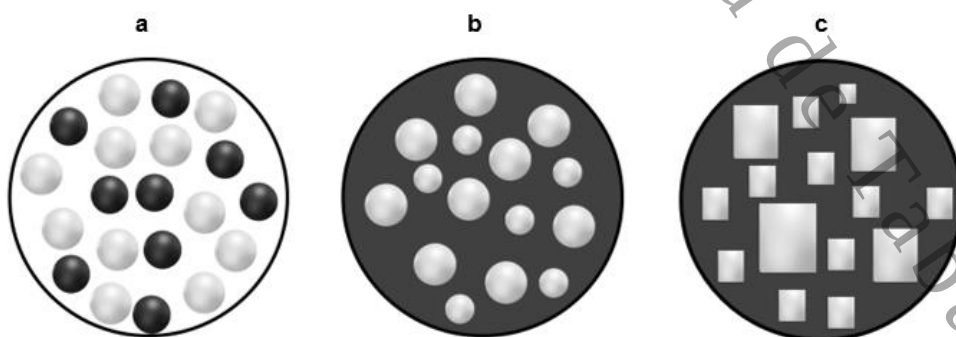
Representación del tratamiento térmico con rampas de temperatura para mezclas de precursores en el MSF. Donde a) Calentamiento b) Fusión de sales c) Calentamiento d) Mantenimiento e) Cristalización y enfriamiento (Thirupathi et al., 2023; West, 2014).



Además, la aplicación de rampas de temperatura permitió regular el crecimiento y la nucleación de partículas representados en la Figura 3.5, evitando crecimiento de cristales descontrolados y favoreciendo la obtención de una microestructura uniforme (P. Xie et al., 2019; Zuniga et al., 2018).

Figura 3.5

Representación gráfica de a) Mezcla de precursores y sales eutécticas, b) Calentamiento de mezcla c) Nucleación.

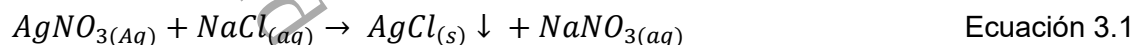


Nota: el gráfico representa las etapas del mes. adaptado de molten salt synthesis of metal oxide nanomaterials: estatus, opportunity, and challenge (p. 15), por Gupta K. Santosh K. y Mao Yuanbing, 2021, ISSN 0079-6425.

3.3.4 Lavado del cerámico.

Tras la sinterización de los cerámicos y la disolución de las sales, se añadió agua desionizada al sistema y se dejó sedimentar, repitiendo el proceso las veces necesarias hasta garantizar la eliminación completa de los cloruros en los polvos cerámicos.

Para verificar la ausencia de cloruros en la solución, se preparó una solución de nitrato de plata (AgNO_3) con una concentración de 0.5 M, empleándola como reactivo para detectar la posible formación de precipitados.

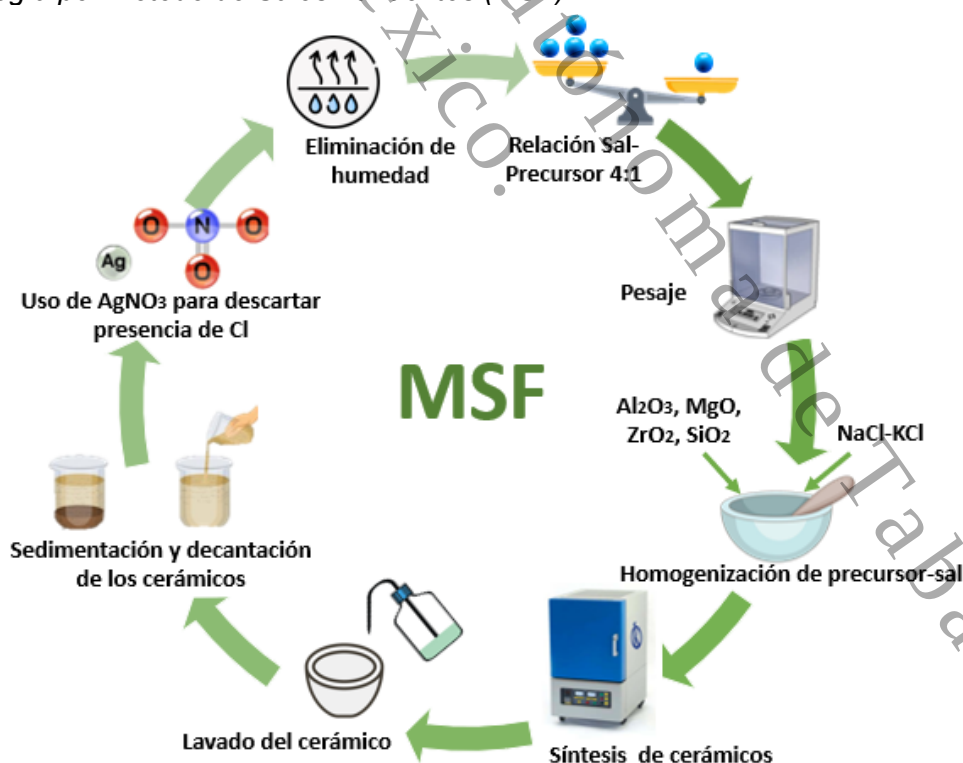


Finalmente, para eliminar el exceso de humedad, la mezcla cerámica fue sometida a un tratamiento térmico a 150 °C, asegurando la completa evaporación de la humedad residual.

A continuación, se presenta en la Figura 3.6 de manera global la metodología a seguir para MSF.

Figura 3.6

a) Metodología por Método de Sales Fundentes (MSF).



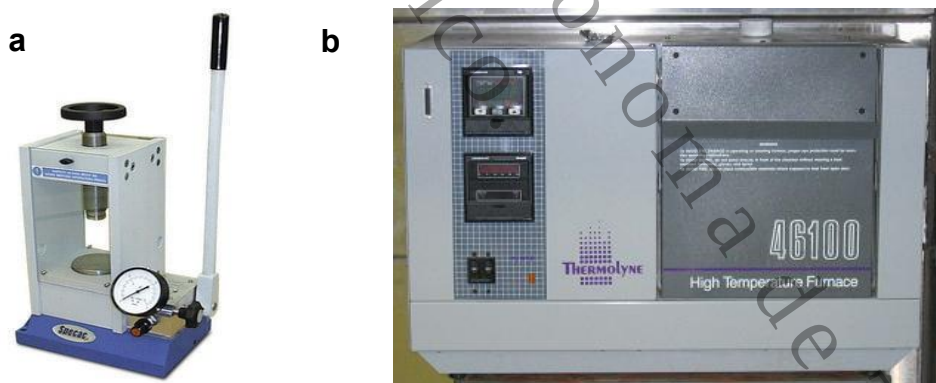
3.4 Conformación de comprimidos

Se conformaron comprimidos a partir de los polvos obtenidos por ambas rutas de síntesis — método de estado sólido (MES) y síntesis en sales fundidas (MSF)— empleando una prensa hidráulica Specac, modelo Z803103 (Figura 3.7a). La compactación se efectuó con un dado de compresión de tipo uniaxial, aplicando una carga nominal de 3 toneladas (≈ 29.4 kN) durante 5 min a temperatura ambiente. Concluida la compactación, los cuerpos verdes se extrajeron cuidadosamente del dado para evitar fisuras o deslaminaciones.

Posteriormente, los comprimidos se sinterizaron en una mufla marca Furnace Modelo 46100 a 1200°C por 2 h con una velocidad de calentamiento de $10^\circ\text{C}/\text{min}$, con el propósito de densificar la microestructura y obtener piezas aptas para las caracterizaciones subsecuentes (Figura 3.7b). Las condiciones de prensado y sinterización descritas fueron idénticas para ambos diseños experimentales (MES y MSF), a fin de garantizar comparabilidad entre tratamientos (H. Li et al., 2020b; Zhan et al., 2024).

Figura 3.7

a) Prensa uniaxial para la realización de comprimidos , b) Mufla Furnace para sinterización a 1200°C .



3.5 Mediciones de densidad por el método de Arquímedes (ASTM C373-88)

La determinación de la densidad aparente (ρ_A), se realizó por el método de Arquímedes, el cual infiere el volumen aparente de la muestra a partir del empuje que experimenta al sumergirse en agua.

Con las masas en seco, saturada y sumergida se calculan las magnitudes de interés.

Se empleó una balanza analítica METTLER TOLEDO, modelo ME204E, equipada con kit de densidad (Figura 3.8). Este kit consta de: (i) un soporte para un pequeño contenedor con agua que no se pesa; (ii) un receptor de carga superior para pesar la muestra en aire, sin contacto con el soporte del contenedor; y (iii) un receptor de carga inferior (gancho/jaula) que permite sumergir la muestra en el agua del contenedor mientras la balanza registra la lectura correspondiente. Este arreglo elimina cargas del soporte y asegura que, durante la inmersión, la única fuerza medida adicional sea el empuje hidrostático.

Figura 3.8

Balanza equipada con kit de densidad.



El procedimiento de medición se llevó a cabo siguiendo los siguientes pasos:

1. Pesaje en seco: Se pesó cada pastilla sinterizada al aire libre. Se debe asegurar que las pastillas estén completamente secas para obtener una lectura precisa del peso en seco (P_a).
2. Pesaje en húmedo: Se sumergió la pastilla en agua destilada y se registró su peso aparente en húmedo (P_s).
3. Limpieza y secado post-medición: Después de cada ciclo de medición (pesaje en húmedo), las pastillas se enjuagaron con acetona para facilitar la evaporación del agua absorbida. Luego, se sometieron a un secado en una mufla a una temperatura de $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 10 minutos, para evaporar cualquier resto de acetona o agua.
4. Enfriamiento y repetición: Una vez secas, las pastillas se enfriaron a temperatura ambiente. Es importante tener en cuenta este anterior proceso ya que las mediciones realizadas con muestras calientes darán resultados erróneos. La densidad de un material

y del agua varían con la temperatura, lo que afectaría directamente la lectura del peso y, por ende, la exactitud del cálculo de densidad. En concreto, el método de Arquímedes es sensible a la temperatura, ya que la densidad del agua disminuye a medida que la temperatura aumenta (Peng et al., 2022; Shakir & Géber, 2023).

Para el cálculo de las densidades se emplearon las ecuaciones 2.1 y 2.2.

3.6 Caracterizaciones de Rayos X

La caracterización estructural de los polvos sinterizados se realizó mediante Difracción de Rayos X (DRX) para identificar las fases cristalinas presentes y su estructura. El análisis se llevó a cabo utilizando un difractómetro modelo Bruker D8 Advance (Figura 3.9). El equipo operó con una fuente de lámpara de cobre $K\alpha_1$ que emite una longitud de onda de $1.5406 \text{ \AA}$. La configuración del equipo se estableció con una diferencia de potencial de 20 kV y una corriente de 500 mA. La adquisición de los datos se realizó en un intervalo de barrido de 20° a 80° en 2θ , con un paso de $0.2^\circ/\text{s}$, y el patrón de difracción fue registrado por un detector de centelleo (Feng et al., 2021b; Hsiang et al., 2014; Tulyaganov et al., 2023).

Figura 3.9

Bruker D8 Advance powder X-ray Diffraction.



Los difractogramas obtenidos mostraron la presencia de múltiples fases cristalinas, lo que dificultó la identificación y cuantificación precisa de cada una de ellas mediante el análisis convencional. Para abordar esta complejidad, se procedió a realizar un refinamiento Rietveld en las muestras seleccionadas.

3.8 Microscopia electrónica de barrido (SEM)

Las muestras se prepararon para su observación microestructural mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), utilizando un Leica Stereoscan 440, y se recubrieron con una fina capa de plata para asegurar conductividad y obtener imágenes de alta calidad. La observación se realizó con voltaje de aceleración variable (10–25 kV) para ajustar la penetración del haz y optimizar la resolución y el contraste, permitiendo visualizar con detalle la morfología superficial y la microestructura. Además, se efectuaron análisis químicos por espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (EDS) y mapeo elemental (EDS-mapping) en un SEM JEOL JCM-6000 para corroborar la presencia y distribución relativa de Al, O, Mg, Si y Zr, bajo condiciones de 10.0 kV, 1.0 nA, modo PHA T2, tiempo real de 300 s (tiempo vivo 299.35 s), tiempo muerto 0.8, tasa de conteo 160 cps y rango de energía 0–20 keV; el mapeo se realizó en un campo de 100 μm .

3.7 Mediciones de impedancia

3.7.1 Preparación de los comprimidos

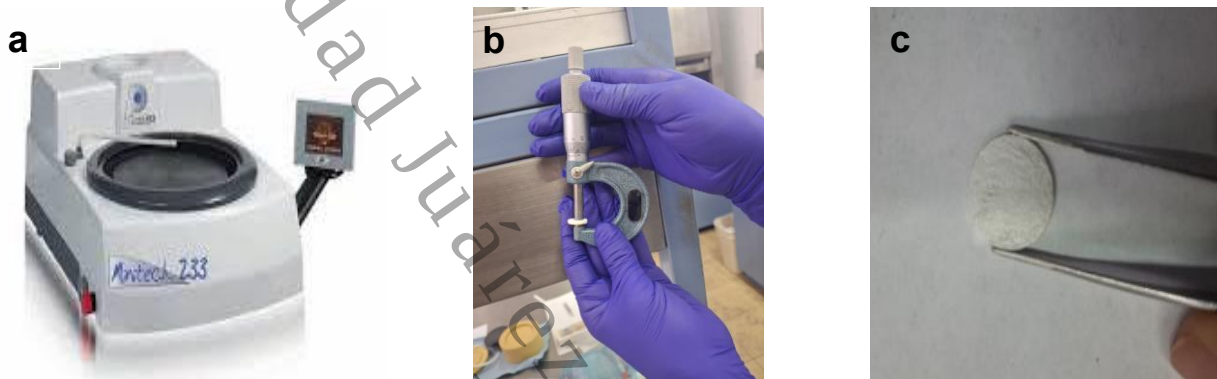
Antes de iniciar las mediciones de impedancia, se prepararon los comprimidos para evitar interferencias o errores que pudieran conducir a interpretaciones incorrectas. Una vez obtenidas las pastillas, estas se pulieron en una Pulidora Minitech 233 (Figura 3.10a) utilizando una lija P800, con el objetivo de alcanzar un grosor final de 1 mm. Esta reducción de espesor se realizó debido a que la impedancia (Z) depende directamente de la longitud del recorrido de la corriente, es decir, del espesor de la muestra. Pastillas excesivamente gruesas tienden a presentar valores de resistencia muy elevados (del orden de $G\Omega$), lo que dificulta la estabilidad de las lecturas del instrumento. Al disminuir el espesor, se reduce la resistencia aparente y se obtienen valores de impedancia dentro del rango adecuado para la medición.

Para garantizar la uniformidad del pulido y la precisión en el grosor, el espesor de los comprimidos se verificó con un micrómetro Mitutoyo (Figura 3.10b). Posteriormente, en ambas caras de cada pastilla se aplicó un electrodo de plata (Figura 3.10c), seguido de un tratamiento térmico a 600 °C durante 30 minutos en una mufla Furnace modelo 46100, con el fin de fijar el electrodo a la superficie cerámica. Finalmente, se comprobó mediante un multímetro que cada cara presentara una resistencia cercana a cero y que no existiera continuidad entre ambas

superficies, asegurando así una correcta preparación para las pruebas de impedancia (Andraskar et al., 2022a; Fabris et al., 2020).

Figura 3.10

a) Pulidora de comprimidos con velocidad de 50 RPM, b) Medición de comprimidos con apoyo de un micrómetro, c) Comprimido con electrodo de plata aplicado.



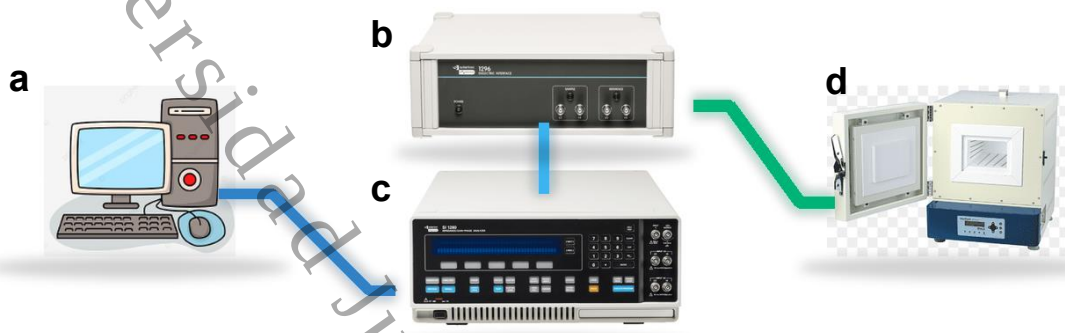
3.7.2 Montaje de medición de impedancia

La caracterización de las propiedades eléctricas de las muestras, tales como la permitividad, conductividad, resistividad y pérdidas dieléctricas, se realizó mediante la técnica de Espectroscopía de Impedancia (EIS). Esta técnica permite analizar la respuesta eléctrica de un material al ser sometido a una señal de corriente alterna (AC) de diferentes frecuencias, proporcionando datos sobre la resistencia y reactancia del material.

Para llevar a cabo las mediciones, se utilizó un equipo de cómputo conectado a un analizador de impedancias Solartron 1260 y a su vez unido a una interfaz dieléctrica Solartron 1296 para finalmente estar conectado a una mufla Furnace 47900. Este sistema de equipos permite medir la impedancia compleja (compuesta por la impedancia real e imaginaria) de la muestra en función de la frecuencia y la temperatura a como se puede observar en la Figura 3.11.

Figura 3.11

Montaje para medición de impedancia con variación de temperatura aplicando una corriente alterna (AC). a) Equipo de computo para recolección de datos, b) Interfaz dieléctrica Solartron 1296 c) Analizador de impedancias Solartron 1260 d) Mufla Furnace 47900.



Las mediciones de impedancia se realizaron en un rango de frecuencias de 1 Hz a 1 MHz, utilizando una señal de corriente alterna de 100 mV. El procedimiento experimental se llevó a cabo en dos etapas:

1. Medición a temperatura ambiente: Inicialmente, se registraron las lecturas de impedancia de las muestras a temperatura ambiente para establecer una referencia.
2. Medición con variación de temperatura: Posteriormente, las muestras se sometieron a un análisis térmico a partir de 200 °C, aumentando la temperatura en intervalos de 25 °C hasta alcanzar los 500 °C. En cada punto de temperatura, se dejó que la muestra se estabilizara durante 15 minutos antes de tomar las mediciones de impedancia. Este tiempo de estabilización es crucial para asegurar que las propiedades eléctricas del material se encuentren en equilibrio térmico (K. Barik et al., 2011; Mehta et al., 2018).

A partir de los datos obtenidos de impedancia real e imaginaria se pueden hacer las siguientes relaciones donde la permitividad compleja se define como:

$$\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon''$$

Ecuación 3.2

donde:

- ε' = parte real (almacenamiento de energía, “constante dieléctrica”).
- ε'' = parte imaginaria (pérdidas dieléctricas, disipación).

Si la muestra es un disco plano con:

- A = área del electrodo (cm^2 o m^2).
- L = espesor de la muestra (cm o m).
- $C_0 = \epsilon_0 \cdot (A/L)$ capacitancia geométrica de la celda (F).
- $\omega = 2\pi f$ = frecuencia angular.

entonces:

$$\epsilon' = \frac{-Z''}{\omega C_0 (Z'^2 + Z''^2)} \quad \text{Ecuación 3.3}$$

$$\epsilon'' = \frac{-Z'}{\omega C_0 (Z'^2 + Z''^2)} \quad \text{Ecuación 3.4}$$

donde $\epsilon_0 = 8.854 \times 10^{-12} \text{ F/m}$ (permitividad del vacío).

- ϵ' depende principalmente de Z'' (parte imaginaria de la impedancia).
- ϵ'' depende principalmente de Z' (parte real de la impedancia).

Cálculo de factor de pérdida:

$$\tan \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \quad \text{Ecuación 3.5}$$

Cálculo de resistividad para un comprimido en disco es:

$$\rho = R \frac{A}{L} \quad \text{Ecuación 3.6}$$

Donde:

R: resistencia (Ω).

A: Área del electrodo (m^2)

L: Espesor (m)

ρ : Resistividad $\Omega \cdot \text{m}$

Cálculo de conductividad:

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad \text{Ecuación 3.7}$$

Donde:

σ = Conductividad S/m

ρ = Resistividad $\Omega \cdot m$

3.9 Caracterizaciones térmica (DSC y TGA)

Las propiedades térmicas de las muestras se evaluaron mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC) y análisis termogravimétrico (TGA), empleando un analizador térmico (DSC/TGA) marca Mettler Toledo y modelo DSC3+. Para cada medición se colocó aproximadamente 0.5 g de muestra en el porta muestras del instrumento y se aplicó un programa de calentamiento desde 30 hasta 800 °C con una velocidad de 10 °C/min, registrándose en DSC el flujo de calor asociado a eventos endotérmicos/exotérmicos (transiciones, cristalización o reacciones) y en TGA la variación de masa con la temperatura (pérdida de volátiles, descomposición u oxidación), con el fin de correlacionar la estabilidad térmica y los cambios fisicoquímicos del material dentro del rango de operación estudiado (Feng et al., 2021b; Hsiang et al., 2014; Tulyaganov et al., 2023).

CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En el presente capítulo se muestran los resultados obtenidos durante el desarrollo de las actividades experimentales. Se muestran las caracterizaciones estructurales, morfológicas, ópticas, eléctricas y térmicas mediante MES y MSF.

4.1 Rendimiento después de síntesis

Tras la síntesis de los materiales, los porcentajes de rendimiento se analizaron y se presentan en la Tabla 4.1. Los datos muestran diferencia entre las dos rutas de síntesis evaluadas. Específicamente, las muestras obtenidas mediante la ruta MES (Método de Estado Sólido) exhibieron un rendimiento promedio superior, con porcentajes que oscilan entre el 90% y el 97%. En contraste, las muestras sintetizadas por la ruta MSF (Método Sales Fundentes) mostraron rendimientos ligeramente menores, con valores en el rango del 85% al 95%. Esta variación en el rendimiento se puede atribuir principalmente a la pérdida mínima de producto que ocurre durante la etapa de lavado del material cerámico, una etapa crítica en el proceso de purificación que afecta la cantidad final de producto recuperado.

Tabla 4.1 Rendimiento de cada uno de los tratamientos después de la síntesis para MES Y MSF.

	MSF (%)	MES (%)
M1 (extremo alto para ZrO_2)	90	91
M2 (equilibrado)	95	90
M3 (extremo alto para MgO)	85	97

Estos resultados pueden relacionarse con lo reportado en la literatura, donde el método de estado sólido se describe como una ruta ampliamente utilizada para obtener cerámicos multicomponentes; sin embargo, su avance depende de reacciones en la interfaz entre partículas sólidas, por lo que la selección de precursores, la difusión y la formación de fases intermedias influyen directamente en el resultado final del proceso. Miura et al. señalan que la síntesis en estado sólido puede involucrar rutas complejas de reacción y fases intermedias no equilibradas, lo que hace que el control de la síntesis dependa fuertemente de la interacción entre los precursores. De forma similar, Bianchini et al. indican que la formación de fases durante la

síntesis de óxidos cerámicos depende de la relación entre termodinámica y cinética, así como de la naturaleza de los precursores empleados.

En el caso del método **MSF**, aunque la literatura lo reporta como una técnica capaz de favorecer la difusión iónica, disminuir la temperatura de formación y mejorar la homogeneidad del producto, también implica etapas adicionales como la incorporación de sales fundentes y su posterior eliminación mediante lavado. Gupta y Mao mencionan que las sales fundidas actúan como medio de reacción, facilitando el transporte de masa y la formación del producto a menor temperatura; sin embargo, después del tratamiento térmico es necesario remover las sales residuales mediante lavado con agua. Zúñiga et al. también señalan que la selección de la sal, la molienda, la temperatura, el tiempo de síntesis y el lavado son factores críticos para obtener productos homogéneos y de buena calidad por MSF.

4.2 Cálculo de densidad por el método de Arquímedes.

La densidad experimental de las muestras sintetizadas por las rutas MES y MSF se determinó mediante el principio de Arquímedes, un método que permite calcular la densidad de un objeto midiendo el empuje que experimenta al ser sumergido en un fluido. Los resultados obtenidos, presentados en la Tabla 4.2, revelan la densidad experimental (ρ experimental) para cada una de las muestras, así como el porcentaje de viabilidad, el cual refleja la relación entre la densidad teórica y la experimental, indicando la condición del material.

Tabla 4.2. Datos de densidad por método de Arquímedes.

# Muestra	MES		MSF	
	ρ experimental	% Viable	ρ experimental	% Viable
M1	3.40	90.84	3.61	96.38
M2	3.57	95.39	3.45	92.12
M3	3.45	92.01	3.44	91.90
Promedio:	92.75		93.47	

Los promedios de densidad experimental para ambas rutas son similares, con un valor promedio de 92.75 para MES y 93.47 para MSF. Estos valores, junto con los porcentajes de viabilidad, sugieren que ambos métodos de síntesis son efectivos para obtener un material con una densidad comparable a la teórica que es reportada tanto en patente como base de datos entre 3.0 g/cm^3 a 3.8 g/cm^3 (Peng et al., 2022; Prasad & Basu, 2013). Las ligeras variaciones entre

muestras individuales y entre los promedios de los dos métodos pueden ser atribuidas a la formación de una porosidad residual inherente a la naturaleza de cada proceso de síntesis. En el caso del método de Arquímedes, la presencia de porosidad afecta directamente la medición, ya que el agua puede penetrar en los poros abiertos, modificando la medición del volumen desplazado y, por ende, la densidad calculada. La viabilidad del material, que en este caso ronda el 90-95%, indica que las muestras obtenidas son densas y tienen una baja porosidad, lo que es un buen indicativo de la calidad del material sintetizado.

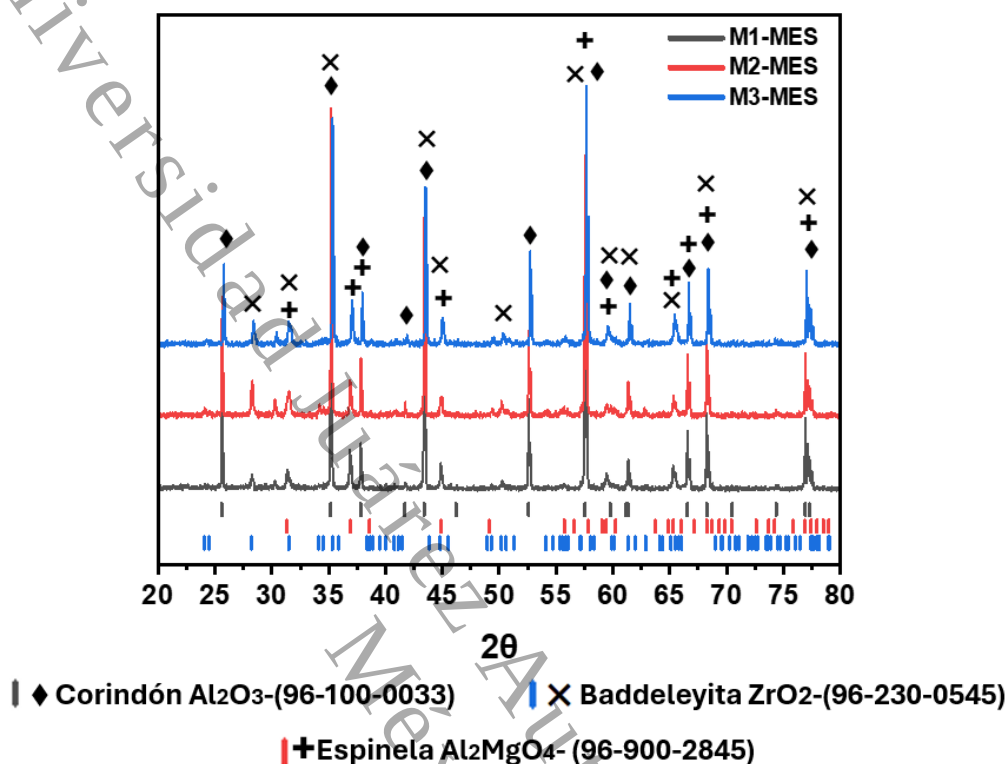
4.3 Difracción de Rayos X por MES y MSF.

Difracción de Rayos X de las muestras obtenidas por MES.

En la Figura 4.1 se presentan los difractogramas correspondientes a las composiciones M1–M3 obtenidas por MES y sinterizadas a 1200 °C. Las tres formulaciones parten de una matriz mayoritaria de Al_2O_3 (85 % en masa), mientras que los contenidos de ZrO_2 , MgO y SiO_2 se ajustaron conforme al diseño experimental (muestra extrema alta para ZrO_2 , equilibrada y extrema alta para MgO). Debido a la naturaleza del MES, donde la reacción ocurre principalmente por difusión en estado sólido y requiere tiempos prolongados para favorecer el contacto y la interdifusión de especies, los patrones obtenidos presentan picos definidos, lo que es consistente con la formación de fases cristalinas.

Figura 4.1

Difractogramas de los materiales cerámicos obtenidos por MES.



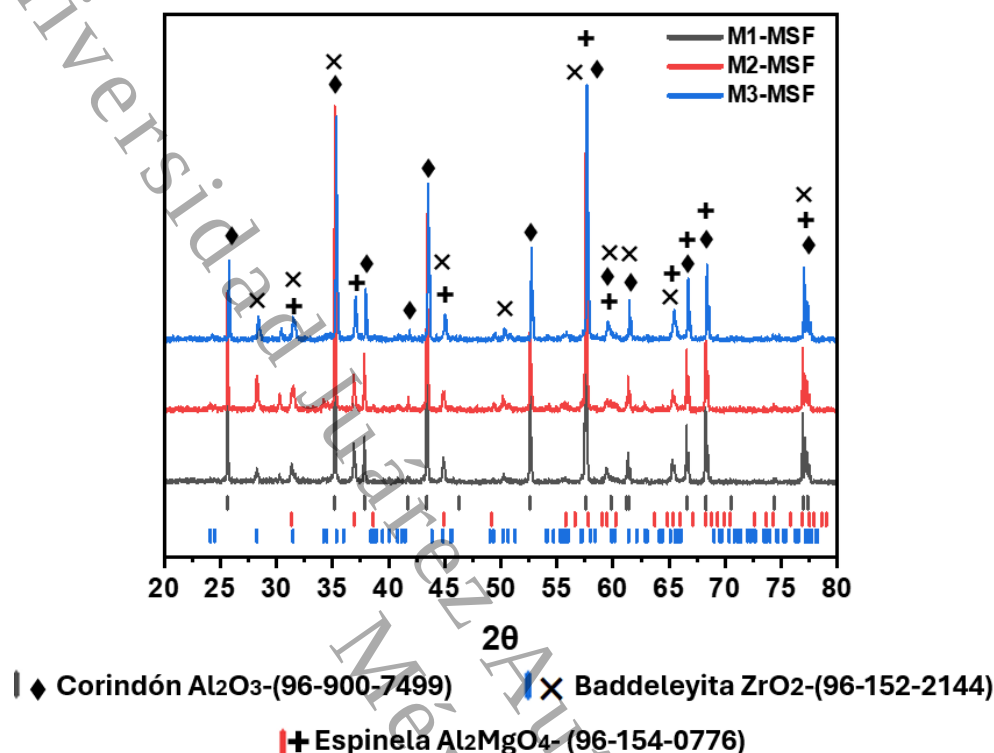
De acuerdo con la identificación de fases, en las muestras por MES se confirma la presencia de corindón ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ PDF 96-100-0033) como fase predominante, acompañado por espinela (Al_2MgO_4 PDF 96-900-2845) y baddeleyita (ZrO_2 monoclinico PDF 96-900-2845). En particular, al incrementar MgO (por ejemplo, en M3) se intensifican las señales asociadas espinela, mientras que al aumentar ZrO_2 (M1) se refuerzan las señales correspondientes a ZrO_2 . La composición equilibrada (M2) exhibe intensidades intermedias entre los extremos, lo cual concuerda con su formulación (Patzig et al., 2012; Shakir & Géber, 2023).

Difracción de Rayos X de las muestras obtenidas por MSF.

La Figura 4.2 muestra los difractogramas obtenidos para las muestras cerámicas sintetizadas por MSF, tratadas a 800 °C y posteriormente sinterizadas a 1200 °C. En esta ruta se observa igualmente una matriz de corindón ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ PDF 96-100-0033), acompañada por espinela (MgAl_2O_4 PDF 96-900-2845) y baddeleyita (ZrO_2 PDF 96-900-2845).

Figura 4.2

Difractogramas de los materiales cerámicos obtenidos por MSF.



A diferencia del MES, el MSF promueve mayor movilidad iónica por la presencia del medio fundente, lo cual favorece la formación de fases a menor temperatura; por ello, los picos se observan definidos. Adicionalmente, al aumentar MgO (M3) se refuerzan las señales de espinela, mientras que al aumentar ZrO₂ (M1) se intensifican las señales de baddeleyita (Fabris et al., 2020; Mehta et al., 2018).

Es importante señalar que, aunque el SiO₂ forma parte de la composición inicial del sistema MASZr (Reportado en el diseño experimental), este no fue identificado como fase cristalina en los difractogramas ni en el refinamiento Rietveld para ninguna de las rutas de síntesis. Sin embargo, su presencia fue confirmada mediante análisis de EDS y mapeo elemental, lo que indica que el silicio se encuentra incorporado en el sistema, pero no en forma cristalina detectable por DRX. Este comportamiento sugiere que el SiO₂ se encuentra predominantemente en estado amorfo o como una fase vítrea intergranular, posiblemente originada durante los procesos de sinterización, especialmente considerando la interacción con MgO y Al₂O₃, que favorece la formación de fases líquidas transitorias. En consecuencia, aunque no contribuye con señales

difractables, el SiO_2 desempeña un papel relevante en la evolución microestructural del material, influyendo en la densificación, la distribución de fases y, potencialmente, en las propiedades eléctricas finales del sistema.

De manera comparativa, los resultados obtenidos en el sistema MASZr guardan relación con lo reportado tanto por Ngashangua et al., 2015; Yang et al., 2020 como por Li et al., 2020 en sistemas basados en $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$. En ambos estudios se confirma que la variación composicional, particularmente la presencia de MgO y el ajuste de la relación $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, influye directamente en la evolución y conservación de fases cristalinas como espinela. Asimismo, al igual que en los sistemas MAS convencionales, la modificación del equilibrio químico altera el grado de cristalización y la distribución de fases secundarias. No obstante, la incorporación de ZrO_2 en el sistema MASZr introduce una variable adicional que modifica parcialmente este equilibrio, evidenciando que, aunque el comportamiento estructural general responde a los principios del sistema MAS, la naturaleza multicomponente del material condiciona una evolución de fases más compleja. En conjunto, el análisis comparativo confirma que la ruta de síntesis y la composición química son determinantes en la estabilidad estructural del sistema, consolidando la interpretación de los patrones de DRX obtenidos en este trabajo.

Por último, cabe mencionar que en ambas rutas sí conviene hacer un refinamiento Rietveld por la presencia de múltiples fases ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, MgAl_2O_4 y ZrO_2 monoclinico) causando que se traslapen los picos, lo que impide estimar sus cantidades e índices de Miller. Rietveld permite cuantificar el % en peso de cada fase con mayor confianza, separar picos solapados, y corregir efectos de fondo, ancho instrumental y orientación preferencial. Además, entrega parámetros de red, tamaño de cristalita/tensión micro-deformación y un índice de calidad del ajuste (RWP, χ^2) para comparar objetivamente entre M1-M3 y entre rutas MES vs MSF. Con esos datos, la discusión de microestructura y propiedades (eléctricas y mecánicas) se vuelve más sólida y trazable.

Cuantificación de fases mediante refinamiento Rietveld (promedio representativo)

Dada la presencia de múltiples fases y el traslape de picos, se realizó el refinamiento Rietveld para estimar el % en masa de cada fase (Al-Mahmud et al., 2024; Ngashangua et al., 2015). Los valores reportados en la Tabla 4.3 son un promedio representativo de las composiciones evaluadas, útil para comparar tendencias entre rutas de síntesis (MES vs MSF). El refinamiento permitió cuantificar las fases principales y reportar una fracción residual asociada a picos no

ajustados (“unidentified peak area”), la cual puede relacionarse con contribuciones no modeladas (posible fracción amorfa, fases minoritarias o limitaciones del ajuste).

Tabla 4.3. Fases identificadas en el refinamiento por cada método de síntesis.

Método	Al ₂ O ₃ (corindón) %	Al ₂ MgO ₄ (espinela) %	ZrO ₂ (baddeleyita) %	No identificado %
MES	65.1	18.5	3.7	12.7
MSF	77	20.02	2.8	10.4

En conjunto, estos resultados muestran que el MSF mantiene una mayor fracción de Al₂O₃ como fase matriz, con presencia moderada de espinela y baddeleyita; en cambio, el MES presenta una disminución relativa de Al₂O₃ y presencia de los mismo dos precursores anteriores con similares porcentajes presentes.

4.3.1 Balance de masa (rendimiento + Rietveld)

Para evaluar el comportamiento de los tratamientos (MES y MSF), se realizó un balance de masa con base en una carga inicial de 15 g de mezcla de óxidos por muestra. El rendimiento reportado para cada tratamiento se interpretó como masa recuperada posterior a la síntesis y acondicionamiento (enfriamiento, lavado y/o secado). La masa recuperada se calculó mediante:

$$m_{rec} = \left(\frac{R}{100}\right) m_{in} \quad \text{Ecuacion 4.1}$$

donde m_{in} es la masa inicial (15 g) y R el rendimiento (%). Las pérdidas globales se estimaron como:

$$m_{pérd} = m_{in} - m_{rec} \quad \text{Ecuacion 4.2}$$

Posteriormente, la masa de cada fase cristalina identificada por DRX y cuantificada por refinamiento Rietveld se obtuvo multiplicando la fracción másica de cada fase por la masa recuperada:

$$m_{fase} = \left(\frac{w_{fase}}{100} \right) m_{rec}$$

Ecuacion 4.3

donde w_{fase} es el porcentaje en masa de la fase obtenido del refinamiento Rietveld. Adicionalmente, se reportó el porcentaje de área no identificada (“unidentified peak area”) como una fracción residual asociada a señales no modeladas (posible amorfo, fases minoritarias o ajuste instrumental).

En las Tablas 4.4 y 4.5 se presenta el balance de masa por fases cristalinas, combinando el rendimiento con la cuantificación Rietveld. Para MES se identificaron corindón (Al_2O_3), ringwoodita, piropo y ZrO_2 , mientras que para MSF se identificaron corindón (Al_2O_3), espinela, piropo y ZrO_2 . En ambos casos se reporta la fracción no identificada (“unidentified peak area”), la cual puede atribuirse a contenido amorfo, fases minoritarias no incluidas en el modelo o limitaciones del ajuste.

Tablas 4.4 Balance de masa por MES (15 g por corrida).

Muestra	Rend (%)	mrec (g)	pérdidas (g)	Al_2O_3 (g)	Al_2MgO_4 (g)	ZrO_2 (g)
M1-MES	91	13.65	1.35	8.88	2.52	0.50
M2-MES	90	13.50	1.50	8.77	2.49	0.49
M3-MES	97	14.55	0.45	9.47	2.69	0.53

Tablas 4.5 Balance de masa por MSF (15 g por corrida).

Muestra	Rend (%)	mrec (g)	pérdidas (g)	Al_2O_3 (g)	Espinela (g)	ZrO_2 (g)
M1-MSF	90	13.50	1.50	10.39	2.70	0.37
M2-MSF	95	14.25	0.75	10.97	2.85	0.39
M3-MSF	85	12.75	2.25	9.81	2.55	0.35

A partir de estos datos, se calculó una distribución promedio por ruta (promedio de las tres composiciones):

✓ $\bar{m}_{rec, MES} = 13.90 \text{ g}$ y $\bar{m}_{pérd, MES} = 1.10 \text{ g}$

✓ $\bar{m}_{rec, MSF} = 13.50 \text{ g}$ y $\bar{m}_{pérd, MSF} = 1.50 \text{ g}$

Estos resultados permiten visualizar, en términos de masa, que la ruta MSF tiende a generar una fracción mayor de piropo y espinela, mientras que el MES conserva una mayor proporción de Al_2O_3 y favorece la formación de ringwoodita. La fracción no identificada se mantiene en el orden de ~13–16% y debe considerarse como una contribución residual del ajuste.

4.4 Caracterizaciones microestructurales

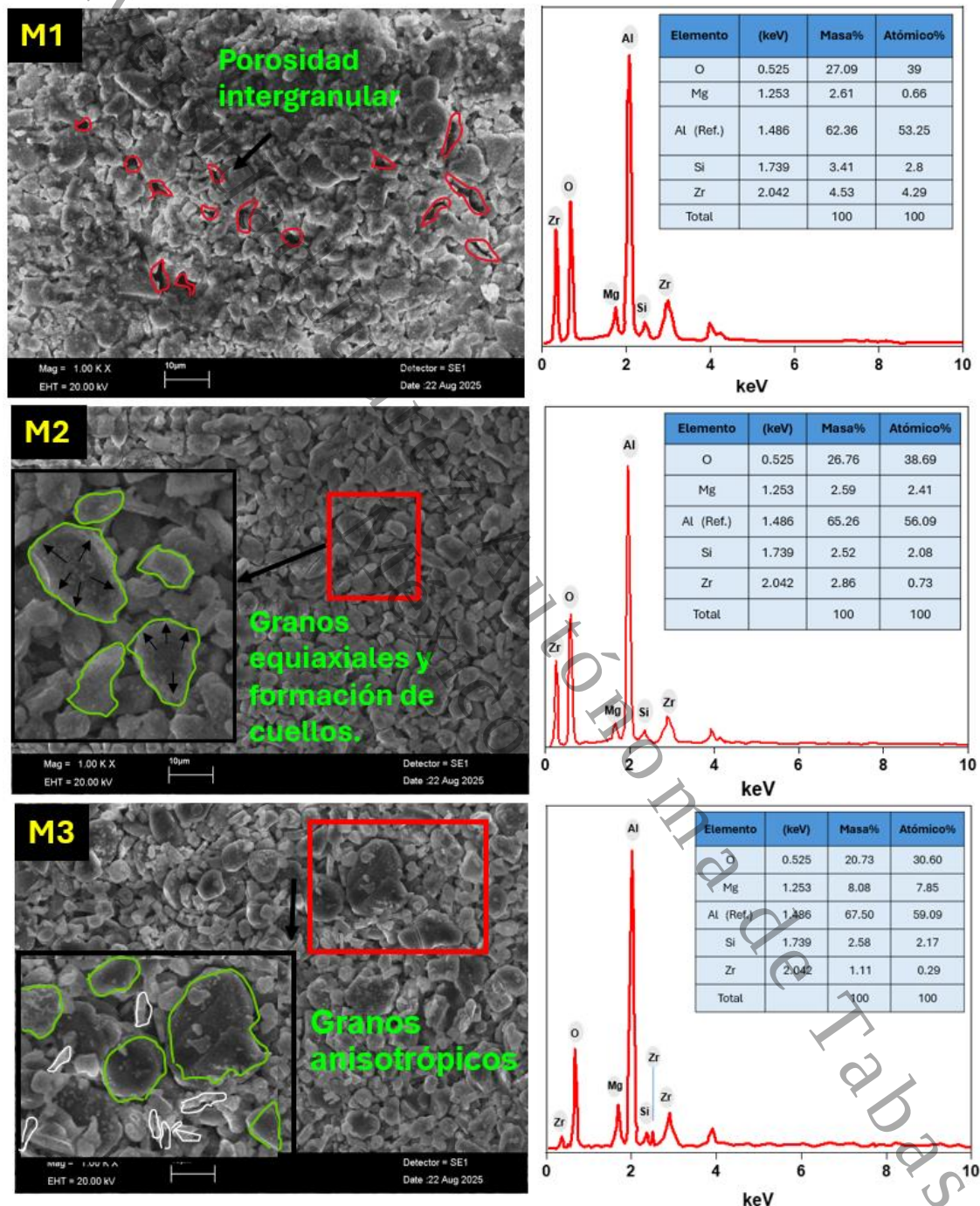
4.4.1 Microscopía Electrónica de Barrido por MES.

En la Figura 4.3 se presenta las tres muestras con una matriz predominantemente de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, con granos mayoritariamente equiaxiales (dimensiones similares en todas las direcciones) y presencia de granos anisotrópicos (forma alargada o plana) de entre 3.8–6.8 μm , determinados mediante análisis en *ImageJ* sobre un 14.8 % del área representativa del campo. Se observa porosidad intergranular residual, consistente con la sinterización por el método de estado sólido a 1200 °C. Las variaciones morfológicas entre M1–M3 se correlacionan con los contenidos relativos de MgO , SiO_2 y ZrO_2 , que controlan tanto la formación de silicatos de Mg (ringwoodita y piropo) como el efecto de ZrO_2 como segunda fase dispersa que refina grano (efecto de anclaje de fronteras) (Matsunaga et al., 2022; Zhao et al., 2025).

En complemento, los espectros y cuantificaciones semicuantitativas por EDS asociados a la Figura 4.3 evidencian la dominancia de Al y O (matriz de alúmina) y la presencia de Mg, Si y Zr como elementos minoritarios, coherentes con las adiciones de $\text{MgO-SiO}_2\text{-ZrO}_2$ en las formulaciones.

Figura 4.3

Microestructuras SEM (1.00 k $\times$, 10 μ m) de cerámicos Al_2O_3 -(ZrO_2 , MgO , SiO_2) por síntesis MES (1000 $^{\circ}C$) y sinterizados a 1200 $^{\circ}C$.



Iniciando con M1 (alto ZrO_2) presenta una textura rugosa con poros abiertos y microgrietas señaladas; el exceso de ZrO_2 (7%) ancla las fronteras de grano, dificultando la densificación y el cierre de poros, con el micro grieteo probablemente causado por la diferencia de la expansión

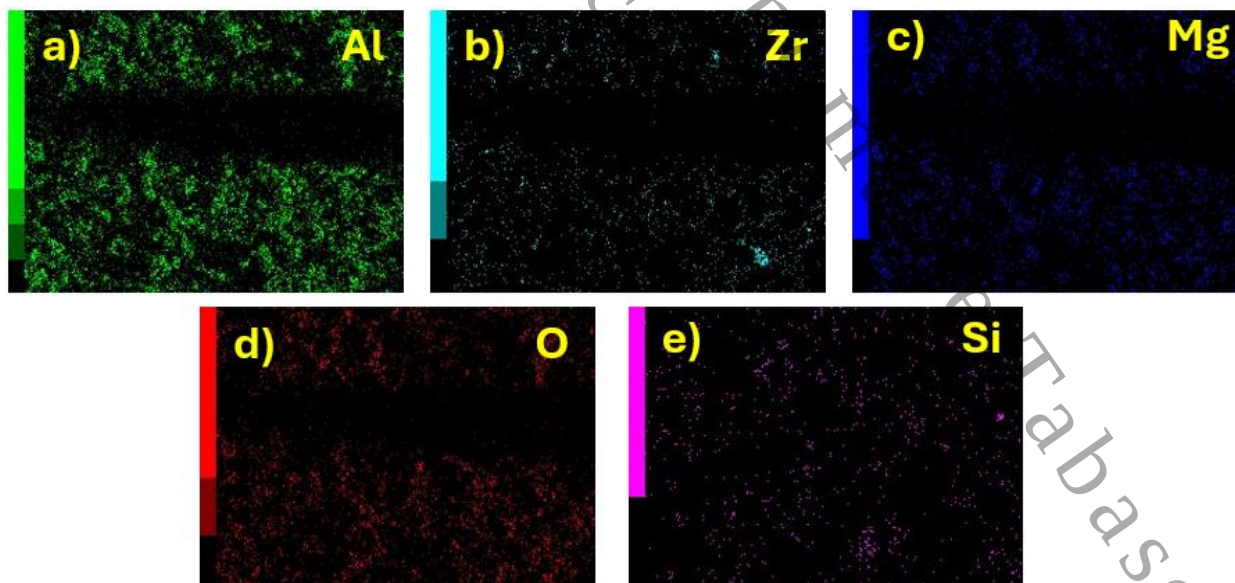
térmica esto es visible como vacíos o sombras oscuras entre granos contiguos, lo cual indica que el proceso de densificación no alcanzó el cierre total de poros (Fabris et al., 2020; Zhao et al., 2025).

La muestra M2 (equilibrada) logra la mejor homogeneidad, con granos equiaxiales y presencia de granos anisotrópicos, cuellos desarrollados y menor porosidad, reflejando un balance ideal (5% ZrO_2 , 5% MgO , 5% SiO_2) que asiste la sinterización sin bloquear el crecimiento del grano. En M3 (alto MgO), con granos más grandes y menor porosidad aparente, evidencia que el exceso de MgO (8%) acelera la densificación y el crecimiento del grano (*coarsening*), resultando en una estructura compacta con mejor cierre de poros.

El mapeo elemental EDS (campo de $100\ \mu\text{m}$) se empleó para verificar la distribución espacial de los elementos como se observa en la Figura 4.4. En términos generales, la señal de Al y O se asocia con la matriz continua de alúmina, mientras que la distribución de Zr permite identificar regiones enriquecidas vinculables a la fase dispersa de ZrO_2 .

Figura 4.4

MAPEO elemental (EDS) del cerámico obtenido por MES tras la sinterización. En todas las muestras procesadas por MES se observó una distribución homogénea y uniforme de los elementos: a) Al, b) Zr, c) Mg, d) O y e) Si.



Las imágenes por SEM confirman que el MES produce microestructuras anisotrópicas, equiaxiales y con porosidad intergranular, densificadas principalmente por difusión en sólido y

sensible a la molienda, así mismo como al contenido de partículas refractarias (ZrO_2) que anclan el crecimiento, complementando con el SiO_2 que modula la estructura del límite favoreciendo los límites singulares rectos y facetados. Es un proceso robusto y estable, pero para lograr densidades más altas suele requerir temperatura y tiempos mayores o estrategias de activación (Matsunaga et al., 2022; Zhao et al., 2025).

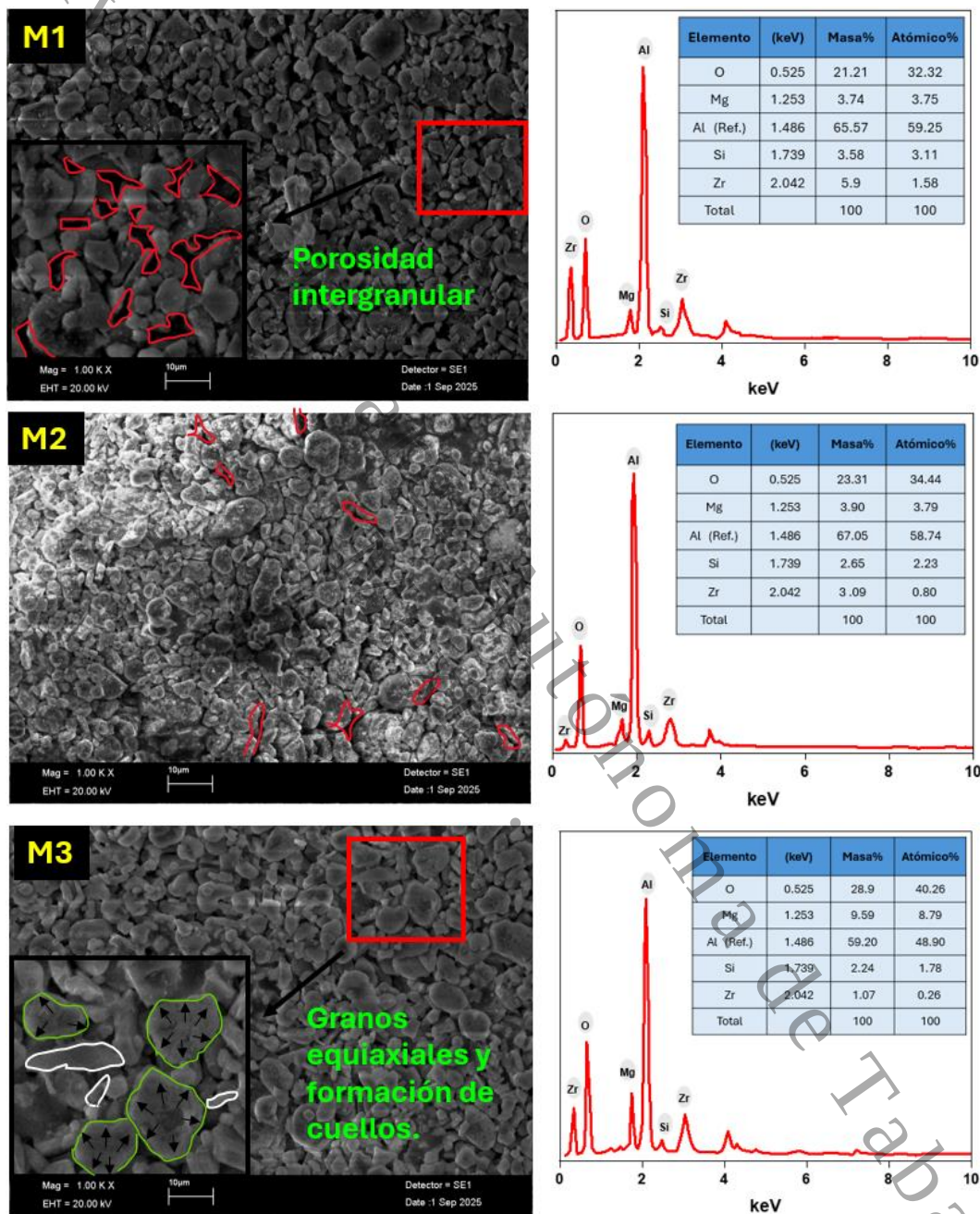
4.4.2) Microscopía Electrónica de Barrido MSF.

En forma general, el empleo de sales fundentes a 800 °C generó granos con bordes redondeados, cuellos definidos y porosidad intergranular menor que la observada por la ruta MES, lo cual es consistente con la difusión acelerada en fase salina y la cristalización temprana de fases como espinela y piropo, así mismo presentando tamaños de grano en un intervalo aproximado de 3.50 μm –8.30 μm determinados mediante análisis en *ImageJ* sobre un área 25.8 % del área representativa del campo. Las variaciones morfológicas entre M1–M3 se explican por el balance MgO-SiO_2 (que controla la cantidad de silicatos/espinela y la asistencia a sinterización) y por la fracción de ZrO_2 (fase inerte que refina grano, pero puede limitar el cierre de poros) (Pan et al., 2024; Shekhawat et al., 2021).

Los espectros EDS de la Figura 4.5 confirman nuevamente una matriz rica en Al–O y la presencia de Mg, Si y Zr como componentes minoritarios, con variaciones relativas coherentes con los cambios de formulación M1–M3 y con la ruta MSF.

Figura 4.5

Microestructuras SEM (1.00 k $\times$, 10 μ m) de cerámicos Al_2O_3 -(ZrO_2 , MgO, SiO_2) por síntesis MSF (800 $^{\circ}C$) y sinterizados a 1200 $^{\circ}C$.



Iniciando con M1 (alto ZrO_2) muestra una estructura más fina y granos equiaxiales y cuellos continuos debido a la asistencia por fase líquida de las sales y del mismo SiO_2 , así mismo se

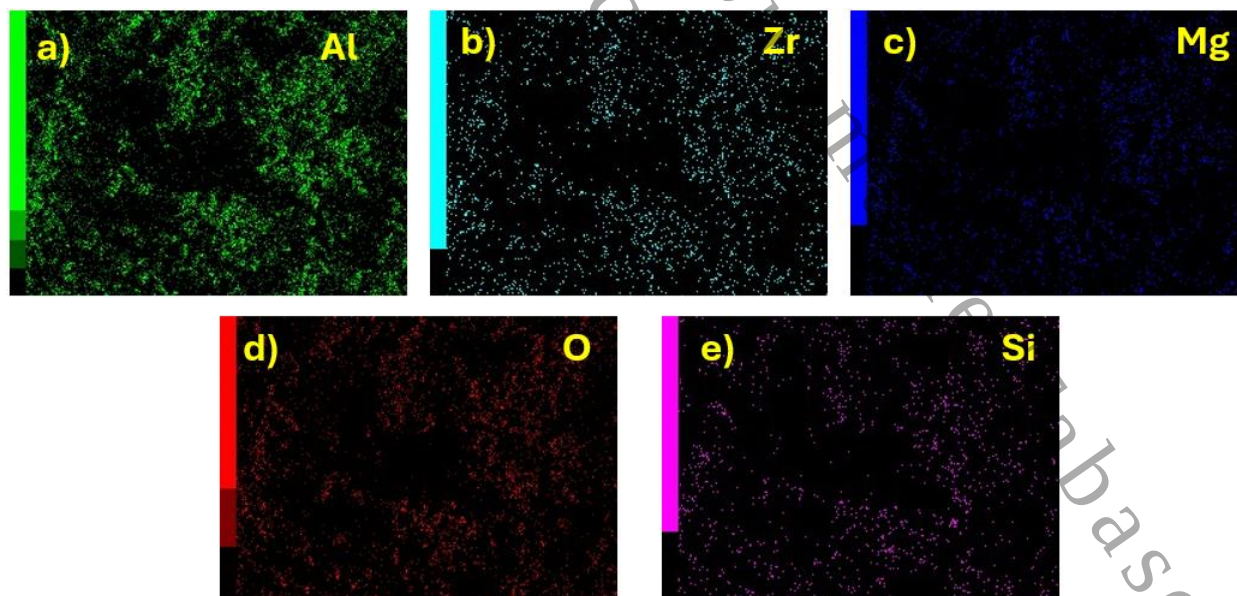
observa una con mayor porosidad abierta; el 7% de ZrO_2 actúa como una segunda fase que ancla las fronteras de grano (refinamiento) pero obstaculiza la coalescencia.

La muestra M2 (equilibrada) logra el conjunto más homogéneo y de baja porosidad visible, gracias al balance $MgO-SiO_2$ que asiste la sinterización sin bloquear el cierre de poros con el 5% de ZrO_2 . M3 (alto MgO) se caracteriza por granos más grandes ($\approx 8.30 \mu m$) y una porosidad aparente mínima, ya que el exceso de MgO (8%) promueve fases que incrementan la movilidad de límites y aceleran la densificación (*coarsening*) (Gupta & Mao, 2021b).

Cabe destacar que el SiO_2 actúa como un aditivo “bisagra”: por un lado, favorece la formación de fase líquida al reaccionar con MgO y Al_2O_3 , debido a la existencia de eutécticos de bajo punto de fusión en estos sistemas. Sin embargo, cuando el SiO_2 permanece aislado o se encuentra en exceso, puede promover el crecimiento anormal de grano y originar películas amorfas ricas en sílice en las fronteras de grano, lo que deteriora las propiedades mecánicas y eléctricas del material (Matsunaga et al., 2022; Zhao et al., 2025).

Figura 4.6

Mapeo elemental (EDS) del cerámico obtenido por MES tras la sinterización. En todas las muestras procesadas por MSF se observó una distribución homogénea y uniforme de los elementos: a) Al, b) Zr, c) Mg, d) O y e) Si.



El mapeo EDS a $100 \mu m$ permite sustentar la homogeneidad microquímica alcanzada por la ruta MSF, al contrastar la distribución de Al–O (matriz) frente a la localización de Zr (fase dispersa) y

la distribución relativa de Mg–Si (fases secundarias/zonas intergranulares), lo cual complementa la evidencia morfológica de cuellos más continuos y porosidad intergranular más fina.

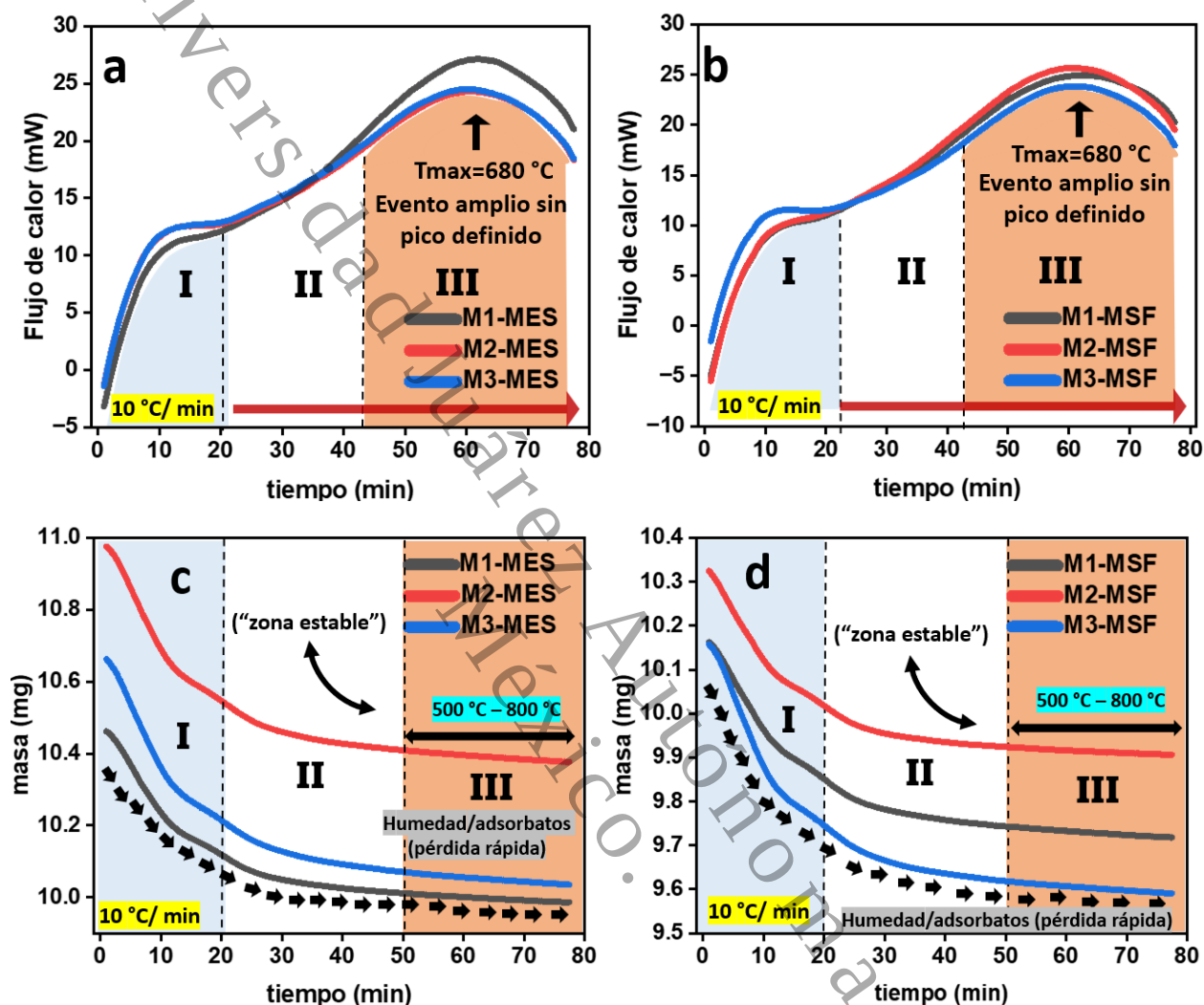
Al comparar las microestructuras del sistema MASZr con las reportadas por (Pan et al., 2024) se identifican coincidencias en el papel estructural del ZrO_2 y MgO dentro de la matriz de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$: el ZrO_2 actúa como fase estabilizadora y ancla de fronteras de grano, mientras que el MgO incrementa la movilidad y favorece el crecimiento de grano. En el sistema MASZr, este comportamiento se refleja en M1 (alto ZrO_2), donde se limita la densificación por efecto de partículas refractarias, y en M3 (alto MgO), donde se evidencia coarsening y mayor compacidad. No obstante, a diferencia del estudio de Pan et al., donde la degradación se asocia a migración de vacancias de oxígeno bajo campo eléctrico y formación de zonas amorfas $\text{Al}_2\text{O}_{3-x}$, en el MASZr las variaciones microestructurales están dominadas por el mecanismo de sinterización (MES vs MSF) y el balance composicional, sin evidencia de degradación. Esto sugiere que en tu sistema el control de la ruta de síntesis y del equilibrio $\text{MgO}\text{--}\text{ZrO}_2$ es determinante para estabilizar la microestructura y, potencialmente, el comportamiento dieléctrico.

4.5) Caracterizaciones térmicas (DSC y TGA)

En las Figuras 4.7 se presentan los resultados térmicos de las formulaciones M1–M3 obtenidas por MES y MSF, evaluadas con una rampa de $10^\circ\text{C}/\text{min}$. Debido a que las muestras ya se encuentran sinterizadas, el análisis DSC–TGA se interpreta principalmente como una verificación de estabilidad térmica y de la presencia de eventos secundarios. En TGA se observa que la pérdida de masa ocurre mayoritariamente al inicio del calentamiento y posteriormente la curva tiende a estabilizarse, sin escalones pronunciados; este patrón es característico de la eliminación de humedad/adsorbatos superficiales y especies débilmente ligadas, y sugiere la ausencia de descomposiciones relevantes en el intervalo analizado. De forma consistente, el DSC no muestra picos agudos asociados a reacciones intensas, sino una evolución suave con un evento amplio hacia temperaturas altas; al presentarse un comportamiento comparable tanto en MES como en MSF, dicho evento se atribuye principalmente a procesos propios del sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--}\text{MgO}\text{--}\text{SiO}_2\text{--}\text{ZrO}_2$ (por ejemplo, reacomodo/relajación microestructural y/o evolución de una fracción intergranular asociada al SiO_2), más que a una transformación química mayor. Las diferencias de intensidad entre muestras pueden relacionarse con el balance de fases identificado por DRX, el cual condiciona la cantidad de interfaces y la respuesta térmica global.

Figura 4.7

Curvas DSC y TGA de las muestras M1–M3 sintetizadas por MES y MSF (10 °C/min).



En comparación con lo reportado por (Hsiang et al., 2014) y (H. Li et al., 2020b) quienes identificaron picos exotérmicos definidos entre 800–950 °C asociados a la cristalización secuencial de filosilicato, anortita y cordierita en sistemas CMAS y CMASZ, las formulaciones MASZr evaluadas en este trabajo no presentan eventos exotérmicos agudos sino señales térmicas amplias y de baja intensidad. Mientras en el sistema vítreo la adición de ZrO_2 desplazó la temperatura de cristalización y promovió nucleación heterogénea, en el sistema MASZr ya sinterizado la ausencia de picos definidos sugiere que la cristalización ocurrió previamente durante el tratamiento térmico, permaneciendo únicamente procesos de relajación microestructural o reacomodo intergranular. Esta diferencia indica que el comportamiento térmico

de MASZr está dominado por estabilidad estructural post-sinterización y no por transformaciones de fase activas, lo que confirma una consolidación cristalina respecto a sistemas basados en vidrio parcialmente cristalizados.

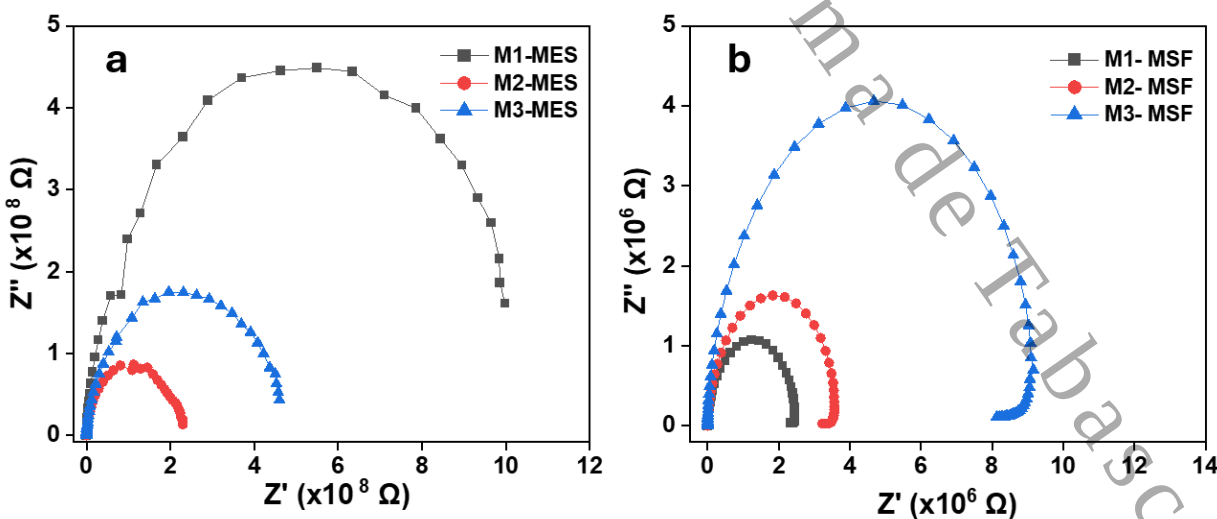
4.5) Caracterizaciones eléctricas a $T = 25^{\circ}\text{C}$.

4.5.1) Impedancia (Z' vs Z'') a $T = 25^{\circ}\text{C}$.

Los diagramas de Nyquist de las muestras sinterizadas por los métodos de estado sólido (MES, Figura 4.8 a) y de sales fundentes (MSF, Figura 4.8 b) evidencian diferencias tanto en la magnitud de la impedancia como en la definición de los arcos semicirculares. En términos generales, los materiales preparados por MES muestran valores de Z' y Z'' más elevados (10^8 – $10^9 \Omega$), lo que indica una mayor resistividad, mientras que los obtenidos por MSF presentan semicírculos más comprimidos (10^6 – $10^7 \Omega$), asociados a una microestructura más conductora. Esta diferencia puede atribuirse a la naturaleza de cada ruta de síntesis: el MES, basado en reacciones difusivas a alta temperatura, suele generar mayor porosidad y fases secundarias, mientras que el MSF promueve la cristalización más controlada, con granos finos y buena densificación, lo cual favorece la movilidad de carga (Bianchini et al., 2020; Gupta & Mao, 2021b; Lakhdar et al., 2021a).

Figura 4.8

Gráficos de impedancia por ambas rutas de síntesis.



Al analizar la influencia de la composición química, se observa que el contenido de ZrO_2 y MgO desempeña un papel central en ambos métodos. En MES, la muestra M1-MES (ZrO_2 alto, 7%) presenta el mayor semicírculo, con resistencia eléctrica significativamente superior, mientras que M3-MES (MgO alto, 8%) muestra el menor, confirmando que el exceso de ZrO_2 estabiliza fases aislantes, mientras que el déficit de MgO reduce la resistencia global. En cambio, en MSF, el efecto se invierte parcialmente: M1-MSF, con alto ZrO_2 y bajo MgO , exhibe uno de los arcos menores, lo que sugiere que en este método el aumento de ZrO_2 no actúa como barrera resistiva, sino que favorece la formación de microestructuras más conductoras. Por otro lado, M3-MSF (MgO alto, 8%) alcanzan los arcos de mayor impedancia, evidenciando que el déficit de ZrO_2 o el exceso de MgO incrementan la resistividad, incluso bajo condiciones de sales fundentes (Mehta et al., 2018; Peng et al., 2022).

El comportamiento de la composición equilibrada M2 es intermedio en ambos casos, confirmando que un balance entre los óxidos estabilizantes y modificadores confiere propiedades eléctricas moderadas. Sin embargo, la magnitud de los arcos en M2 es notablemente menor en MSF que en MES, lo que resalta la eficiencia de esta ruta para reducir la resistividad incluso en composiciones balanceadas.

En conjunto, los resultados demuestran que el método de síntesis es tan determinante como la composición. Mientras que el MES tiende a producir materiales más resistivos, el MSF promueve mayor conductividad debido a su capacidad de generar fases cristalinas definidas y estructuras más densas. Asimismo, se confirma que la relación ZrO_2 – MgO gobierna la respuesta dieléctrica: altos contenidos de ZrO_2 incrementan la resistividad en MES pero la disminuyen en MSF, lo que evidencia que el efecto de un mismo óxido depende de la microestructura resultante del proceso de síntesis (Chavez-Esquivel et al., 2019; Pan et al., 2024)

Se presenta una tabla comparativa por ambas rutas de síntesis:

Tabla 4.3. Comparación de impedancia total obtenida por MES y MSF.

Muestra	Condición	Impedancia (MES)	Impedancia (MSF)	Diferencia
M1	Extremo alto para ZrO_2 .	$\sim 1.0 \times 10^9 \Omega$	$\sim 2.5 \times 10^6 \Omega$	MES > MSF

M2	Base	$\sim 2.0 \times 10^8 \Omega$	$\sim 3.5 \times 10^6 \Omega$	MES > MSF
M3	Extremo alto para MgO.	$\sim 3.0 \times 10^8 \Omega$	$\sim 9.0 \times 10^6 \Omega$	MES > MSF

En todos los casos, la resistencia total medida por MES es mayor que la de MSF, lo que confirma que el método de sales fundentes genera materiales más conductores.

4.5.2) Variación de impedancia real e imaginaria respecto a la frecuencia.

4.5.2.1) Impedancia real a $T = 25^\circ\text{C}$.

Las curvas de Z' frente a la frecuencia (Figura 4.9 a y b) muestran que en ambos métodos la impedancia es alta en bajas frecuencias, por acumulación de cargas en granos y bordes de grano, y disminuye al aumentar la frecuencia hasta estabilizarse en un valor mínimo en la región de alta frecuencia.

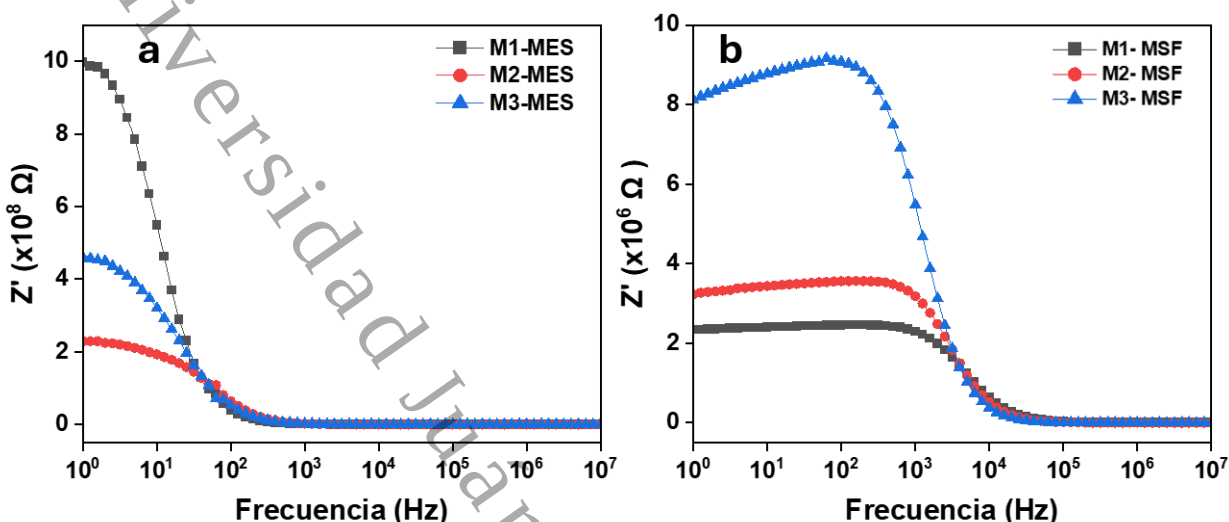
La muestra M1-MES (alto ZrO_2) presenta los valores de Z' más altos, mientras que M2-MES (equilibrada) y M3-MES (exceso MgO) se mantienen en posiciones intermedias, aunque con tendencia a mayor impedancia al aumentar ZrO_2 .

En MSF (Figura 4.9b), las resistencias son uno a dos órdenes de magnitud menores (10^6 – $10^7 \Omega$), mostrando materiales más conductores. M3-MSF (ZrO_2 bajo) mantiene resistividad elevada por exceso de MgO, mientras que M2-MSF conserva un comportamiento intermedio (Amara et al., 2025; Mehta et al., 2018).

En síntesis, MES produce resistividades mayores por microestructuras menos densas, mientras que MSF reduce la impedancia gracias a estructuras más compactas. Además, el efecto de ZrO_2 cambia según el método: en MES su exceso aumenta la resistencia (M1), mientras que en MSF la disminuye (M13), lo que evidencia la fuerte influencia de la microestructura en el transporte de carga definido como un mayor desplazamiento de iones bajo un campo eléctrico (Mehta et al., 2018; Shakir & Géber, 2023).

Figura 4.9

Comportamiento de impedancia real en relación a la frecuencia a) MES y b) MSF.

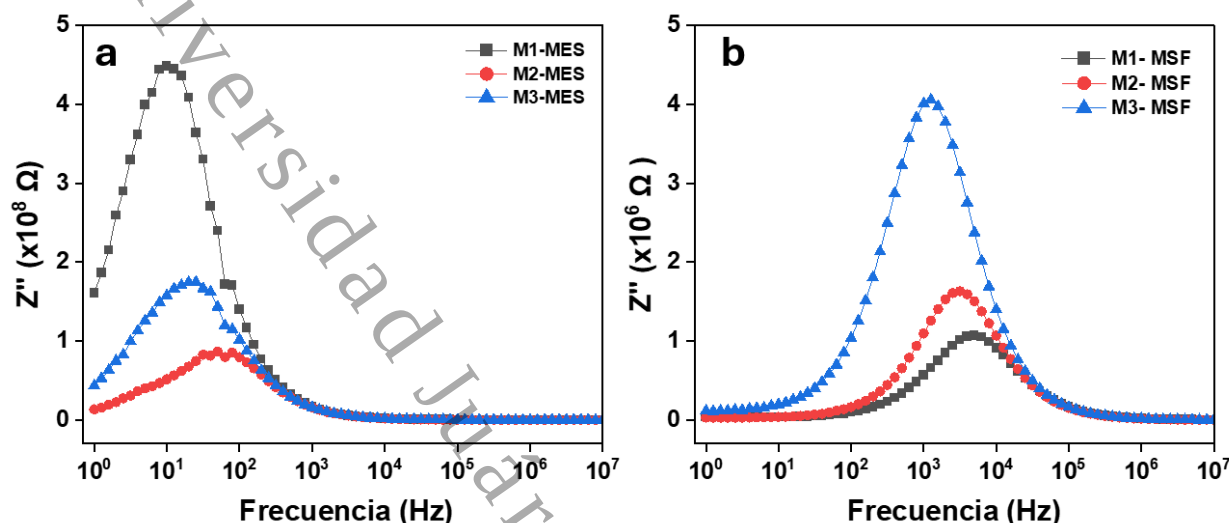


4.5.2.2) Impedancia imaginaria a $T=25^\circ\text{C}$.

Las curvas de Z'' frente a la frecuencia (Figura 4.10 a y b) complementan el análisis de Z' , ya que permiten identificar los procesos de relajación dieléctrica en las muestras. Mientras Z' refleja la parte resistiva del material (oposición al paso de la corriente continua), Z'' está asociada a la parte reactiva o capacitiva, revelando la energía almacenada y liberada por los dipolos, así mismo como defectos al interactuar con el campo eléctrico alterno. Por ello, la interpretación de Z'' es clave para determinar la dinámica de los portadores de carga y el carácter de la polarización (Colomban, 2020; K. Barik et al., 2011).

Figura 4.10

Comportamiento de la impedancia imaginaria en relación a la frecuencia a) MES y b) MSF.



En el caso de MES (Figura 4.10a), los picos de Z'' aparecen a bajas frecuencias y con magnitudes altas ($10^8 \Omega$), lo que confirma que estas muestras son más resistivas y con tiempos de relajación largos. Destaca M1-MES (alto ZrO_2), que presenta el pico más intenso y desplazado hacia frecuencias menores, indicando mayor dificultad para la movilidad de carga. En contraste, M2-MES exhibe el pico más bajo, evidenciando menores pérdidas dieléctricas y mayor facilidad de respuesta al campo eléctrico.

En MSF (Figura 4.10b), los picos se sitúan en frecuencias más altas y con magnitudes mucho menores ($10^6 \Omega$), lo que indica una dinámica más rápida de portadores de carga y una reducción significativa de la resistividad. En este caso, M3-MSF y M2-MSF exhiben los picos más elevados, confirmando su carácter más resistivo dentro de esta ruta reafirmando que las composiciones ricas en ZrO_2 son más conductoras en MSF que en MES.

En conjunto, el análisis de Z' y Z'' permite diferenciar la naturaleza de la respuesta eléctrica:

- Z' (parte real) describe la oposición al paso de la corriente, vinculada directamente con la resistividad y la microestructura (densidad, porosidad, fases).
- Z'' (parte imaginaria) refleja los procesos de relajación y polarización, evidenciando la frecuencia característica donde ocurre la mayor interacción de cargas con el campo eléctrico.

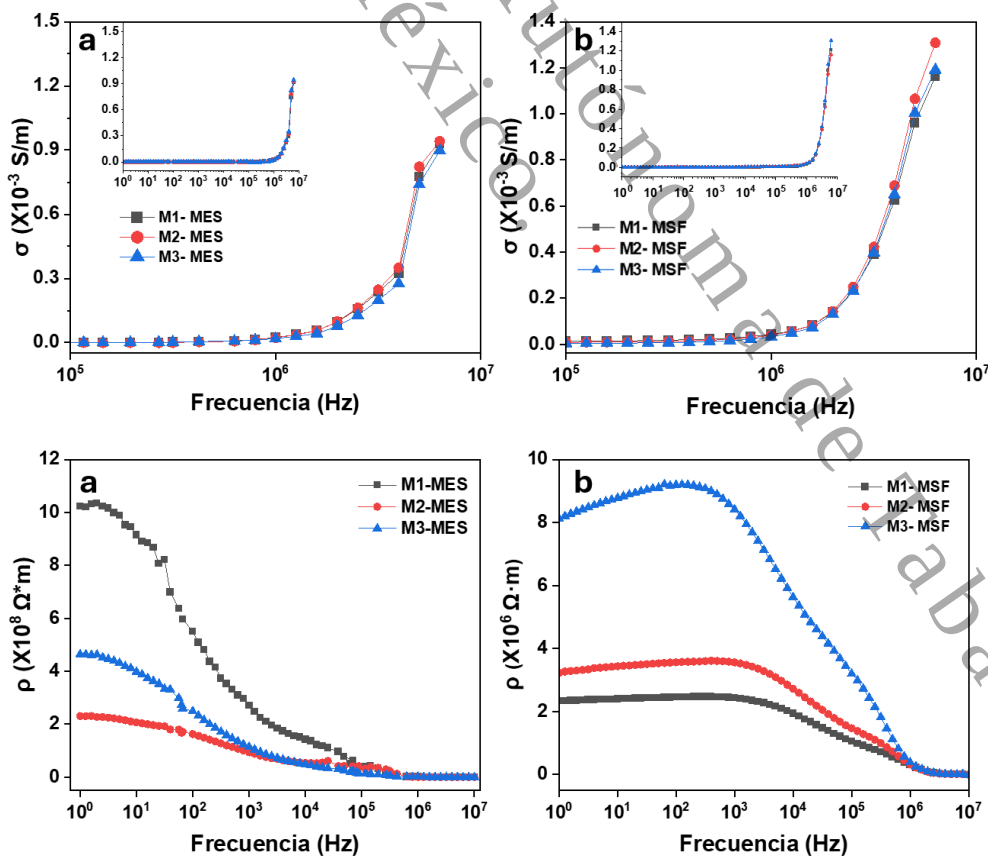
Así, los materiales sintetizados por MES muestran mayores pérdidas y tiempos de relajación largos (picos altos y a bajas frecuencias), mientras que en MSF la relajación es más rápida y eficiente (picos bajos y a frecuencias más altas), lo que confirma que el método de sales fundentes favorece estructuras con mejor movilidad de carga (Amara et al., 2025; Bobzin et al., 2022).

4.5.3) Resistividad y conductividad para MES y MSF a T= 25°C.

Las gráficas de conductividad (σ) y resistividad (ρ) en función de la frecuencia muestran el comportamiento complementario de ambos parámetros en las muestras sintetizadas por MES y MSF. Como es de esperarse, cuando σ aumenta con la frecuencia, ρ disminuye en la misma proporción, reflejando la relación inversa entre ambas propiedades (K. Barik et al., 2011; Miao et al., 2022).

Figura 4.11

Comportamiento de conductividad y resistividad en relación a la frecuencia por a) MES y b) MSF.



En MES (Figuras 4.11a), la conductividad permanece mínima hasta $\sim 10^5$ Hz y luego aumenta hasta $\sim 1.2 \times 10^{-3}$ S/m. De forma complementaria, la resistividad inicia en valores $\sim 10^8 \Omega \cdot m$ y decrece gradualmente; M1-MES mantiene la mayor resistividad, coherente con su baja conductividad. Este comportamiento evidencia la mayor oposición al transporte eléctrico en materiales preparados por estado sólido, atribuible a microestructuras menos densas y más heterogéneas.

En MSF (Figuras 4.11b), la conductividad presenta mayor uniformidad y alcanza valores comparables a MES ($\sim 10^{-3}$ S/m en altas frecuencias). En paralelo, la resistividad inicial es más baja ($\sim 10^6 \Omega \cdot m$) y decae con mayor rapidez. Destacan M3-MSF exhiben las resistividades mayores dentro de este método. La mayor homogeneidad de las curvas confirma que MSF genera materiales con microestructuras más densas y uniformes, reduciendo barreras al transporte de carga.

En conjunto, la comparación entre ambos métodos confirma que:

- MES $\rightarrow$ genera materiales más resistivos, con σ baja y ρ alta, lo que refleja microestructuras menos densas y con mayores barreras al transporte de carga.
- MSF $\rightarrow$ favorece materiales más conductores, con σ más elevada y ρ reducida, gracias a una microestructura más homogénea y compacta.

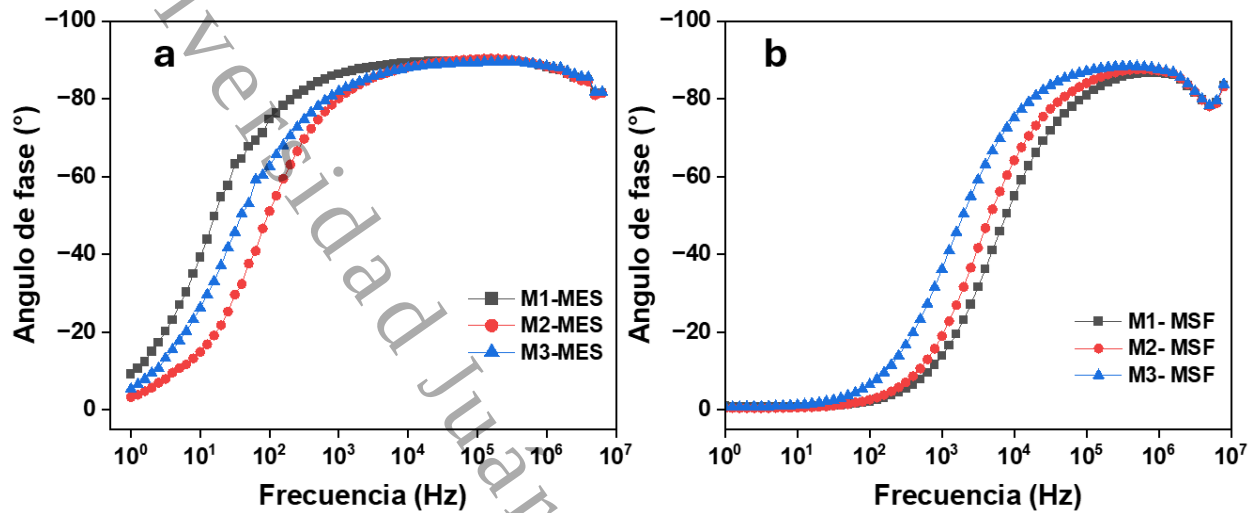
La composición influye de forma consistente: el exceso de ZrO_2 incrementa la resistividad en MES (M2), pero la disminuye en MSF (M2 y M5), evidenciando que el efecto de cada óxido depende del método de síntesis (H. Li et al., 2020; Ming et al., 2020).

4.5.4) Variación de frecuencia con ángulo de fase a $T = 25^\circ C$.

Las curvas de ángulo de fase (Figura 4.12 a y b) muestran la transición de un comportamiento resistivo ($\sim 0^\circ$ en bajas frecuencias) hacia uno capacitivo (-80° a -90° en altas frecuencias), característico de materiales dieléctricos (Feng et al., 2021).

Figura 4.12

Comportamiento de ángulo de fase en relación con la frecuencia por a) MES y b) MSF.



En MES (Figura 4.12a), se aprecia dispersión entre las composiciones. M1-MES (alto ZrO_2) alcanza ángulos más negativos a bajas frecuencias, indicando una polarización superior. En contraste, M2-MES mantienen valores menos negativos, reflejando un carácter más resistivo.

En MSF (Figura 4.12b), las curvas son más compactas y todas las composiciones alcanzan ángulos similares (-80° a -90°), con ligeras diferencias en la frecuencia de transición. Esto indica una respuesta más homogénea y capacitiva, atribuida a la microestructura más densa lograda con este método.

En conjunto, en MES, el ZrO_2 tiene un efecto que controla la formación de fases interfaciales y la acumulación de cargas en bordes de grano que se ve reflejado en una mayor dispersión en el ángulo de fase entre muestras. En MSF, el ZrO_2 influye menos directamente porque la microestructura densa y fina reduce la heterogeneidad, haciendo que todas las composiciones converjan hacia un comportamiento capacitivo más uniforme (Bobzin et al., 2022; Feng et al., 2021a).

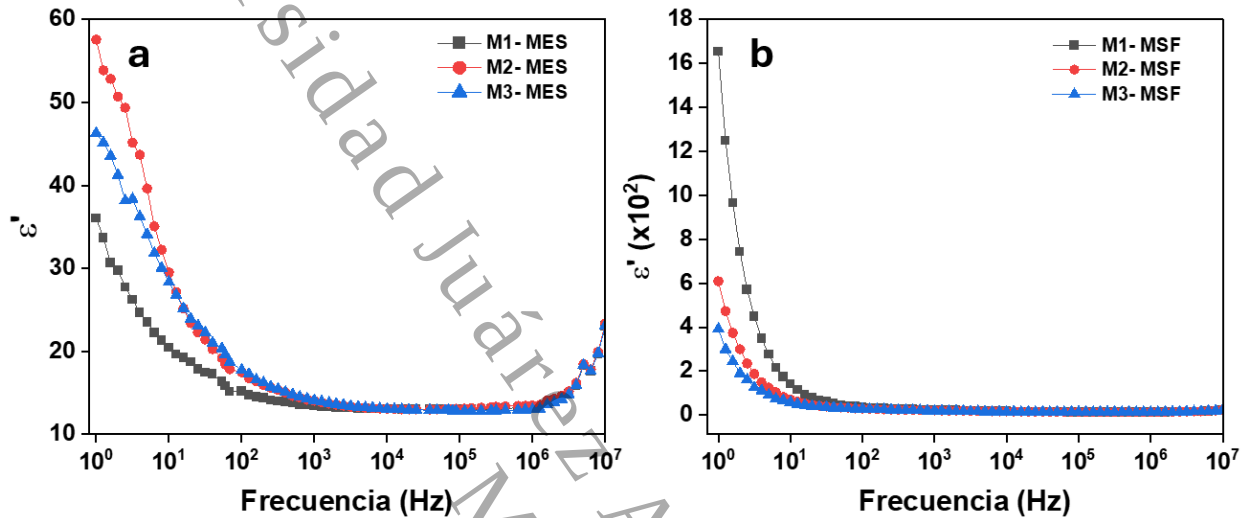
4.5.5) Permitividad a $T= 25^\circ\text{C}$.

Las curvas de ϵ' confirman la respuesta típica de materiales dieléctricos: valores elevados a bajas frecuencias por polarización interfacial y una disminución progresiva hasta estabilizarse en la

región de altas frecuencias, donde solo contribuye la polarización electrónica (Feng et al., 2021a; Prasad & Basu, 2013).

Figura 4.13

Comportamiento de permitividad en relación con la frecuencia por MES y MSF.



En MES (Figura 4.13a), los valores iniciales son moderados (30–55). M2-MES presenta la mayor ϵ' , mientras que M1-MES muestra la menor, asociada a menor capacidad de almacenamiento de carga.

Las muestras por MSF (Figura 4.13b), los valores iniciales son mucho más elevados, destacando M1-MSF ($\sim 16 \times 10^2$), lo que indica una polarización interfacial debido a que los portadores de carga (electrones o iones) se acumulan en las fronteras entre regiones con diferentes propiedades eléctricas, como los límites de grano, interfaces electrodo–cerámico o fases distintas. No obstante, al aumentar la frecuencia todas las muestras descienden hasta valores mínimos a MES.

Las muestras por MES genera valores iniciales moderados y más uniformes, mientras que MSF produce ϵ' elevados a bajas frecuencias, aunque ambos métodos convergen en comportamientos similares a altas frecuencias, confirmando la influencia de la microestructura en la respuesta dieléctrica (Feng et al., 2021a; Hsiang et al., 2014).

Dado lo anterior se presenta las Tablas 4.7 y 4.8 de valores recapitulados obtenidos por ambas rutas de síntesis:

Tabla 4.7. Recapitulación de datos por MES.

Muestra	Condición	Z' vs Z'' (Ω)	Frecuencia (Hz) vs Impedancia real (Ω)	Frecuencia (Hz) vs Impedancia imaginaria (Ω)	σ (S·m)	ρ (Ω ·m)	ϵ'
M1-MES	Extremo alto de ZrO_2 .	$\sim 1.0 \times 10^9$	$\sim 1 \times 10^9$	$\sim 4.5 \times 10^6$	$\sim 0.9 \times 10^{-3}$	$\sim 10 \times 10^8$	38
M2-MES	Base	$\sim 2.0 \times 10^8$	$\sim 2.3 \times 10^8$	$\sim 0.9 \times 10^6$	$\sim 0.9 \times 10^{-3}$	$\sim 2.3 \times 10^8$	58
M3-MES	Extremo alto de MgO .	$\sim 3.0 \times 10^8$	$\sim 4 \times 10^8$	$\sim 1.6 \times 10^6$	$\sim 0.9 \times 10^{-3}$	$\sim 5.0 \times 10^8$	48

Tabla 4.8. Recapitulación de datos por MSF.

Muestra	Condición	Z' vs Z'' (Ω)	Frecuencia (Hz) vs Impedancia real (Ω)	Frecuencia (Hz) vs Impedancia imaginaria (Ω)	σ (S·m)	ρ (Ω ·m)	ϵ'
M1-MSF	Extremo alto de ZrO_2 .	$\sim 2.5 \times 10^6$	$\sim 2.2 \times 10^6$	$\sim 1.0 \times 10^6$	$\sim 1.2 \times 10^{-3}$	$\sim 2.2 \times 10^6$	17×10^2
M2-MSF	Base	$\sim 3.5 \times 10^6$	$\sim 3.5 \times 10^6$	$\sim 1.6 \times 10^6$	$\sim 1.3 \times 10^{-3}$	$\sim 3.2 \times 10^6$	6×10^2
M3-MSF	Extremo alto de MgO .	$\sim 9.0 \times 10^6$	$\sim 8.0 \times 10^6$	$\sim 4.0 \times 10^6$	$\sim 1.2 \times 10^{-3}$	$\sim 8 \times 10^6$	4×10^2

A temperatura ambiente, los cerámicos obtenidos por MES superan globalmente a los producidos por MSF: exhiben impedancias y resistividades más altas y, al mismo tiempo, conductividades y permitividades más moderadas. Dentro del conjunto MES, M1-MES (extremo alto de ZrO_2) presenta la mayor resistividad ($\approx 1 \times 10^9 \Omega \cdot m$) y la permitividad relativa más baja ($\epsilon' \approx 38$). En contraste, los materiales MSF muestran ρ del orden de $10^6 \Omega \cdot m$ (uno a tres órdenes menor que MES) y ϵ' mucho más alta ($\approx 3 \times 10^2 - 17 \times 10^2$). Aunque microestructuralmente pueden alcanzarse altas densidades por MSF, eléctricamente resultan poco viables como aislantes para esta aplicación a temperatura ambiente.

4.6) Caracterizaciones eléctricas por MES y MSF a $T = 200^{\circ}\text{C}$ - 500°C .

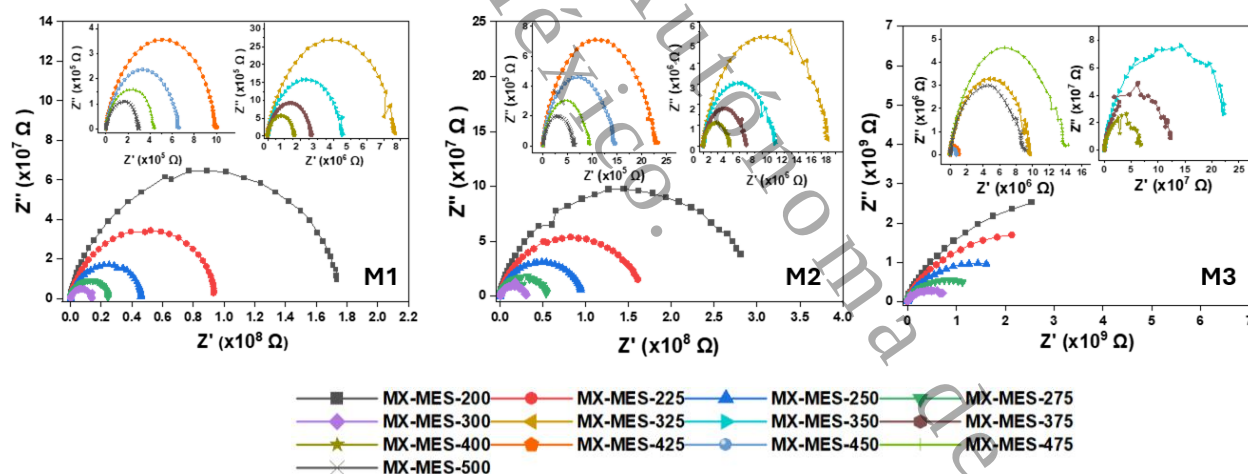
4.6.1) Variación de impedancia (Z' vs Z'') con respecto a la temperatura.

4.6.1.1) Impedancia de las muestras obtenidas por MES $T = 200^{\circ}\text{C}$ - 500°C .

Los diagramas de Nyquist (Figura 4.14) obtenidos para las muestras M1–M3 sintetizadas por el método de estado sólido (MES) muestran de manera clara la evolución de la respuesta dieléctrica en el intervalo de 200°C a 500°C . En todos los casos se observa que, conforme la temperatura se incrementa, los semicírculos se reducen en diámetro, indicando que tanto la resistencia del grano (R_g) como la de la frontera de grano (F_g) disminuyen con la temperatura. Este efecto se asocia al comportamiento tipo NTCR (Negative Temperature Coefficient of Resistance), característico de óxidos cerámicos donde el transporte de carga se ve favorecido por la activación térmica (Amara et al., 2025; Pan et al., 2024).

Figura 4.14

Diagramas de Nyquist de Z' vs Z'' por MES.



La muestra M1 (alto ZrO_2) presenta un arco amplio a menores temperaturas con un máximo en $Z' \approx 1.7 \times 10^8 \Omega$, indicando una resistencia eléctrica aceptable para cerámicos que usualmente entre $10^7 \Omega$ - $10^{12} \Omega$. A medida que la temperatura aumenta, el arco se contrae progresivamente, revelando una reducción en la resistencia del grano. Este comportamiento confirma su carácter resistivo, aunque con menor estabilidad térmica. El incremento en el contenido de ZrO_2 introduce vacancias con carga negativa (Ecuación 4.4) debido a que los cationes Al^{3+} son sustituidos por Zr^{4+} en la red, esto genera un desequilibrio de carga porque Zr tiene una valencia mayor, al igual

considerando la electronegatividades del Zr (1.33 escala de Pauling) y Al (1.61 escala de Pauling) exhiben propiedades eléctricas opuestas para satisfacer el balance de carga; como resultado se forman defectos estructurales que facilitan la migración de iones, reduciendo la impedancia global. (Amara et al., 2025; Chavez-Esquivel et al., 2019; Gawronski et al., 2013).



Seguidamente la muestra M2 presenta un arco intermedio ($\sim 10^8 \Omega$) y una respuesta más simétrica en todo el rango térmico, lo que indica un equilibrio entre los efectos de ZrO_2 , SiO_2 y MgO . Su comportamiento dieléctrico estable surge por una adecuada microestructura con baja porosidad y una respuesta reproducible.

Por su parte, M3 (alto MgO) es la composición con los valores de impedancia más elevados (del orden de $10^9 \Omega$), atribuidos al exceso de Mg^{2+} , que favorece la formación de fases espinela (MgAl_2O_4) y disminuyendo la densidad de portadores de carga. El exceso de MgO (Mg^{2+}) contrario a (M1 y M2) al entrar en la red de Al^{3+} , genera vacancias catiónicas (Al^{3+} o Mg^{2+}), y tiende a estabilizar eléctricamente la estructura, aumentando la resistividad (Ecuación 4.5). Es así como el balance moderado de Mg^{2+} contribuye a un control aceptable de la resistividad sin generar demasiados defectos estructurales (Bianchini et al., 2020; Mehta et al., 2018; Pan et al., 2024; Peng et al., 2022).



En conjunto, los resultados obtenidos por MES demuestran que la variación en las proporciones de ZrO_2 y MgO influye directamente en la respuesta eléctrica de los cerámicos. Mientras que el ZrO_2 tiende a reducir la resistencia de grano y facilitar la conducción, el MgO en exceso potencia la movilidad iónica, pero compromete la homogeneidad microestructural. El equilibrio alcanzado en M3 permite una transición térmica más uniforme, mientras que los extremos (M1 y M3) exhiben respuestas contrastantes que reflejan la sensibilidad de estos sistemas a la proporción de fases estabilizantes.

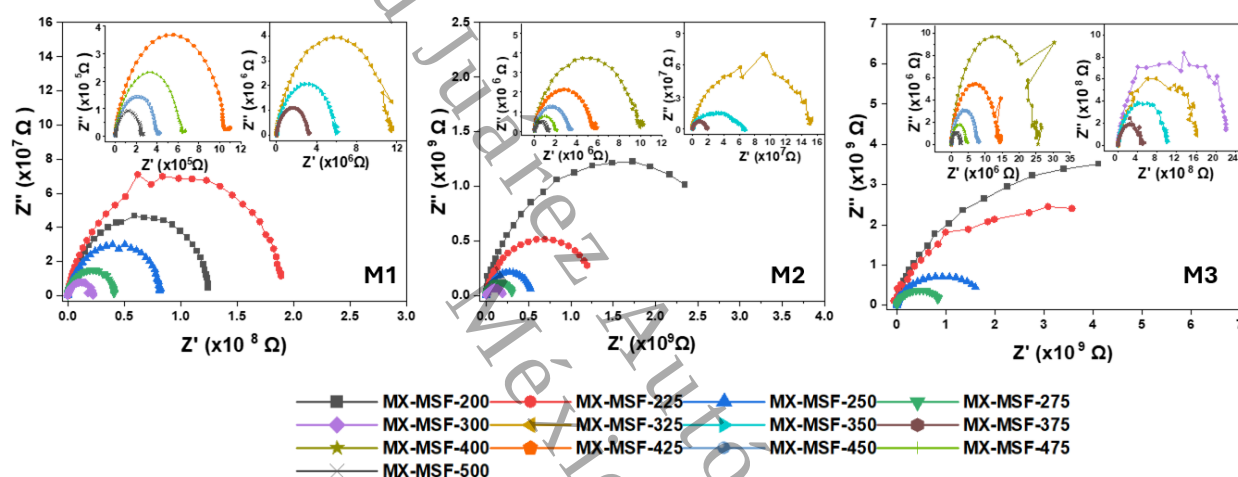
4.6.1.2) Impedancia de las muestras obtenidas por MSF T= 200°C-500 °C.

Los diagramas de Nyquist correspondientes a las muestras M1–M3 sintetizadas por el método de sales fundentes (MSF) muestran tendencias generales similares a las del método MES, con

arcos semicirculares que se contraen conforme aumenta la temperatura (200–500 °C), confirmando nuevamente un comportamiento tipo NTCR. Sin embargo, la magnitud de la resistencia y la forma de los semicírculos revelan diferencias importantes relacionadas con la ruta de síntesis, pues en MSF se alcanzan valores de impedancia generalmente más elevados, reflejando una microestructura distinta y una mayor contribución de los límites de grano (Amara et al., 2025; Pan et al., 2024).

Figura 4.15

Diagramas de Nyquist de Z' vs Z'' por MSF.



Iniciando por M1 (alto ZrO_2): Presenta un arco menor ($\sim 10^8 \Omega$), reflejando una menor impedancia en comparación con M2 y M3, esto se atribuye a que el exceso de Zr^{4+} introduce vacancias con carga negativa (Ecuación 4.4); y distorsiones locales misma situación que MES, como resultado aumentan la movilidad iónica y reducen la resistencia del material, sin embargo la resistividad es aceptable para un aislador cerámico (Amara et al., 2025; 2013; Kumatani et al., 2023; Pan et al., 2024).

De manera equilibrada se presenta la M2 que exhibe un comportamiento intermedio con una forma de arco más simétrica, lo que indica una distribución uniforme de defectos y una buena conectividad entre los granos. Su impedancia global se mantiene estable en un rango medio ($\sim 10^8 \Omega$), lo que sugiere una estructura consolidada y baja porosidad.

Seguidamente la M3 (alto MgO) destaca por tener el mayor radio de arco ($\sim 5.0 \times 10^9 \Omega$), confirmando su carácter resistivo. La presencia de exceso de Mg^{2+} promueve la formación de fases tipo espinela ($MgAl_2O_4$) y una menor concentración de defectos cargados, lo que restringe

el transporte iónico y electrónico. Este comportamiento lo convierte en el mejor candidato como aislante eléctrico dentro del grupo sintetizado por MSF (2018; Bianchini et al., 2020; Peng et al., 2022; Shekhawat et al., 2021).

En conjunto, los resultados de MSF muestran un patrón coherente con MES, pero con resistencias absolutas más elevadas, indicando que la ruta de síntesis influye en la densidad y la conectividad de fases conductoras como se puede observar en la Tabla 4.9. El ZrO_2 sigue reduciendo la resistencia de grano, mientras que el MgO en exceso potencia el transporte iónico; sin embargo, el balance de M3 nuevamente ofrece una transición más homogénea.

Tabla 4.4. Comparación de impedancia obtenida por MES y MSF.

Muestra	Condición	Impedancia (MES)	Impedancia (MSF)	Diferencia
M1	Extremo alto para ZrO_2 .	$\sim 1.78 \times 10^8 \Omega$	$\sim 1.9 \times 10^8 \Omega$	MSF > MES
M2	Base	$\sim 3.0 \times 10^8 \Omega$	$\sim 2.4 \times 10^9 \Omega$	MSF > MES
M3	Extremo alto para MgO .	$\sim 2.7 \times 10^9 \Omega$	$\sim 4.0 \times 10^9 \Omega$	MSF > MES

Mientras que el método MES tiende a presentar una menor impedancia ante variaciones de temperatura debido a la continuidad de su fase conductora, el método MSF suele mostrar un incremento en la resistividad, atribuible a la naturaleza más heterogénea y compleja de su microestructura.

4.6.2) Variación de impedancia real respecto a la frecuencia por MES y MSF.

4.6.2.1) Frecuencia vs Impedancia real obtenidas por MES $T = 200^\circ\text{C}$ – 500°C .

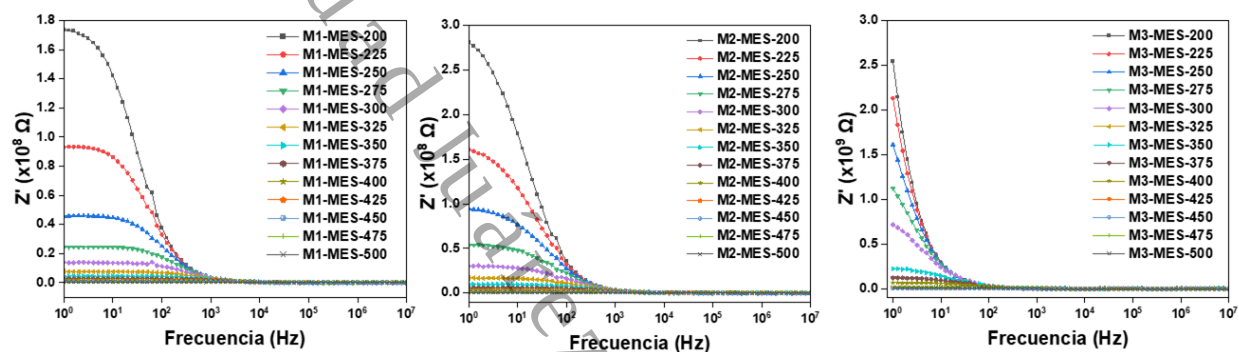
Los espectros de impedancia real (Z') en función de la frecuencia para las muestras M1–M3 sintetizadas por el método de estado sólido (MES) permiten observar el efecto combinado de la composición química y de la temperatura (200 – 500°C) en el transporte eléctrico de estos cerámicos.

En todos los casos, como se aprecia en la Figura 4.16 que a bajas frecuencias (10^0 – 10^2 Hz) la impedancia alcanza sus valores más altos, asociados a la acumulación de carga en los límites

de grano y a los procesos de polarización interfacial. Conforme la frecuencia aumenta, Z' decrece rápidamente y tiende a estabilizarse a partir de 10^4 – 10^5 Hz, lo que indica que a altas frecuencias domina la respuesta del volumen del material y los portadores logran superar las barreras resistivas (Amara et al., 2025; Mehta et al., 2018).

Figura 4.16

Comportamiento de impedancia (Z') con variación en la frecuencia por MES.



Su comportamiento con la variación de la temperatura es notable ya que, al incrementar de 25 °C en 25 °C, los valores de impedancia disminuyen de forma progresiva en todas las muestras. Este comportamiento confirma el carácter NTCR (Negative Temperature Coefficient of Resistance), típico de óxidos cerámicos donde la movilidad iónica se ve favorecida por la activación térmica.

En cuanto al efecto de la composición se puede observar que en la muestra M1 (alto ZrO_2) presenta curva con impedancias iniciales en el rango de $10^8 \Omega$. El aumento de ZrO_2 en M1 genera una ligera reducción de la resistencia a frecuencias intermedias, lo que sugiere que este óxido contribuye a la formación de fases con mayor conductividad misma situación mencionada anteriormente por la introducción de vacancias con carga negativa que genera un desequilibrio resultando la formación de defectos estructurales que facilitan la migración de iones, reduciendo la impedancia global (Amara et al., 2025; Chavez-Esquivel et al., 2019; Pan et al., 2024).

Así mismo en la muestra M2 (equilibrada) exhibe los valores de impedancia elevados a bajas frecuencias ($\sim 2.8 \times 10^8 \Omega$ a 200 °C), confirmando que la composición balanceada entre ZrO_2 , MgO y SiO_2 conduce a una red más aislante en condiciones iniciales, aunque la caída con frecuencia y temperatura es uniforme y estable, este último precursor también facilita la sinterización líquida, ayudando a rellenar poros finos y mejorar la densificación homogénea

mismo que se traduce en una distribución más uniforme de fases, reduciendo defectos locales que podrían generar picos o dispersión de impedancia.

En bajas frecuencias, la muestra M3 (rica en MgO) exhibe la mayor impedancia Z' (alrededor de $2.5 \times 10^9 \Omega$), indicando que es la composición más resistiva. Dado que el exceso de MgO introduce un desequilibrio de carga, contrario al ZrO_2 que agrega carga positiva extra (provocando vacancias de oxígeno), el Mg^{2+} aporta menos carga positiva que el Al^{3+} , y por tanto, la red necesita reducir un catión positivo implicando que no hay vías disponibles para el transporte iónico rápido, lo que aumenta la resistividad eléctrica del material. Por eso, los materiales ricos en MgO (como M3) muestran elevados valores de impedancia y resistividad, ya que el transporte de carga se vuelve principalmente electrónico, y limitado (Bianchini et al., 2020; Mehta et al., 2018; Peng et al., 2022; Shekhawat et al., 2021).

En conjunto, estos resultados indican que el método MES produce materiales en los que la impedancia disminuye con frecuencia y temperatura, pero la magnitud depende fuertemente de la composición. El equilibrio de fases (M2) y el exceso de MgO (M3) generan las mayores resistencias, mientras que las formulaciones con bajos contenidos relativos de ZrO_2 o MgO (M1) exhiben menor resistencia y mayor tendencia a la conducción.

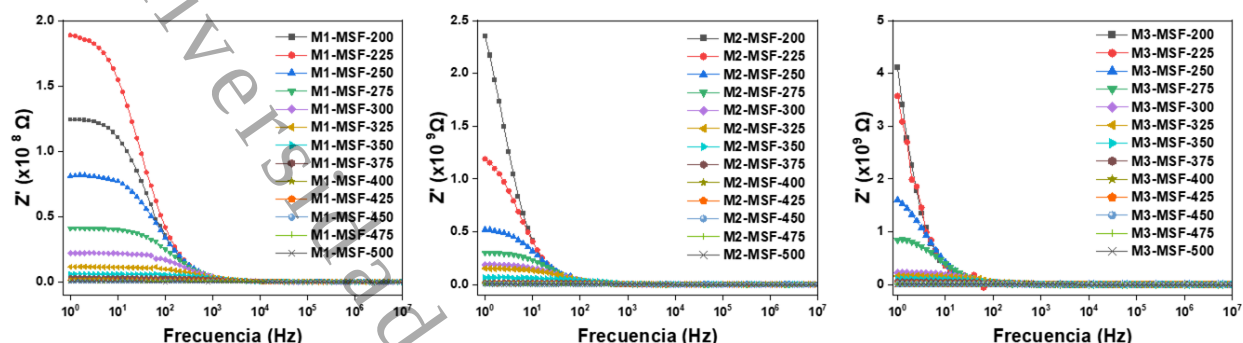
4.6.2.2) Frecuencia vs Impedancia real obtenidas por MSF T= 200°C-500 °C.

Los espectros de impedancia real obtenidos por el método de sales fundentes (MSF) muestran un comportamiento consistente con el observado en MES: la impedancia es mayor a bajas frecuencias (10^0 – 10^2 Hz) y disminuye rápidamente conforme aumenta la frecuencia, hasta estabilizarse alrededor de 10^4 – 10^5 Hz. Este patrón responde a la transición de un régimen dominado por procesos interfaciales en los límites de grano hacia uno controlado por la conductividad del volumen.

El efecto de la temperatura (200–500 °C) se mantiene: al aumentar la temperatura como se puede observar en la Figura 4.17, los valores de Z' decrecen en todas las composiciones, confirmando la naturaleza NTCR. Sin embargo, los valores absolutos de impedancia en MSF tienden a ser más altos que en MES, lo que se asocia a microestructuras más densas y uniforme, pero con interfaces menos conductivas, producto del crecimiento cristalino favorecido por las sales fundentes.

Figura 4.17

Comportamiento de impedancia (Z') con variación en la frecuencia por MSF.



El contenido de ZrO_2 tiene un impacto polarizado en la resistividad. Por un lado, la muestra M1 (alto ZrO_2) exhibe una impedancia cercana a $1.9 \times 10^8 \Omega$ a bajas frecuencias, valores significativamente superiores a los de la referencia MES (Amara et al., 2025; Chavez-Esquivel et al., 2019; Pan et al., 2024).

Así mismo en la muestra M2 (equilibrada) presenta los valores de impedancia de $\sim 2.4 \times 10^9 \Omega$ a 200°C , siendo la composición intermedia que refleja un balance de fases que restringe el transporte eléctrico.

La muestra M3, al tener un alto contenido de MgO , desarrolla una resistencia máxima de $4.0 \times 10^9 \Omega$, lo que demuestra que el exceso de Mg^{2+} favorece la resistividad asociado a la ausencia de vacancias de oxígeno implicando que no haya vías disponibles para el transporte iónico rápido, lo que aumenta la resistividad eléctrica del material y comparando que esta cifra es aún superior a la que se obtiene con la ruta MES (Bianchini et al., 2020; H. Liu et al., 2022; Mehta et al., 2018; Peng et al., 2022).

En conjunto, la síntesis por MSF conduce a mayores valores de impedancia en comparación con MES. Esto se debe a que, si bien la ruta de sales fundentes favorece la cristalización, también genera microestructuras con límites de grano que actúan como barreras adicionales al transporte iónico. Las diferencias entre composiciones siguen las mismas tendencias observadas en MES (ZrO_2 disminuye la resistencia, MgO la incrementa), pero amplificadas por la naturaleza de la síntesis.

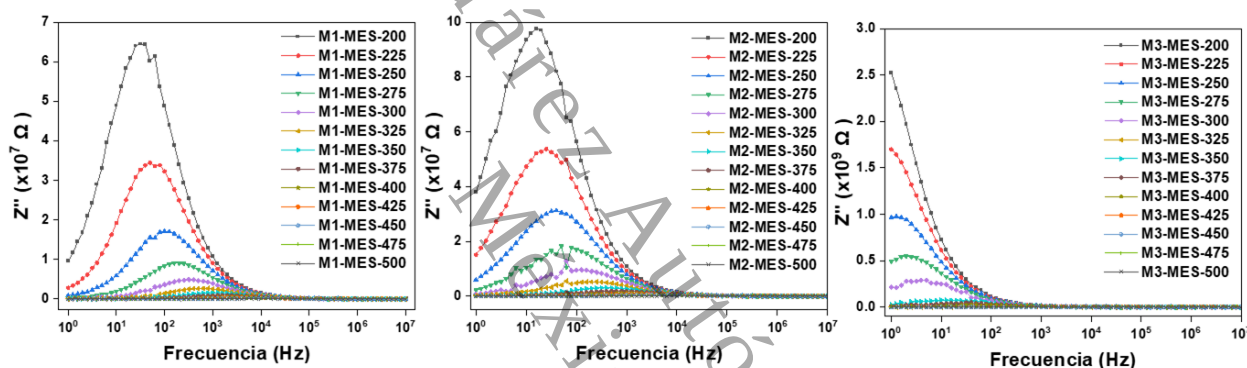
4.6.3) Variación de impedancia imaginaria respecto a la frecuencia

4.6.3.1) Frecuencia vs Impedancia imaginaria obtenidas por MES.

Los espectros de impedancia imaginaria (Z'') en función de la frecuencia Figura 4.18 permiten analizar con detalle los procesos de relajación dieléctrica y su dependencia con la composición y la temperatura. En general, todas las muestras M1–M3 muestran picos definidos en el intervalo de 10^1 a 10^3 Hz, cuyo desplazamiento y altura cambian con el aumento de temperatura (200–500 °C) (Amara et al., 2025).

Figura 4.18

Comportamiento de impedancia imaginaria (Z'') con variación en la frecuencia por MES.



Las muestras M1 (alto contenido de ZrO_2) exhiben valores de impedancia imaginaria (Z'') cercano a $6-7 \times 10^7 \Omega$ a 200 °C, con una reducción esperada a medida que aumenta la temperatura. La diferencia crucial radica en que el mayor contenido de ZrO_2 en M1 provoca un leve desplazamiento de estos picos hacia frecuencias más altas. Este desplazamiento es interpretado como una evidencia de un acoplamiento más eficiente de los portadores de carga dentro de la microestructura del volumen (Andraskar et al., 2022b; Fabris et al., 2020; Kumatani et al., 2023).

Sin embargo, en la muestra M2 (equilibrada) presentados máximos más intensos, alcanzando valores de $\sim 9.9 \times 10^7 \Omega$ a bajas temperaturas, lo que indica mayores pérdidas iniciales. Sin embargo, la disminución con la temperatura es más uniforme, sugiriendo un comportamiento más estable frente a la relajación dieléctrica.

Al igual se puede observar que M3 (alto MgO) presenta los máximos valores entre todas las composiciones, superando $2.5 \times 10^9 \Omega$. Este resultado indica que el exceso de MgO eleva

sustancialmente la resistencia interfacial y genera dinámicas de relajación más lentas que son, sin embargo, mitigadas por el aumento de la temperatura (Amara et al., 2025; Miao et al., 2022; Shekhawat et al., 2021).

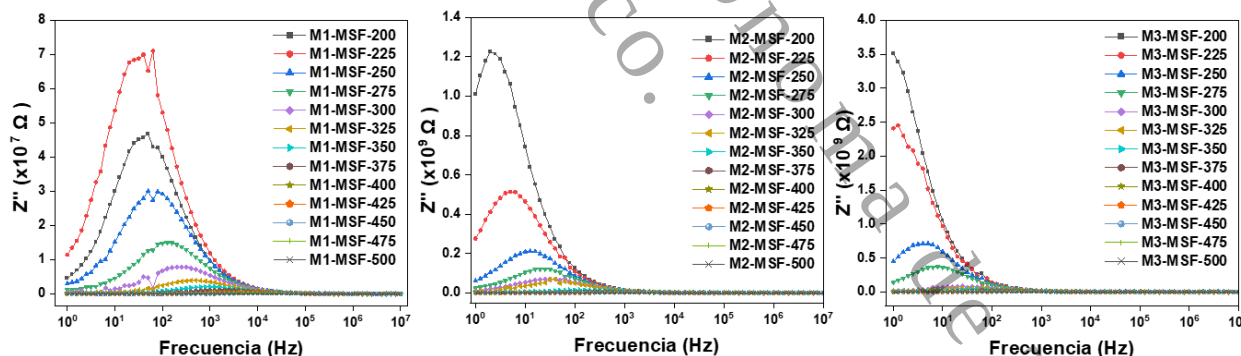
En conjunto, el incremento de ZrO_2 tiende a desplazar los máximos a frecuencias más altas, reduciendo los tiempos de relajación, mientras que el exceso de MgO eleva significativamente la magnitud de Z'' , indicando mayores pérdidas. La composición equilibrada (M2) se comporta como un caso intermedio, con estabilidad relativa frente a cambios de temperatura.

4.6.3.2) Frecuencia vs Impedancia imaginaria obtenida por MSF.

Los espectros de Z'' en función de la frecuencia obtenidos por MSF Figura 4.19 muestran picos característicos de relajación dieléctrica entre 10^1 y 10^3 Hz, cuya posición y magnitud dependen de la temperatura y la composición. Al igual que en MES, al incrementar la temperatura de 200 a 500 °C los máximos disminuyen en altura y se desplazan hacia frecuencias más altas, lo que confirma una reducción en los tiempos de relajación y un comportamiento NTCR típico de óxidos cerámicos.

Figura 4.19

Comportamiento de impedancia imaginaria (Z'') con variación en la frecuencia por MSF.



La variación en el contenido de ZrO_2 tiene un efecto polarizado en las pérdidas dieléctricas de las muestras MSF. La M1 (alto ZrO_2) presenta picos de magnitud mucho menor ($\approx 7 \times 10^7 \Omega$), demostrando que la incorporación de ZrO_2 reduce significativamente pérdidas dieléctricas e induce procesos de relajación más rápidos esto anterior se puede asociar porque ZrO_2 actúa como un modificador de red que introduce tensiones locales, interpretándose por la diferencia de tamaño iónico entre Zr^{4+} (0.84 Å) y Al^{3+} (0.54 Å). Esta descoordinación genera sitios defectivos

que pueden facilitar la movilidad de oxígeno y disminuir la resistencia interfacial (Andraskar et al., 2022b; Fabris et al., 2020).

En la mezcla balanceada M2 de SiO_2 , ZrO_2 y MgO , los mecanismos compiten: el ZrO_2 introduce defectos que acortan los tiempos de relajación, mientras que el MgO genera vacancias que intensifican la polarización. El resultado es un comportamiento intermedio, con picos notables de Z'' pero con una disminución uniforme al aumentar la temperatura.

El exceso de MgO en M3 es el responsable de los picos dieléctricos más elevados ($>3.5 \times 10^9 \Omega$), lo que confirma que potencia la polarización y genera las pérdidas más altas dentro del grupo. Cabe mencionar el exceso de Mg^{2+} reemplaza parcialmente al Al^{3+} , generando vacancias catiónicas en lugar de vacancias con carga negativa. Esto disminuye la movilidad iónica, porque no hay caminos fáciles para el transporte de oxígeno o cargas polares. Además, parte del MgO reacciona con Al_2O_3 formando espinela anteriormente reportada con apoyo de los rayos X siendo caracterizada por ser una fase aislante y eléctricamente estable (Amara et al., 2025; Miao et al., 2022; Selvi et al., 2020).

En conjunto, los resultados de MSF confirman que la naturaleza de la síntesis potencia la magnitud de Z'' en varias composiciones respecto a MES, debido a que el crecimiento cristalino inducido por las sales fundentes genera límites de grano más resistivos.

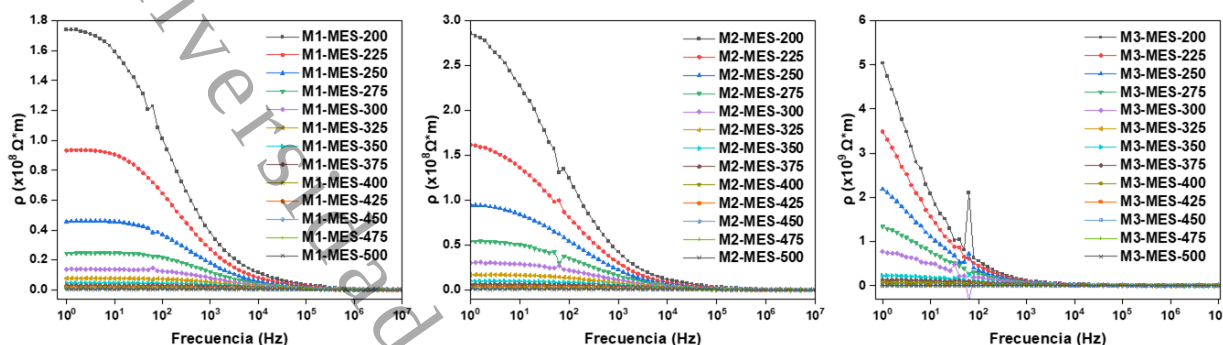
4.6.4) Variación de resistividad respecto a la temperatura obtenida por MES y MSF.

4.6.4.1) Frecuencia vs Resistividad obtenida por MES.

Los espectros de resistividad (ρ) en función de la frecuencia para las muestras M1–M3 sintetizadas por MES muestran que a bajas frecuencias (10^0 – 10^2 Hz) se alcanzan los valores elevados, mientras que a frecuencias intermedias y altas ($>10^4$ Hz) la resistividad disminuye y tiende a estabilizarse. En la Figura 4.20 se interpreta la transición de un régimen dominado por la polarización interfacial en límites de grano hacia uno en el que predomina la conductividad del volumen cristalino. Asimismo, el aumento de la temperatura de 200 a 500 °C provoca una disminución sistemática de la resistividad, confirmando la naturaleza NTCR (Negative Temperature Coefficient of Resistance), típica de materiales cerámicos donde el transporte se activa térmicamente (Bobzin et al., 2022; Miao et al., 2022).

Figura 4.20

Comportamiento de Resistividad (ρ) con variación en la frecuencia por MES.



En la composición M1, presentan una resistividad inicial, cercana a $10^8 \Omega \cdot m$, que se reduce consistentemente con la temperatura; la mayor cantidad de ZrO_2 en M1 tiende a mitigar la resistividad ligeramente. Este efecto se atribuye a que este óxido es un agente generador de defectos puntuales reportado en discusiones anteriores (Andraskar et al., 2022b; Fabris et al., 2020).

Así mismo la composición de M2 (equilibrada) muestra valores más elevados ($\sim 2.8 \times 10^8 \Omega \cdot m$), evidenciando que el balance entre ZrO_2 y MgO genera una red con valores más resistivos a bajas frecuencias, mismas que se pueden complementar con la presencia de SiO_2 , regulando el transporte que permite una leve polarización interfacial (útil para estabilidad dieléctrica) sin volver el material excesivamente resistivo.

El alto contenido de MgO en la muestra M3 resulta en una mayor resistividad, alcanzando valores cercanos a $5 \times 10^9 \Omega \cdot m$ a $200^\circ C$. Esta resistencia se atribuye a la falta de vacantes de oxígeno que bloquea las rutas para el transporte iónico rápido, lo que eleva la resistividad eléctrica del material. Por esta razón, los materiales con alto contenido de MgO presentan una impedancia y resistividad superior, ya que la conducción de carga dominante es electrónica (Amara et al., 2025; Miao et al., 2022; Selvi et al., 2020).

En conjunto, los resultados para MES en orden general quedan como $M3 > M2 > M1$ donde confirman que la resistividad disminuye con la frecuencia y la temperatura, pero la magnitud depende directamente de la composición. El ZrO_2 tiende a reducir la resistividad por la introducción de defectos que facilitan el transporte iónico, mientras que el MgO en exceso incrementa la resistividad debido a la acumulación de vacancias de oxígeno que intensifican la

polarización interfacial. El equilibrio composicional (M2) resulta más estable, aunque a costa de mayores resistividades.

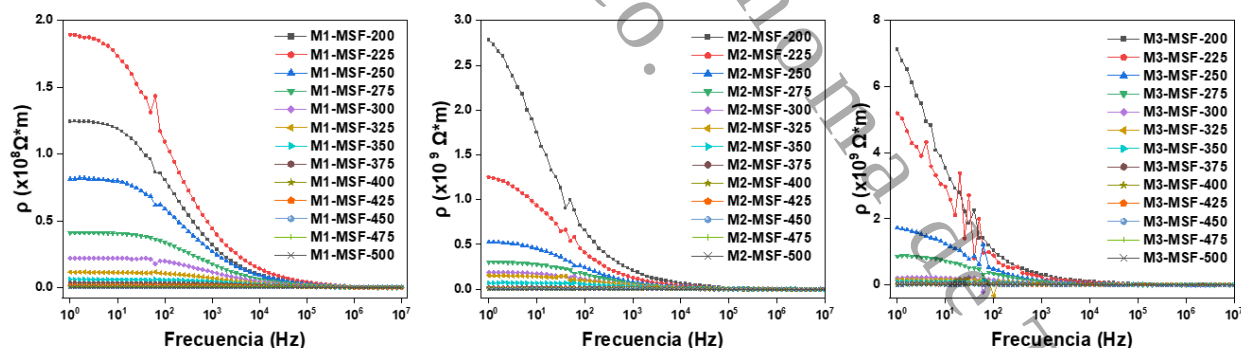
4.6.4.2) Frecuencia vs Resistividad obtenida por MSF.

Los espectros de resistividad (ρ) de las muestras M1–M3 obtenidas por el método MSF muestran el mismo patrón general observado en MES: resistividades altas a bajas frecuencias (10^0 – 10^2 Hz), que decrecen gradualmente con la frecuencia hasta estabilizarse por encima de 10^4 Hz. En la Figura 4.21 se puede observar la transición de un régimen dominado por procesos de polarización interfacial en límites de grano hacia uno en el que predomina la conductividad del volumen. De manera consistente, el aumento de temperatura (200–500 °C) reduce la resistividad en todas las composiciones, confirmando el comportamiento NTCR.

Sin embargo, los valores absolutos de resistividad en MSF tienden a ser más elevados que en MES, lo que se atribuye a que este método produce microestructuras más densas y cristalinas, pero con límites de grano más resistivos que actúan como barreras adicionales al transporte de carga (Bobzin et al., 2022; Miao et al., 2022)..

Figura 4.21

Comportamiento de Resistividad (ρ) con variación en la frecuencia por MSF.



Al introducir Zr^{4+} en la matriz de Al_2O_3 , la diferencia de radios iónicos genera distorsiones y defectos puntuales que facilitan la movilidad de oxígeno. Así, un mayor contenido de ZrO_2 (M1) reduce la resistividad (valores del orden de $10^8 \Omega \cdot m$), ya que los defectos actúan como caminos de transporte. En cambio, un contenido bajo (M3) limita la densidad de defectos, resultando en resistividades mucho más elevadas ($\sim 10^9 \Omega \cdot m$) (Andraskar et al., 2022b; Fabris et al., 2020).

En la muestra M2 (equilibrada) presenta un comportamiento intermedio ($10^8 \Omega \cdot m$), resultado de la compensación entre los defectos introducidos por ZrO_2 y las vacancias generadas por MgO. Su respuesta es más uniforme con el aumento de temperatura, pero con resistividades más elevadas que en MES.

En conjunto, los resultados demuestran que el método MSF amplifica los efectos de ZrO_2 y MgO en la resistividad, ZrO_2 disminuye la resistividad al generar defectos útiles para la conducción, mientras que el exceso de MgO la eleva al reforzar la polarización interfacial. La síntesis por sales fundentes, aunque mejora la cristalización, introduce límites de grano más resistivos, lo que explica los valores más altos de ρ en comparación con MES (Amara et al., 2025; Miao et al., 2022; Selvi et al., 2020).

4.6.5) Variación de Conductividad respecto a la temperatura obtenida por MES y MSF.

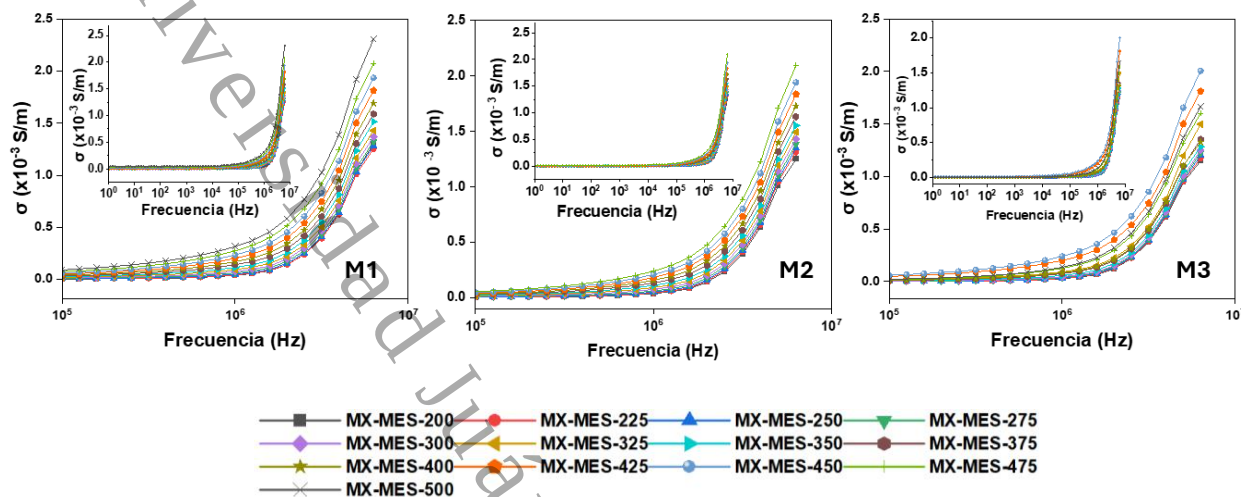
4.6.5.1) Frecuencia vs Conductividad obtenida por MES.

Los espectros de conductividad (σ) en función de la frecuencia para las muestras M1–M3 sintetizadas por MES (Figura 4.22) muestran el patrón típico de cerámicos con comportamiento NTCR. A bajas frecuencias (10^0 – 10^2 Hz) la conductividad es mínima, dominada por los procesos de polarización interfacial y la acumulación de carga en límites de grano. Conforme la frecuencia aumenta (10^4 – 10^7 Hz), la conductividad crece de manera notable y tiende a estabilizarse en la región de altas frecuencias, reflejando la contribución predominante del transporte en el volumen cristalino (Miao et al., 2022; Shang et al., 2023).

El incremento de la temperatura (200–500 °C) intensifica este efecto: los valores de conductividad aumentan de forma progresiva. Este comportamiento se debe a que la energía térmica favorece la movilidad de portadores de carga (iones y electrones), reduciendo las barreras de activación.

Figura 4.22

Comportamiento de conductividad (σ) con variación en la frecuencia por MES.



El ZrO_2 y el MgO influyen de manera distinta en la conductividad del material. Por un lado, el ZrO_2 favorece la conductividad al generar defectos puntuales y vacancias de oxígeno que incrementan la movilidad iónica y reducen la resistividad de grano, como se observa en M1, donde se alcanzan conductividades moderadas ($\sim 10^{-3}$ S/m) a altas frecuencias (Hsiang et al., 2014; Miao et al., 2022; Selvi et al., 2020). En contraste, aunque el MgO también induce vacancias, su exceso tiende a concentrarlas en los límites de grano, donde actúan como trampas de carga, disminuyendo la conductividad efectiva; esto se refleja en M3, que presenta valores más bajos de conductividad, indicando que estas vacancias solo contribuyen significativamente al transporte bajo condiciones de alta excitación (H. Li et al., 2020b; Shang et al., 2023).

La composición equilibrada (M2) ofrece un balance entre ambos mecanismos, resultando en una transición más uniforme de la conductividad con la temperatura y la frecuencia.

En conjunto, los resultados confirman que en el método MES la conductividad aumenta tanto con frecuencia como con temperatura, y su magnitud depende fuertemente de la proporción de ZrO_2 y MgO .

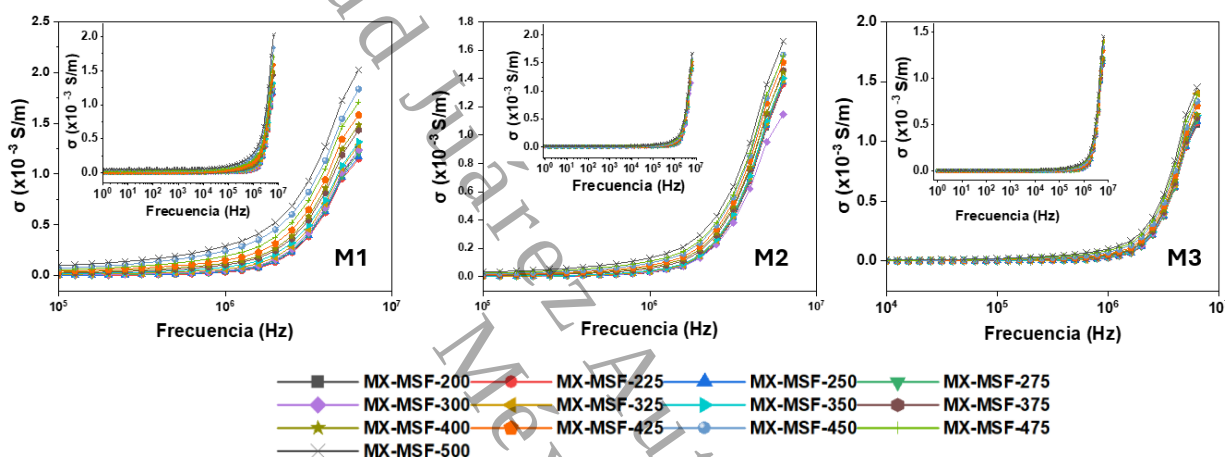
4.6.5.2) Frecuencia vs Conductividad obtenida por MSF.

Las gráficas de conductividad (σ) de las muestras M1–M3 sintetizadas por MSF muestran el mismo comportamiento general que en MES: a bajas frecuencias (10^0 – 10^2 Hz) la conductividad

es baja, debido a la acumulación de carga en los límites de grano, mientras que a frecuencias intermedias y altas (10^4 – 10^7 Hz) la conductividad aumenta de manera significativa, hasta estabilizarse como se puede observar en la Figura 4.23. El aumento de la temperatura (200–500 °C) intensifica este crecimiento, confirmando el carácter NTCR, donde la energía térmica facilita la movilidad de portadores (Miao et al., 2022; Shang et al., 2023).

Figura 4.23

Comportamiento de conductividad (σ) con variación en la frecuencia por MSF.



Las concentraciones de ZrO_2 muestran conductividades similares ($\sim 2.0 \times 10^{-3}$ a 2.5×10^{-3} S/m), lo que sugiere que, aunque introduce defectos y tensiones en la red, estos actúan como trampas que limitan la movilidad iónica, sin generar diferencias significativas entre muestras (Hsiang et al., 2014; Miao et al., 2022; Selvi et al., 2020). En contraste, el alto contenido de MgO en M3 da lugar a la menor conductividad ($< 1.5 \times 10^{-3}$ S/m) y la mayor resistividad ($\sim 10^9 \Omega \cdot \text{m}$), especialmente a bajas frecuencias. Esto se debe a que el Mg^{2+} puede sustituir a Al^{3+} en la red cristalina, generando un desequilibrio de carga opuesto al del ZrO_2 , lo que reduce la movilidad de portadores y, en consecuencia, la conductividad del material reportado con anterioridad (H. Li et al., 2020b; Shang et al., 2023).

En la muestra M2 (equilibrada) se observa un comportamiento intermedio ($\sim 1.7 \times 10^{-3}$ S/m), con un incremento estable con frecuencia y temperatura, reflejando la compensación parcial entre los efectos de ZrO_2 y MgO . En conjunto MSF, la microestructura es más densa y con límites de grano más definidos y resistivos lo que limita la movilidad de portadores.

4.6.6) Variación de ángulo de fase respecto a la temperatura

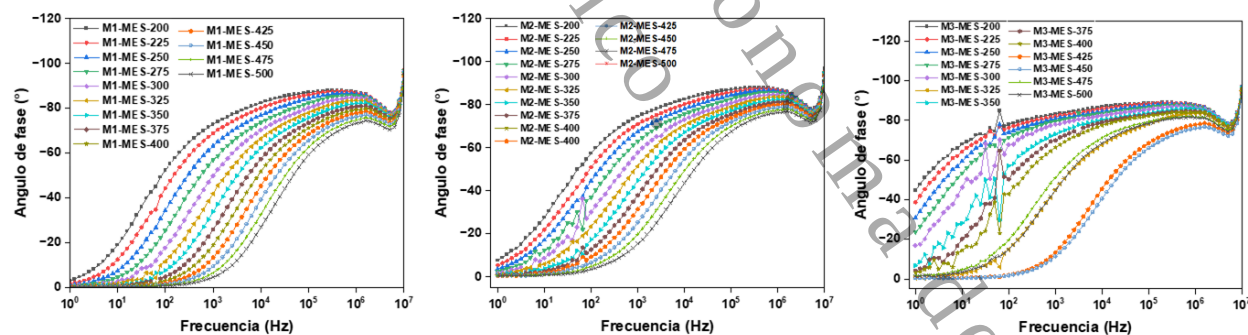
4.6.6.1) Frecuencia vs Ángulo de fase de las muestras obtenidas por MES.

Los espectros de ángulo de fase en función de la frecuencia para las muestras M1–M3 sintetizadas por el método de estado sólido (MES) Figura 4.24 muestran un comportamiento típico de materiales dieléctricos heterogéneos, donde coexisten respuestas asociadas al volumen cristalino y a los límites de grano.

A bajas frecuencias (10^0 – 10^3 Hz), los ángulos de fase son menos negativos (cercanos a -10° a -30°), lo que indica una respuesta más resistiva y dominada por procesos de acumulación de carga en interfaces. Conforme la frecuencia aumenta (10^3 – 10^6 Hz), los ángulos se hacen más negativos (-60° a -100°), alcanzando en algunos casos hasta $\approx -90^\circ$, lo que refleja una transición hacia un comportamiento más capacitivo. En la región de frecuencias muy altas ($\sim 10^7$ Hz), el ángulo tiende nuevamente hacia valores menos negativos, lo que sugiere que la contribución resistiva del volumen comienza a dominar (K. Barik et al., 2011; Pandey et al., 2019).

Figura 4.24

Comportamiento de ángulo de fase con variación en la frecuencia por MES.



El contenido de ZrO_2 modula el equilibrio entre las componentes resistivas y capacitivas del material, según se observa en los ángulos de fase. La muestra M1 (alto ZrO_2) exhibe ángulos moderados, con un máximo de $\approx -90^\circ$ en la región media de frecuencias, lo que sugiere un balance casi perfecto entre su respuesta resistiva y capacitiva (Hsiang et al., 2014; Miao et al., 2022; Selvi et al., 2020).

La muestra M2 (equilibrada) alcanza ángulos de fase similares, lo que se interpreta como una respuesta estable a variaciones de frecuencia y temperatura. Por su parte, el exceso de Mg^{2+} en

M3 genera vacancias catiónicas en lugar de vacancias con carga negativa. Esto disminuye la movilidad iónica, porque no hay caminos fáciles para el transporte de oxígeno o cargas polares, produciendo barreras heterogéneas al transporte de carga y como consecuencia, la respuesta dieléctrica se vuelve menos uniforme, dando lugar a curvas irregulares en el ángulo de fase (alto ZrO_2) (H. Li et al., 2020b; Shang et al., 2023).

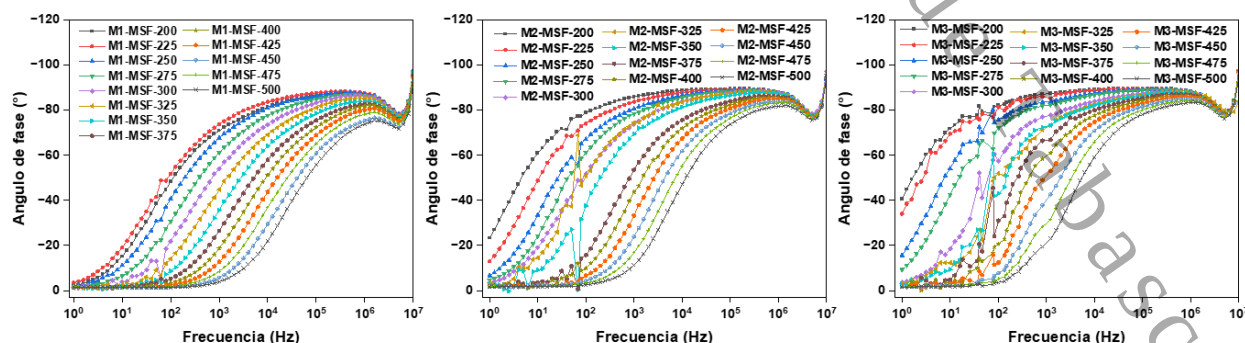
En conjunto, los resultados para MES indican que el ángulo de fase depende fuertemente tanto de la temperatura como de la proporción de ZrO_2 y MgO : el primero tiende a reducir la capacitiva, mientras que el segundo la incrementa significativamente, modulando la respuesta dieléctrica global del sistema.

4.6.6.2) Frecuencia vs Ángulo de fase de las muestras obtenidas por MSF.

En la Figura 4.25 los espectros de ángulo de fase obtenidos para las muestras M1–M3 sintetizadas por MSF muestran un comportamiento característico de sistemas policristalinos con contribuciones tanto resistivas como capacitivas. A bajas frecuencias (10^0 – 10^2 Hz), los ángulos se mantienen menos negativos (-10° a -30°), reflejando un dominio resistivo asociado a la acumulación de carga en los límites de grano. Conforme la frecuencia aumenta (10^3 – 10^6 Hz), los ángulos se vuelven más negativos (-60° a -100°), indicando un incremento de la respuesta capacitiva ligada a los procesos de relajación dieléctrica. En la región de frecuencias muy altas ($\sim 10^7$ Hz), el ángulo tiende a retornar a valores menos negativos, sugiriendo que la conductividad del volumen cristalino se vuelve dominante (K. Barik et al., 2011; Pandey et al., 2019).

Figura 4.25

Comportamiento de ángulo de fase con variación en la frecuencia por MSF.



El contenido de ZrO_2 tiene un efecto en el balance dieléctrico de las muestras generando defectos adicionales en la estructura. Estos defectos, a su vez, favorecen la movilidad iónica, lo que se traduce directamente en una reducción de la respuesta capacitiva del material. La composición M1 (alto ZrO_2) exhibe ángulos de fase de $\approx -90^\circ$, lo que indica un equilibrio entre las respuestas resistiva y capacitiva (Hsiang et al., 2014; Miao et al., 2022; Selvi et al., 2020).

El nivel de MgO determina la uniformidad de la respuesta dieléctrica. La muestra M3 (alto MgO) se distingue por un comportamiento notablemente desordenado e irregular, particularmente en las frecuencias bajas a medias. Esta inestabilidad es causada por el exceso de iones Mg^{2+} , que crea un número elevado de vacancias de catiónicas. Al acumularse heterogéneamente en los límites de grano, estas vacancias provocan una polarización interfacial irregular y la superposición de múltiples procesos de relajación (H. Li et al., 2020b; Shang et al., 2023).

La composición equilibrada (M2) maximiza el carácter capacitivo del sistema, lo que se interpreta como una respuesta estable a variaciones de frecuencia y temperatura.

En conjunto, los materiales sintetizados por MSF exhiben un ángulo de fase influenciado por la proporción de ZrO_2 y MgO , con un comportamiento más irregular en composiciones extremas por los límites de grano definidos esto intensifica la polarización interfacial y hace que el ángulo de fase sea más capacitivo.

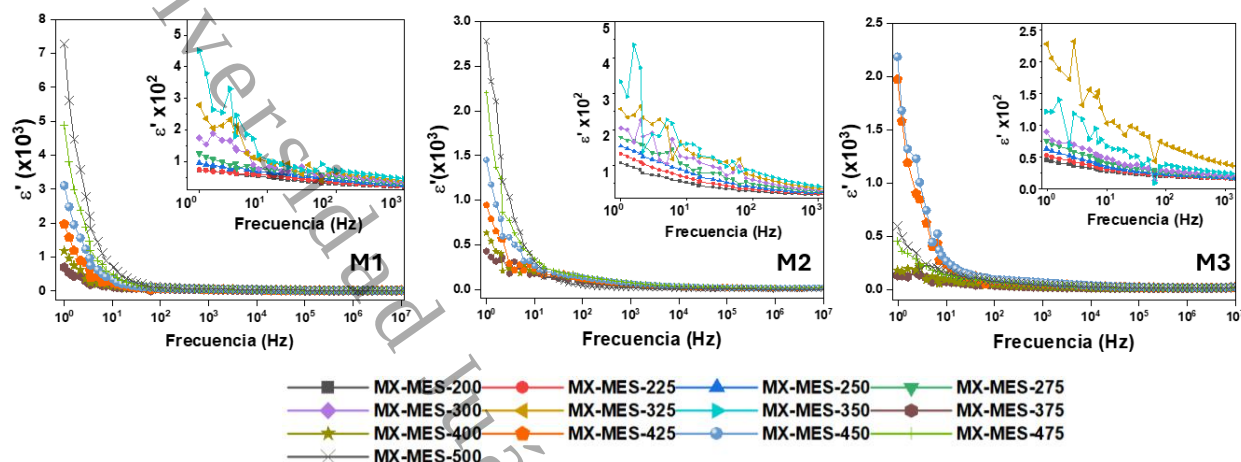
4.6.7) Variación de permitividad respecto a la temperatura.

4.6.7.1) Frecuencia vs Permitividad de las muestras obtenidas por MES.

Los resultados de permitividad real (ϵ') en función de la frecuencia (Figura 4.26) muestran un comportamiento típico de materiales cerámicos, valores superiores de ϵ' a bajas frecuencias que decrecen progresivamente conforme aumenta la frecuencia (200–500 °C). Esto se debe a la contribución dominante de la polarización interfacial y de carga espacial en el régimen de bajas frecuencias, mientras que a frecuencias más altas predomina la respuesta electrónica y dipolar, reduciendo la permitividad (Hussain et al., 2024; Miao et al., 2022)

Figura 4.26

Comportamiento de ángulo de fase con variación en la frecuencia por MES.



El contenido de ZrO_2 define la intensidad de la polarización interfacial y la velocidad de su relajación. La muestra M1 (alto ZrO_2) alcanza los valores más altos de ϵ' a bajas frecuencias ($\approx 7 \times 10^3$). Este extremo se explica porque el exceso de ZrO_2 intensifica la polarización interfacial al favorecer la generación de tensiones locales y vacancias de oxígeno. Sin embargo, esta misma condición microestructural provoca relajaciones más rápidas como se puede observar en los gráficos de impedancia Z'' (Hsiang et al., 2014; Miao et al., 2022; Selvi et al., 2020).

La composición M2 (equilibrada) presenta un comportamiento intermedio en términos de permitividad con valores iniciales de ϵ' más moderados y exhibe una caída más uniforme a lo largo del rango de frecuencias. Esto anterior confirma que el balance entre ZrO_2 y MgO logra estabilizar los mecanismos de polarización. El resultado es un sistema dieléctrico más predecible que reduce los comportamientos extremos, tanto la baja polarización controlada de M1 como la polarización intensificada seguida de relajación rápida de M3.

El exceso de MgO en M3 resulta en la permitividad real (ϵ') más baja del grupo indicando mayor estabilidad dieléctrica, con menores pérdidas y menor sensibilidad a defectos, lo cual puede ser ventajoso en aplicaciones que requieran consistencia a altas frecuencias (H. Li et al., 2020b; Shang et al., 2023).

En general, los resultados reflejan cómo la naturaleza del método MES (estado sólido), caracterizado por microestructuras más heterogéneas y defectuosas, favorece altos valores de

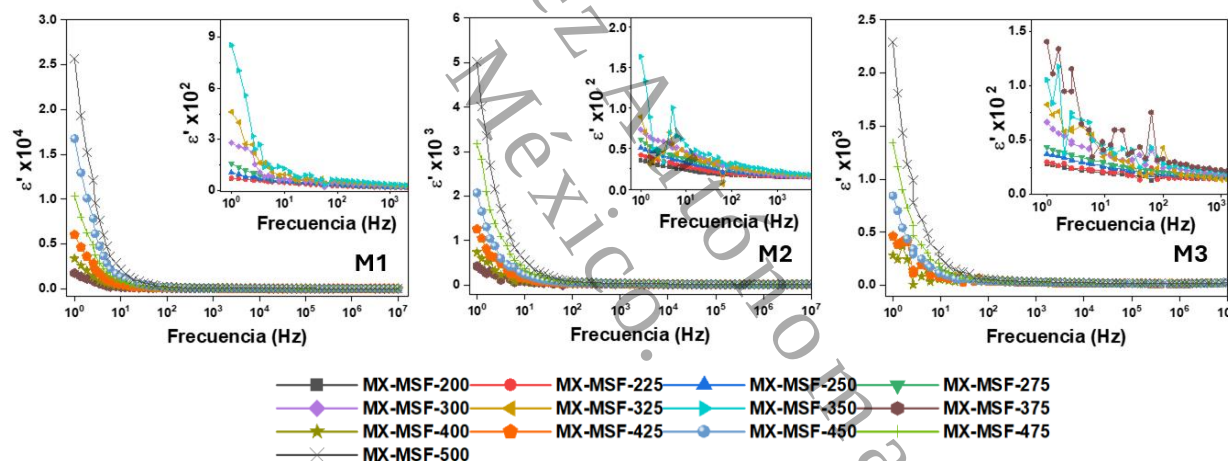
permitividad en bajas frecuencias debido a la mayor densidad de límites de grano y sitios activos para la polarización.

4.6.7.2) Frecuencia vs Permitividad de las muestras obtenidas por MSF.

Los resultados de permitividad real (ϵ') en función de la frecuencia (Figura 4.27) muestran un comportamiento típico de materiales cerámicos, con elevados valores de ϵ' a bajas frecuencias que decrecen progresivamente conforme aumenta la frecuencia (200–500 °C). Esto se debe a la contribución dominante de la polarización interfacial y de carga espacial en el régimen de bajas frecuencias, mientras que a frecuencias más altas predomina la respuesta electrónica y dipolar, reduciendo la permitividad (Hussain et al., 2024; Miao et al., 2022).

Figura 4.27

Comportamiento de permitividad con variación en la frecuencia por MSF.



El contenido de ZrO_2 establece la magnitud de la polarización interfacial y el riesgo de pérdidas dieléctricas. La muestra M1 (alto ZrO_2) presenta el valor inicial de permitividad más alto ($\approx 10^4$). Esto indica que el exceso de ZrO_2 introduce defectos y tensiones locales que incrementan al máximo la polarización interfacial. A pesar de esta alta polarización, esta misma condición estructural compromete severamente su desempeño como aislante eléctrico al favorecer pérdidas dieléctricas (Hsiang et al., 2014; Miao et al., 2022; Selvi et al., 2020).

La composición M2 (equilibrada) presenta un comportamiento intermedio en términos de permitividad con valores iniciales de ϵ' más moderados y exhibe una caída más uniforme a lo

largo del rango de frecuencias. Esto anterior confirma que el balance entre ZrO_2 y MgO logra estabilizar los mecanismos de polarización.

El alto contenido de MgO en M3 genera la menor permitividad global del conjunto ($\approx 10^3$), particularmente a bajas frecuencias. Esto la convierte en la composición más adecuada como aislante eléctrico indicando mayor estabilidad dieléctrica, ya que el exceso de Mg^{2+} ayuda a estabilizar la estructura y limita cualquier polarización excesiva (H. Li et al., 2020b; Shang et al., 2023).

Los resultados muestran que el método MSF tiende a generar materiales con permitividades mayores que MES, debido a una microestructura más homogénea y fina que favorece la polarización interfacial. Sin embargo, desde la perspectiva de un aislante eléctrico, la muestra M3 (alto MgO) sigue siendo la más adecuada, al mantener los valores de ϵ' más bajos y estables frente a la frecuencia.

Dado lo anterior se presenta las Tablas 4.5 de valores recapitulados obtenidos por ambas rutas de síntesis:

Tablas 4.5. Lectura de datos por ambas rutas de síntesis.

Muestra	Condición	$Z' \text{ vs } Z'' (\Omega)$	Frecuencia (Hz) vs Impedancia real (Ω)	Frecuencia (Hz) vs Impedancia imaginaria (Ω)	$\sigma (\text{S}\cdot\text{m})$	$\rho (\Omega\cdot\text{m})$	$\epsilon' \times 10^3$
M1-MES	Extremo alto para ZrO_2 .	$\sim 1.7 \times 10^8$	$\sim 1.7 \times 10^8$	$\sim 6.5 \times 10^7$	$\sim 2.4 \times 10^{-3}$	$\sim 1.7 \times 10^8$	7×10^3
M2-MES	Base	$\sim 3.0 \times 10^8$	$\sim 2.8 \times 10^8$	$\sim 9.8 \times 10^7$	$\sim 2.0 \times 10^{-3}$	$\sim 2.8 \times 10^8$	2.7×10^3
M3-MES	Extremo alto para MgO .	$\sim 2.7 \times 10^9$	$\sim 2.5 \times 10^9$	$\sim 2.5 \times 10^9$	$\sim 2.0 \times 10^{-3}$	$\sim 5.0 \times 10^9$	2.2×10^3
M1-MSF	Extremo alto para ZrO_2 .	$\sim 1.9 \times 10^8$	$\sim 1.9 \times 10^8$	$\sim 7.0 \times 10^7$	$\sim 2.0 \times 10^{-3}$	$\sim 1.9 \times 10^8$	$\sim 2.5 \times 10^4$
M2-MSF	Base	$\sim 2.4 \times 10^9$	$\sim 2.4 \times 10^9$	$\sim 1.2 \times 10^9$	$\sim 1.6 \times 10^{-3}$	$\sim 2.8 \times 10^9$	$\sim 5.0 \times 10^3$
M3-MSF	Extremo alto para MgO .	$\sim 4.0 \times 10^9$	$\sim 4.0 \times 10^9$	$\sim 3.5 \times 10^9$	$\sim 1.5 \times 10^{-3}$	$\sim 7 \times 10^9$	$\sim 2.3 \times 10^3$

Al integrar los resultados eléctricos obtenidos para ambas rutas de síntesis (MES y MSF), se confirma que el sistema MASZr presenta un comportamiento térmicamente activado en el intervalo 200–500 °C, con respuesta tipo NTCR en todas las composiciones. No obstante, la

magnitud de impedancia, resistividad y permitividad depende del balance composicional y de la arquitectura microestructural inducida por la ruta de síntesis. En particular, la muestra M3 (alto MgO) mostró el mayor desempeño aislante en ambas rutas, alcanzando resistividades del orden de $10^9 \Omega \cdot m$ y permitividad moderada ($\epsilon' \approx 2.2-2.4 \times 10^3$), coherente con una microestructura densa, baja porosidad intergranular y presencia estable de fases espinela ($MgAl_2O_4$) identificadas por DRX. La muestra M2 exhibió un comportamiento intermedio y reproducible asociado a un equilibrio entre ZrO_2 , MgO y SiO_2 , mientras que las composiciones con mayor fracción relativa de ZrO_2 mostraron menor impedancia, sugiriendo una mayor conectividad interfacial.

Al contrastar estos resultados con el estudio de Feng et al., 2021a; Prasad & Basu, 2013 quienes evaluaron un sistema MAS convencional sin ZrO_2 preparado por sinterización a $1000^\circ C$ y caracterizado entre $30-500^\circ C$ mediante espectroscopía de impedancia compleja, se observa coincidencia en el régimen NTCR y en la disminución de la resistencia con el incremento de temperatura. En dicho estudio, la resistencia bulk (R_b) disminuye de $\sim 3059 k\Omega$ a $300^\circ C$ hasta $\sim 27 k\Omega$ a $500^\circ C$, con energías de activación inferiores a 1 eV ($0.09-0.76$ eV según región térmica), lo que confirma un mecanismo de conducción mixto dominado por movilidad iónica (K^+ , F^-) y vacancias de oxígeno. Además, los diagramas de Nyquist muestran la transición de un solo arco (bulk dominante) a dos arcos (bulk + frontera de grano) a temperaturas superiores a $450^\circ C$. En contraste, aunque el sistema MASZr también presenta comportamiento NTCR en el intervalo $200-500^\circ C$, la magnitud de impedancia y resistividad depende más fuertemente del balance composicional y de la conectividad microestructural que de la movilidad iónica extrínseca, evidenciando un control interfacial más marcado.

Esta diferencia se acentúa al compararse con lo reportado por Pan et al. (2024), quienes estudiaron Al_2O_3 dopada con 1.5 wt% de MgO o ZrO_2 sinterizada hasta $1400^\circ C$ y evaluada eléctricamente entre $600-800^\circ C$ bajo campo aplicado. En su sistema, la adición de MgO incrementa la conductividad por reducción en la energía de formación de vacancias de oxígeno (confirmado mediante DFT) y mayor concentración defectiva, mientras que el ZrO_2 eleva dicha energía y reduce la migración defectiva. Sin embargo, en el sistema MASZr se observa un comportamiento inverso en el rango intermedio $200-500^\circ C$: mayores contenidos de MgO incrementan la impedancia y mayores contenidos de ZrO_2 la reducen. Esta discrepancia indica que, bajo las condiciones de síntesis empleadas (MES y MSF) y en ausencia de campos eléctricos intensos, el transporte eléctrico no está gobernado exclusivamente por la

concentración de defectos puntuales, sino por la distribución intergranular del ZrO_2 , la continuidad de fases espinela/piropo y el tamaño de grano, que condicionan la conectividad efectiva de los caminos conductivos.

En consecuencia, mientras que en los sistemas estudiados por Prasad y Basu y por Pan et al. el transporte eléctrico puede explicarse predominantemente en términos de movilidad defectiva activada térmicamente, en el sistema MASZr el mecanismo dominante en el intervalo 200–500 °C responde a un control microestructural e interfacial más complejo, propio de un sistema multicomponente donde la ingeniería de fases secundarias y de fronteras de grano modula de forma determinante la respuesta dieléctrica y resistiva.

Refinamiento Rietveld

Se realizó el refinamiento Rietveld únicamente para las muestras M3, seleccionada como la de mejor desempeño tras las caracterizaciones morfológicas, térmicas y eléctricas, en la Tabla 4.11 y Figura 4.28 se muestran los resultados del refinamiento, realizados con el programa Match!4.

Tabla 4.11 Resultados obtenidos del refinamiento Rietveld.

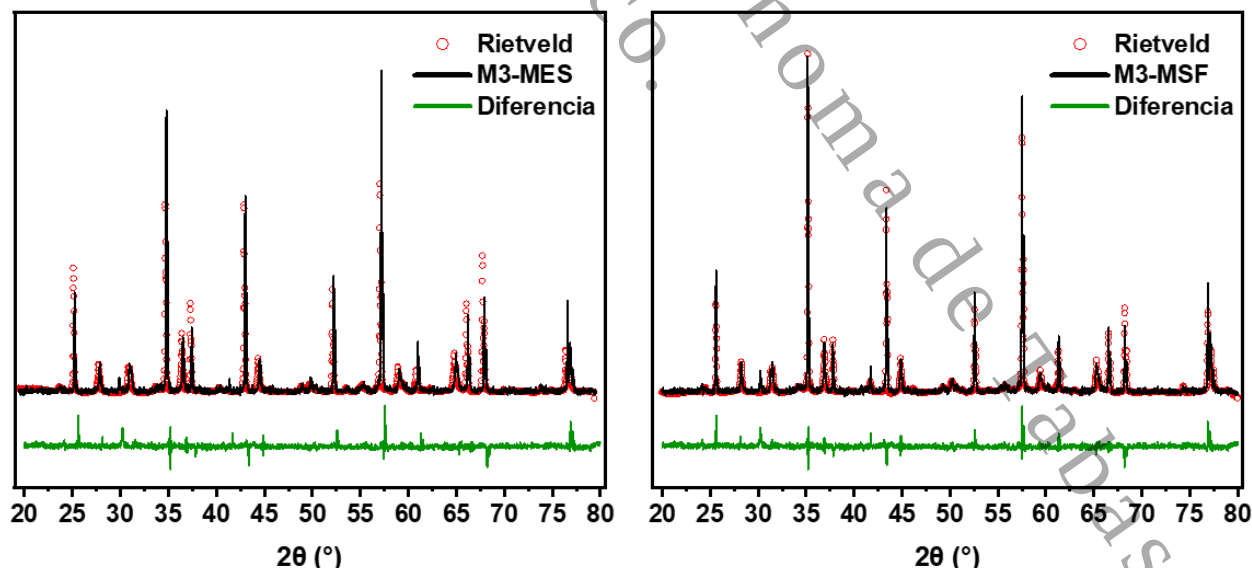
Método	Fase (fórmula / nombre)	Grupo espacial (No.)	Sistema cristalino	Parámetros de celda originales	Parámetros de celda refinados	χ^2	Rwp (%)
M3-MES	Corindón	R-3c (167)	Trigonal (ejes hexagonales)	$a=4.75700 \text{ \AA}$; $c=12.98770 \text{ \AA}$	$a=4.7589 \text{ \AA}$; $c=12.9909 \text{ \AA}$	2.5	12.7
	Espinel	Fd-3m (227)	Cúbico	$a=8.08149 \text{ \AA}$	$a=8.07570 \text{ \AA}$		
	Baddeleyita	P 1 21/c 1 (14)	Monoclínico	$a=5.14870 \text{ \AA}$; $b=5.20230 \text{ \AA}$; $c=5.32310 \text{ \AA}$; $\beta=99.164^\circ$	$a=5.1506 \text{ \AA}$; $b=5.1909 \text{ \AA}$; $c=5.3140 \text{ \AA}$; $\beta=99.139^\circ$		
M3-MSF	Corindón	R-3c (167)	Trigonal (ejes hexagonales)	$a=4.75700 \text{ \AA}$; $c=12.98770 \text{ \AA}$	$a=4.7589 \text{ \AA}$; $c=12.9909 \text{ \AA}$	3.1	10.4
	Espinel	Fd-3m (227)	Cúbico	$a=8.07500 \text{ \AA}$	$a=8.08000 \text{ \AA}$		
	Baddeleyita	P 1 21/c 1 (14)	Monoclínico	$a=5.14600 \text{ \AA}$; $b=5.20500 \text{ \AA}$; $c=5.31300 \text{ \AA}$; $\beta=99.100^\circ$	$a=5.1340 \text{ \AA}$; $b=5.2119 \text{ \AA}$; $c=5.3157 \text{ \AA}$; $\beta=99.118^\circ$		

En la Figura 4.28 se observa el patrón experimental y el calculado, con una curva de diferencia baja en la mayor parte del intervalo angular. Los indicadores estadísticos confirman un ajuste

global satisfactorio: M3-MES presentó $\chi^2 = 2.5$, Rwp = 12.7% y tamaño de cristal de 75.94, mientras que M3-MSF presentó $\chi^2 = 3.1$, Rwp = 10.4% y tamaño de cristal de 77.06. En ambos métodos se refinó el conjunto de fases corindón (Al_2O_3 , R-3c), baddeleyita (ZrO_2 monoclinica, P 1 21/c 1) y espinela (MgAl_2O_4 , Fd-3m). La asignación de estas fases fue consistente con las reflexiones características observadas en los difractogramas: el corindón presentó picos similares en 25° , 35° , 43° , 57° , 66° , 68° y 76° , asociados a los índices de Miller 102, 104, 113, 214, 300 y 109; la baddeleyita mostró reflexiones en 28° , 31° , 65° , 68° y 77° , correspondientes a los planos (11-1), (111), (222), (132) y (104); mientras que la espinela presentó picos en 36° , 44° y 76° , indexados a los planos (311), (400) y (533), respectivamente. Los parámetros de celda refinados mostraron ajustes respecto a los valores iniciales: para Al_2O_3 las variaciones fueron pequeñas (MES: cambios mínimos; MSF: ligera contracción), mientras que en fases secundarias se observaron ajustes más notorios, particularmente en espinela/piropo y en los parámetros monoclinicos de ZrO_2 en MSF.

Figura 4.28

Refinamiento Rietveld de la muestra seleccionada M3 sintetizada por (a) MES y (b) MSF. Los marcadores representan el patrón de DRX observado (lobs), la línea continua el patrón calculado (lcalc) y la curva inferior corresponde a la diferencia (lobs-lcalc). Las marcas verticales indican las posiciones de Bragg de las fases incluidas en el modelo (MES: Al_2O_3 -ringwoodita-piropo- ZrO_2 ; MSF: Al_2O_3 -espinela-piropo- ZrO_2).



La diferencia entre rutas de síntesis se refleja en la fase asociada al sistema Mg-(Al/Si): MES favorece la presencia de ringwoodita, mientras que MSF estabiliza espinela, manteniéndose en

ambos casos Al_2O_3 como matriz y ZrO_2 como fase separada (baddeleyita). Desde el punto de vista de ciencia de materiales, los parámetros de celda refinados representan la estructura efectiva del sólido y su variación puede estar influenciada por microdeformación (strain) residual, tensiones internas en límites de grano y compatibilidad entre fases, además de posibles solapes de picos y ajustes instrumentales. El hecho de que Al_2O_3 muestre cambios mínimos en ambos métodos sugiere una matriz estructuralmente estable, sin evidencia fuerte (a partir de este refinamiento) de una incorporación significativa de Mg/Si/Zr en la red del corindón. En contraste, las variaciones más marcadas en fases secundarias en particular la contracción observada en espinela y los ajustes en ZrO_2 monoclinica son compatibles con diferencias en el estado microestructural inducido por el método (mayor reactividad/difusión en MSF), aunque deben interpretarse con cautela: también pueden reflejar sensibilidad del refinamiento a solapes y al perfil de picos. Por ello, estos resultados apoyan con solidez la conclusión de que el método controla el ensamble de fases y el estado estructural promedio, mientras que una afirmación de dopaje/solución sólida requeriría evidencia adicional (tendencias sistemáticas con composición y corroboración química/microestructural).

CAPÍTULO V: CONCLUSIÓN

En conclusión, este trabajo responde a la justificación de desarrollar un cerámico basado en Al_2O_3 capaz de mantener un aislamiento eléctrico estable a temperaturas elevadas, demostrando que el desempeño no depende únicamente de “alterar la resistividad”, sino del control integral de la composición y de la ruta de síntesis, que determinan el ensamble de fases, la microestructura y las barreras de transporte en el material. A través del análisis comparativo entre las rutas MES y MSF en el sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--MgO--SiO}_2\text{--ZrO}_2$, se comprobó que la ruta de procesamiento modifica la cristalización (corindón como matriz predominante en ambos casos, acompañado de espinela, piropo y ZrO_2 monoclinica), así como la cantidad y naturaleza de interfaces activas que gobiernan la respuesta eléctrica.

Desde el punto de vista microestructural, la muestra M3 (alto MgO) presentó la microestructura más densa y compacta, con menor porosidad intergranular y tamaños de grano mayores ($\sim 8\text{ }\mu\text{m}$ en MSF), asociada a la formación de espinela (MgAl_2O_4) y silicatos de magnesio, mientras que las composiciones con mayor ZrO_2 evidenciaron anclaje de fronteras de grano y mayor heterogeneidad interfacial. Estas diferencias estructurales se reflejaron directamente en el comportamiento eléctrico: M3 alcanzó resistividades del orden de $10^9\text{ }\Omega\cdot\text{m}$ en ambas rutas y una permitividad moderada ($\epsilon' \approx 2.2\text{--}2.4 \times 10^3$), mostrando estabilidad en el intervalo $200\text{--}500\text{ }^\circ\text{C}$ con comportamiento tipo NTCR reproducible. En contraste, mayores contenidos de ZrO_2 redujeron la impedancia relativa, sugiriendo una mayor conectividad interfacial.

En el intervalo de operación estudiado ($200\text{--}500\text{ }^\circ\text{C}$), el sistema confirmó un transporte térmicamente activado sin evidencias de degradación estructural (DSC–TGA sin eventos exotérmicos definidos), indicando estabilidad térmica posterior a la sinterización. El análisis conjunto de impedancia, microestructura y fases cristalinas permitió establecer que el mecanismo dominante no está gobernado exclusivamente por la concentración puntual de defectos, sino por la arquitectura microestructural y la conectividad de fases secundarias, particularmente la interacción MgO--SiO_2 (formación de espinela/piropo) y la distribución intergranular de ZrO_2 .

En conjunto, los resultados permiten concluir que el ajuste fino entre ZrO_2/MgO y la ruta de síntesis define si predominan efectos interfaciales que disminuyen la impedancia o configuraciones microestructurales compactas que refuerzan el carácter aislante. La formulación

M3 se identificó como la más adecuada para aplicaciones de aislamiento eléctrico a alta temperatura, al ofrecer el mejor compromiso entre estabilidad térmica, integridad microestructural y resistividad elevada. Este trabajo confirma que la correlación proceso–estructura–propiedad es determinante para orientar el diseño de cerámicos aislantes en condiciones térmicas exigentes.

CAPÍTULO VI: RECOMENDACIONES Y PERSPECTIVAS FUTURAS

- Incorporar la evaluación de propiedades mecánicas (por ejemplo, dureza y resistencia a flexión), con el fin de correlacionar el desempeño eléctrico con la integridad estructural del material. Estas pruebas no se realizaron en el presente trabajo debido a limitaciones de infraestructura, pero son relevantes para validar la viabilidad del material bajo condiciones de servicio.
- Complementar la caracterización térmica mediante la medición del coeficiente de expansión térmica (CET), ya que permitirá estimar la compatibilidad térmica entre fases (Al_2O_3 , ZrO_2 y fases Mg–Al/Mg–Si) y analizar su posible efecto en tensiones residuales y estabilidad del aislamiento durante ciclos térmicos.
- Ampliar el diseño composicional manteniendo Al_2O_3 (corindón) como matriz y explorando con mayor resolución las variaciones de ZrO_2 y MgO (por ejemplo, incrementos/decrementos graduales alrededor de las composiciones M1–M3). Esto permitiría identificar con mayor precisión ventanas de composición donde se optimice el balance entre ensamble de fases (ringwoodita vs espinela), microestructura y respuesta dieléctrica/impedancia.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Abyzov, A. (2019). Aluminum Oxide and Alumina Ceramics (review). Part 1. Properties of Al_2O_3 and Commercial Production of Dispersed Al_2O_3 . *Refract Ind Ceram*, 60, 24-32.
- Al-Mahmud, Md. R., Hossain Shishir, Md. K., Ahmed, S., Tabassum, S., Islam Sadia, S., Haque Sachchu, Md. M., Tanbin Tama, R., Rahim Miah, A., & Ashraful Alam, Md. (2024). Stoichiometry crystallographic phase analysis and crystallinity integration of silver nanoparticles: A Rietveld refinement study. *Journal of Crystal Growth*, 643, 127815. <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2024.127815>
- Al-Naib, U. M. B. (2023a). Introductory Chapter: Introduction to Zirconia Ceramic – A Versatile and Durable Material with a Wide Range of Applications. En *Zirconia—New Advances, Structure, Fabrication and Applications*. IntechOpen. <https://doi.org/10.5772/intechopen.113023>
- Amara, M., Jbeli, A., Althumairi, N. A., Dhahri, J., & Hlil, E. K. (2025). Investigating the NTC characteristics of $(1 - x)\text{BFN} - x\text{BCW}$ ceramics via impedance spectroscopy. *Ceramics International*, 51(15), 20371-20380. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2025.02.205>
- Andraskar, N. D., Tiwari, G., & Goel, M. D. (2022a). Impact response of ceramic structures—A review. *Ceramics International*, 48(19, Part A), 27262-27279. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.06.313>
- Artioli, G. (2022). X-Ray Diffraction. En *Encyclopedia of Geoarchaeology* (pp. 1-7). Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-030-44600-0_29-1
- Avila, A. R. C. (2025). La permitividad en electrostática a partir del análisis dimensional. *Revista de enseñanza de la física*, 37(1), 125-134. <https://doi.org/10.55767/2451.6007.v37.n1.48980>
- Ayode Otitoju, T., Ugochukwu Okoye, P., Chen, G., Li, Y., Onyeka Okoye, M., & Li, S. (2020a). Advanced ceramic components: Materials, fabrication, and applications. *Journal of*

Industrial and Engineering Chemistry, 85, 34-65.

<https://doi.org/10.1016/j.jiec.2020.02.002>

Baronskiy, M. G., Tsybulya, S. V., Kostyukov, A. I., Zhuzhgov, A. V., & Snytnikov, V. N. (2022).

Structural properties investigation of different alumina polymorphs (η -, γ -, χ -, θ -, α - Al_2O_3) using Cr^{3+} as a luminescent probe. *Journal of Luminescence*, 242, 118554.

<https://doi.org/10.1016/j.jlumin.2021.118554>

Basante-Romo, M. J., Benavides-Guerrero, J. A., & Camargo-Amado, R. J. (2016). Synthesis and Characterization of the Nanomaterial TiO_2 -MWCNTs (Titanium Oxide- Multi-Walled Carbon Nanotubes). *Información tecnológica*, 27(6), 153-162.

<https://doi.org/10.4067/S0718-07642016000600016>

Behera, B., Nayak, P., & Choudhary, R. N. P. (2007). Impedance spectroscopy study of $\text{NaBa}_2\text{V}_5\text{O}_{15}$ ceramic. *Journal of Alloys and Compounds*, 436(1), 226-232.

<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2006.07.028>

Bergh, W. van den, Yao, R., Zhang, R., Kondrakov, A., Janek, J., & Brezesinski, T. (2024).

Effect of salt selection and molar ratio in molten salt synthesis of single-crystalline LiNiO_2 . *Journal of Materials Chemistry A*, 12(15), 8683-8688.

<https://doi.org/10.1039/D3TA07840J>

Bianchini, M., Wang, J., Clément, R. J., Ouyang, B., Xiao, P., Kitchaev, D., Shi, T., Zhang, Y.,

Wang, Y., Kim, H., Zhang, M., Bai, J., Wang, F., Sun, W., & Ceder, G. (2020). The interplay between thermodynamics and kinetics in the solid-state synthesis of layered oxides. *Nature Materials*, 19(10), 1088-1095. <https://doi.org/10.1038/s41563-020-0688-6>

Bobzin, K., Wietheger, W., Burbaum, E., Hosenfeldt, T., Bagcivan, N., Öte, M., Müller, B.,

Kunde, C., & Elsner, A.-L. (2022). Comparison of Ceramic Insulation Coatings via Impedance Spectroscopy. *Journal of Thermal Spray Technology*, 31(5), 1556-1567.

<https://doi.org/10.1007/s11666-022-01395-z>

- Broström, M., Enestam, S., Backman, R., & Mäkelä, K. (2013). Condensation in the KCl–NaCl system. *Fuel Processing Technology, Impacts of Fuel Quality on Power Production and Environment*, 105, 142-148. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2011.08.006>
- Chavez-Esquivel, G., García-Martínez, J. C., de los Reyes, J. A., Suárez-Toriello, V. A., Vera-Ramírez, M. A., & Huerta, L. (2019). The influence of Al₂O₃ content on Al₂O₃-ZrO₂ composite-textural structural and morphological studies. *Materials Research Express*, 6(10), 105201. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab352d>
- Cherepanov, D. E., Vyacheslavov, L. N., Popov, V. A., Ryzhkov, G. A., Kasatov, A. A., Vasilyev, A. A., Arakcheev, A. S., Ruktuev, A. A., Kandaurov, I. V., & Shoshin, A. A. (2023). In situ study of thermal shock damage to high-temperature ceramics. *Nuclear Materials and Energy*, 36, 101495. <https://doi.org/10.1016/j.nme.2023.101495>
- Colomban, P. (2020). Chemical Preparation Routes and Lowering the Sintering Temperature of Ceramics. *Ceramics*, 3(3), 312-339. <https://doi.org/10.3390/ceramics3030029>
- da Costa Evangelista, J. P., Gondim, A. D., Souza, L. D., & Araujo, A. S. (2016). Alumina-supported potassium compounds as heterogeneous catalysts for biodiesel production: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 59, 887-894. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2016.01.061>
- De La Cruz, B. C. (2019). *FACULTAD DE INGENIERÍA ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA CIVIL* [PhD Thesis, UNIVERSIDAD NACIONAL DE TRUJILLO]. <https://dspace.unitru.edu.pe/server/api/core/bitstreams/220b42d7-ef58-438a-b57a-db816cdd5c4f/content>
- Dong, Y., Zhang, D., Li, D., Jia, H., & Qin, W. (2023). Control of Ostwald ripening. *Science China Materials*, 66(3), 1249-1255. <https://doi.org/10.1007/s40843-022-2233-3>
- Fabris, D. C. N., Polla, M. B., Acordi, J., Luza, A. L., Bernardin, A. M., De Noni, A., & Montedo, O. R. K. (2020). Effect of MgO·Al₂O₃·SiO₂ glass-ceramic as sintering aid on properties

- of alumina armors. *Materials Science and Engineering: A*, 781, 139237.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139237>
- Feng, K.-C., Wu, Y.-J., Wang, C.-Y., Tu, C.-S., Lin, Y.-L., Chen, C.-S., Lai, P.-L., Huang, Y.-T., & Chen, P.-Y. (2021a). Enhanced mechanical and biological performances of CaO-MgO-SiO₂ glass-ceramics via the modulation of glass and ceramic phases. *Materials Science and Engineering: C*, 124, 112060. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2021.112060>
- Fewster, P. F. (2023). The Limits of X-ray Diffraction Theory. *Crystals*, 13(3), 521.
<https://doi.org/10.3390/cryst13030521>
- Gawronski, A., Patzig, C., Höche, T., & Rüssel, C. (2013). High-strength glass-ceramics in the system MgO/Al₂O₃/SiO₂/ZrO₂/Y₂O₃ – microstructure and properties. *CrystEngComm*, 15(31), 6165-6176. <https://doi.org/10.1039/C3CE40335A>
- González Mancera, G., & Noguez Amaya, M. E. (2006). *Principios de Microscopía Electrónica de Barrido y Microanálisis por Rayos X Característicos*. Universidad Nacional Autónoma de México. <https://librosoa.unam.mx/handle/123456789/3250>
- Götzfried, F., & Beraud, S. S. L. (2023). Sodium Chloride. En *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry* (pp. 1-59). John Wiley & Sons, Ltd.
https://doi.org/10.1002/14356007.a24_317.pub5
- Grégoire, B., Oskay, C., Meißner, T. M., & Galetz, M. C. (2020). Corrosion mechanisms of ferritic-martensitic P91 steel and Inconel 600 nickel-based alloy in molten chlorides. Part I: NaCl–KCl binary system. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 215, 110659.
<https://doi.org/10.1016/j.solmat.2020.110659>
- Gupta, S. K., & Mao, Y. (2021a). A review on molten salt synthesis of metal oxide nanomaterials: Status, opportunity, and challenge. *Progress in Materials Science*, 117, 100734. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2020.100734>

- Hadian, M., Nilforoushan, M. R., & Toghraie, D. (2022). Molecular dynamics investigation of the thermal behaviors of magnesium oxide ceramics at different pressures and temperatures. *Journal of Molecular Modeling*, 28(11), 361.
<https://doi.org/10.1007/s00894-022-05302-9>
- Hambley, A. R. (2019). *Electrical Engineering: Principles and Applications* (7.^a ed.). Pearson.
https://nirmt.com/storage/uploads/E-BOOK_BE-ELECTRICAL/Electrical%20Engineering%20Principles%20and%20Applications.pdf
- Hashemi, J., & Smith, W. F. (2006). *Fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales* (4.^a ed.). McGraw-Hill.
- Hernández Vázquez, J. F. (2022). *Desarrollo sustentable de un compuesto a partir de residuos de papel, zeolita y poliestireno con aplicación en la industria cerámica* [Doctorado, Universidad Autónoma de Nuevo León]. <http://eprints.uanl.mx/26331/1/1080312700.pdf>
- Hsiang, H.-I., Yung, S.-W., & Wang, C.-C. (2014). Effects of the addition of alumina on the crystallization, densification and dielectric properties of CaO–MgO–Al₂O₃–SiO₂ glass in the presence of ZrO₂. *Ceramics International*, 40(10, Part A), 15807-15813.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.07.107>
- Jain, S., Kumar, N., Tahir, M., & Garg, S. (2023). Chapter 2—Nanoparticle synthesis, characterization and applications. En N. S. Chauhan & S. S. Gill (Eds.), *The Impact of Nanoparticles on Agriculture and Soil* (pp. 13-40). Academic Press.
<https://doi.org/10.1016/B978-0-323-91703-2.00007-5>
- Jankowiak, R., Roberts, K., Tomasik, P., Sikora, M., Small, G. J., & Schilling, C. H. (2000). Probing the crystalline environment of α -alumina via luminescence of metal ion impurities: An optical method of ceramic flaw detection. *Materials Science and Engineering: A*, 281(1), 45-55. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00749-2](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00749-2)

- K. Barik, S., Choudhary, R. N. P., & Singh, A. K. (2011). AC impedance spectroscopy and conductivity studies of Ba_{0.8}Sr_{0.2}TiO₃ ceramics. *Advanced Materials Letters*, 2(6), 419-424. <https://doi.org/10.5185/amlett.2011.2228>
- Kaur, G., Kumar, V., Baido, F., Mauro, J. C., Pickrell, G., Evans, I., & Bretcanu, O. (2019). Mechanical properties of bioactive glasses, ceramics, glass-ceramics and composites: State-of-the-art review and future challenges. *Materials Science and Engineering: C*, 104, 109895. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2019.109895>
- Kenfaui, D., Locatelli, M.-L., & Laudebat, L. (2019). Ceramic substrates for high voltage power electronics: Past, present and future. *IEEE International Workshop on Integrated Power Packaging (IWIPP)*. <https://doi.org/10.1109/IWIPP.2019.8799084>
- Khorashadizade, F., Abazari, S., Rajabi, M., Bakhsheshi-Rad, H. R., Ismail, A. F., Sharif, S., Ramakrishna, S., & Berto, F. (2021). Overview of magnesium-ceramic composites: Mechanical, corrosion and biological properties. *Journal of Materials Research and Technology*, 15, 6034-6066. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.10.141>
- Kozerozhets, I. V., Panasyuk, G. P., Azarova, L. A., Belan, V. N., Semenov, E. A., Voroshilov, I. L., & Danchevskaya, M. N. (2021). Acquisition, Properties, and Application of Nanosized Magnesium Oxide Powders: An Overview. *Theoretical Foundations of Chemical Engineering*, 55(6), 1126-1132. <https://doi.org/10.1134/S004057952106004X>
- Kumar, A., Dutta, S., Kim, S., Kwon, T., Patil, S. S., Kumari, N., Jeevanandham, S., & Lee, I. S. (2022). Solid-State Reaction Synthesis of Nanoscale Materials: Strategies and Applications. *Chemical Reviews*, 122(15), 12748-12863. <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.1c00637>
- Kumari, P., Lal, M., Kumar, S., Rai, R., Singh, A., Karpinsky, D. V., & Bdikin, I. (2019). Comprehensive investigation of structural, dielectric and local piezoelectric properties of

- KNN ceramics. *Journal of Advanced Dielectrics*, 09(02), 1950016.
<https://doi.org/10.1142/S2010135X19500164>
- Kumatani, N., Suda, A., Morikawa, A., Hatanaka, M., & Iwasaki, M. (2023). Synthesis of a nanosized homogeneous Al₂O₃–CeO₂–ZrO₂ composite as an oxygen-storage material for highly improved thermal durability. *Ceramics International*, 49(11, Part B), 19265-19272. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.03.053>
- Lakhdar, Y., Tuck, C., Binner, J., Terry, A., & Goodridge, R. (2021a). Additive manufacturing of advanced ceramic materials. *Progress in Materials Science*, 116, 100736.
<https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2020.100736>
- Landeros-Velázquez, V. I., Herrera-Pérez, G., Vargas-Bernal, R., & Ramos-Ramírez, E. (2021). Aplicación del refinamiento Rietveld para la identificación de fases del ZnO obtenido por precipitación química. *Pädi Boletín Científico de Ciencias Básicas e Ingenierías del ICBI*, 9, 90-96. <https://doi.org/10.29057/icbi.v9iEspecial2.8051>
- Le, F., Håkan, E., & Wei Xia. (2020). *Glass–Ceramics in Dentistry: A Review*. Glass–Ceramics in Dentistry: A Review. <https://www.mdpi.com/1996-1944/13/5/1049>
- Li, B., Yan, Y., Jin, X., Geng, Y., Wang, S., Cao, M., He, X., Li, N., & Zhuang, Y. (2021a). Microstructure and mechanical and thermal shock properties of hierarchically porous ceramics. *Ceramics International*, 47(17), 24887-24894.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.05.215>
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.05.215>
- Li, H., Yin, Z., Deng, L., Wang, S., Fu, Z., & Ma, Y. (2020a). Effect of SiO₂/Al₂O₃ ratio on the structure and electrical properties of MgO–Al₂O₃–SiO₂ glass-ceramics doped with TiO₂. *Materials Chemistry and Physics*, 256, 123653.
<https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2020.123653>

- Li, H., Yin, Z., Deng, L., Wang, S., Fu, Z., & Ma, Y. (2020b). Effect of SiO₂/Al₂O₃ ratio on the structure and electrical properties of MgO–Al₂O₃–SiO₂ glass-ceramics doped with TiO₂. *Materials Chemistry and Physics*, 256, 123653.
<https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2020.123653>
- Li, T., Segawa, H., & Ohashi, N. (2020). Exploration of BaO–B₂O₃–Bi₂O₃ glasses as sintering aids for BaTiO₃ ceramics. *Ceramics International*, 46(8, Part A), 10233-10241.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.01.015>
- Liu, H., Su, H., Shen, Z., Jiang, H., Zhao, D., Liu, Y., Guo, Y., Li, X., Guo, M., Zhang, J., Liu, L., & Fu, H. (2022). Formation mechanism and roles of oxygen vacancies in melt-grown Al₂O₃/GdAlO₃/ZrO₂ eutectic ceramic by laser 3D printing. *Journal of Advanced Ceramics*, 11(11), 1751-1763. <https://doi.org/10.1007/s40145-022-0645-8>
- Liu, Y., Ren, B., Huang, X., Jiang, H., Dong, C., Xiong, C., Wang, T., Wang, N., & Hao, H. (2024). Effect of nucleating agents on structure and crystallization behavior of high-aluminum glass-ceramics system. *Journal of the European Ceramic Society*, 44(14), 116692. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2024.116692>
- Martinelli, J. R., & Sene, F. F. (2000). Electrical resistivity of ceramic–metal composite materials: Application in crucibles for induction furnaces. *Ceramics International*, 26(3), 325-335. [https://doi.org/10.1016/S0272-8842\(99\)00059-0](https://doi.org/10.1016/S0272-8842(99)00059-0)
- Matsunaga, K., Yoshiya, M., Shibata, N., Ohta, H., & Mizoguchi, T. (2022). Ceramic science of crystal defect cores. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 130(8), 648-667.
<https://doi.org/10.2109/jcersj2.22080>
- Mehta, N. S., Sahu, P. K., Ershad, M., Saxena, V., Pyare, R., & Majhi, M. R. (2018). Effect of ZrO₂ on the sintering behavior, strength and high-frequency dielectric properties of electrical ceramic porcelain insulator. *Materials Research Express*, 5(1), 015202.
<https://doi.org/10.1088/2053-1591/aaa5b9>

- Meng, X., Yu, H., Wang, L., Wu, X., & Amin, B. U. (2021). Recent Progress on Fabrication and Performance of Polymer Composites with Highly Thermal Conductivity. *Macromolecular Materials and Engineering*, 306(11), 2100434. <https://doi.org/10.1002/mame.202100434>
- Miao, G., Li, N., Li, P., Hao, J., Li, W., Du, J., Han, W., Li, G., Wang, C., & Fu, P. (2022). Analysis of complex impedance and electrical conductivity of $\text{YCr}_{0.5}\text{Mn}_{0.5}\text{O}_{3-\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}}$ negative temperature coefficient ceramics. *Ceramics International*, 48(17), 24965-24978. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.05.150>
- Ming, W., Jia, H., Zhang, H., Zhang, Z., Liu, K., Du, J., Shen, F., & Zhang, G. (2020a). A comprehensive review of electric discharge machining of advanced ceramics. *Ceramics International*, 46(14), 21813-21838. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.05.207>
- Ngashangua, S., Vasanthavel, S., Ponnillavan, V., & Kannan, S. (2015). Efecto de las adiciones de MgO sobre la estabilidad de fase y la capacidad de degradación en sistemas compuestos $\text{ZrO}_2-\text{Al}_2\text{O}_3$. *Ceramics International*, 41(3, Part A), 3814-3821. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.11.057>
- Öijerholm, J., Pan, J., & Jönsson, B. (2004). Influence of Grain-Size on Ionic Conductivity of Pure and Dense $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ in the Temperature Range 400—1000°C. *Materials Science Forum*, 461-464, 865-874. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.461-464.865>
- Pan, J., Geng, J., Guo, Q., Zou, L., Chi, B., & Pu, J. (2024). Insight into insulation degradation mechanism of Al_2O_3 involved with positive and negative defects. *Ceramics International*, 50(23, Part A), 49003-49010. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.09.241>
- Pandey, S., Kumar, D., Parkash, O., Pandey, L., Pandey, S., Kumar, D., Parkash, O., & Pandey, L. (2019). Impedance Spectroscopy: A Powerful Technique for Study of Electronic Ceramics. En *Ceramic Materials—Synthesis, Characterization, Applications and Recycling* (1ra ed.). IntechOpen. <https://doi.org/10.5772/intechopen.81398>

- Pasiut, K., & Partyka, J. (2023a). Thermal properties of glass-ceramic glazes with zirconium oxide added to multicomponent system $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CaO-MgO-Na}_2\text{O}$. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 148(5), 1867-1874. <https://doi.org/10.1007/s10973-022-11869-5>
- Pasiut, K., & Partyka, J. (2023b). Thermal properties of glass-ceramic glazes with zirconium oxide added to multicomponent system $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CaO-MgO-Na}_2\text{O}$. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 148(5), 1867-1874. <https://doi.org/10.1007/s10973-022-11869-5>
- Patzig, C., Höche, T., Dittmer, M., & Rüsel, C. (2012). Temporal Evolution of Crystallization in $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-ZrO}_2$ Glass Ceramics. *Crystal Growth & Design*, 12(4), 2059-2067. <https://doi.org/10.1021/cg3000334>
- Pei, X., Xiaolan, W., Weilong, W., & Jianfeng, L. (2019). Two New Chloride Eutectic Mixtures and Their Thermo-Physical Properties for High Temperature Thermal Energy Storage | Energy Proceedings. 2019, *International Conference on Applied Energy*, 4, 5. <https://doi.org/https://doi.org/10.46855/energy-proceedings-4058>
- Peng, Z., Yuan, L., Luo, X., Yu, J., Tian, C., & Liu, Z. (2022). Mechanical properties and thermal shock resistance performance of spark plasma sintered $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ ceramics. *Ceramics International*, 48(19, Part A), 28548-28556. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.06.168>
- Petrack-Casagrande, S., & Castillo-Blanco, R. (2005). Método de Rietveld para el estudio de estructuras cristalinas. *Revista en Ciencias Básicas y Aplicadas de la Facultad de Ciencias - UNI (REVCIUNI)*, 9(1). <https://doi.org/10.21754/revciuni.v9i1.2391>
- Prasad, A., & Basu, A. (2013). Dielectric and impedance properties of sintered magnesium aluminum silicate glass-ceramic. *Journal of Advanced Ceramics*, 2(1), 71-78. <https://doi.org/10.1007/s40145-013-0045-1>

- Ramachandran, K., Boopalan, V., Bear, J. C., & Subramani, R. (2022). Multi-walled carbon nanotubes (MWCNTs)-reinforced ceramic nanocomposites for aerospace applications: A review. *Journal of Materials Science*, 57(6), 3923-3953. <https://doi.org/10.1007/s10853-021-06760-x>
- Redonnet, J., Simsek-Franci, G., & Colomban, P. (2025). Non-Invasive Rayleigh, Raman, and Chromium-Fluorescence Study of Phase Transitions: β -Alumina into γ -Alumina 'Single' Crystal and Then to α -Alumina. *Materials*, 18(20). <https://doi.org/10.3390/ma18204682>
- Renusch, D., Grimsditch, M., Jorgensen, J. D., & Hodges, J. P. (2001). Pressure Dependence of Cr^{3+} Fluorescence in θ -Alumina. *Oxidation of Metals*, 56(3), 299-311. <https://doi.org/10.1023/A:1010328929310>
- Rodrigues, C. M. C., Saraiva, J. G., Rodrigues, A. L., Alves, L. C., Gonçalves, A. P., Guerreiro, D. R., & Peralta, L. (2026). Luminescence properties of flux-grown α - Al_2O_3 single crystals. *Radiation Measurements*, 193, 107649. <https://doi.org/10.1016/j.radmeas.2026.107649>
- Rose, M. A., Gardner, L. D., Lichtenstein, T. T., Thomas, S. A., & Wu, E. (2023). *Property Measurements of NaCl- UCl_3 and NaCl-KCl/ UCl_3 Molten Salts* (Investigación ANL/CFCT-22/45 Rev. 1; p. 25). Chemical and Fuel Cycle Technologies Division, Argonne National Laboratory. <https://publications.anl.gov/anlpubs/2023/06/182815.pdf>
- Roy, P. K., Merchant, S. M., & Kaushal, S. (2001). A review: Thermal processing in fast ramp furnaces. *Journal of Electronic Materials*, 30(12), 1578-1583. <https://doi.org/10.1007/s11664-001-0176-y>
- Sarker, S., Mumu, H. T., Al-Amin, M., Alam, Z., & Gafur, M. (2022). Impacts of inclusion of additives on physical, microstructural, and mechanical properties of Alumina and Zirconia toughened alumina (ZTA) ceramic composite: A review. *Materials Today: Proceedings*, 62. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.02.481>

- Schultz, H., Bauer, G., Schachl, E., Hagedorn, F., & Schmittinger, P. (2000). Potassium Compounds. En *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. John Wiley & Sons, Ltd. https://doi.org/10.1002/14356007.a22_039
- Selvi, K. T., Mangai, K. A., Priya, M., & Sagadevan, S. (2020). Investigation of the dielectric and impedance properties of ZnO/MgO nanocomposite. *Physica B: Condensed Matter*, 594, 412355. <https://doi.org/10.1016/j.physb.2020.412355>
- Shakir, R. A., & Géber, R. (2023). Structure and properties of ZrO₂-Al₂O₃-MgO porous ceramic for biomedical applications. *Results in Engineering*, 18, 101104. <https://doi.org/10.1016/j.rineng.2023.101104>
- Shang, Y., Wang, M., Li, E., Zhong, C., & Qin, T. (2023). Enhancing thermal and dielectric properties of MgO-Al₂O₃-SiO₂-B₂O₃ glass-ceramics through CuO doping. *Ceramics International*, 49(19), 32078-32085. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.07.175>
- She, W., Xu, W., Yang, T., Cao, S., Wang, J., & Han, J. (2023). Microstructure and crystallization behavior of Na₂O-Al₂O₃-SiO₂ glass-ceramics with MgO additions. *Ceramics International*, 49(14, Part A), 22644-22653. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.05.012>
- Shekhawat, D., Singh, A., Banerjee, M. K., Singh, T., & Patnaik, A. (2021). Bioceramic composites for orthopaedic applications: A comprehensive review of mechanical, biological, and microstructural properties. *Ceramics International*, 47(3), 3013-3030. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.09.214>
- Siddiqui, M., Mohamed, J. J., & Ahmad, Z. A. (2020). Structural, piezoelectric, and dielectric properties of PZT-based ceramics without excess lead oxide. *Journal of the Australian Ceramic Society*, 56(2), 371-377. <https://doi.org/10.1007/s41779-019-00337-3>

- Stark, S. (2022). On the size dependence of the dielectric breakdown strength of solid insulators at room temperature. *Journal of the European Ceramic Society*, 42(2), 462-471.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2021.10.023>
- Thirupathi, R., Kumari, V., Chakrabarty, S., & Omar, S. (2023). Recent progress and prospects of NASICON framework electrodes for Na-ion batteries. *Progress in Materials Science*, 137, 101128. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2023.101128>
- Tulyaganov, D. U., Dimitriadis, K., Agathopoulos, S., & Fernandes, H. R. (2023). Glasses and glass-ceramics in the CaO–MgO–SiO₂ system: Diopside containing compositions - A brief review. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 612, 122351.
<https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2023.122351>
- Wang, X., Li, B., Gerada, D., Huang, K., Stone, I., Worrall, S., & Yan, Y. (2022). A critical review on thermal management technologies for motors in electric cars. *Applied Thermal Engineering*, 201, 117758. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2021.117758>
- Webber, K. G., Clemens, O., Buscaglia, V., Malič, B., Bordia, R. K., Fey, T., & Eckstein, U. (2024). Review of the opportunities and limitations for powder-based high-throughput solid-state processing of advanced functional ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, 44(15), 116780. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2024.116780>
- West, A. R. (2014). *Solid State Chemistry and its Applications* (2.^a ed.). John Wiley & Sons.
<https://www.wiley.com/en-us/Solid+State+Chemistry+and+its+Applications%2C+2nd+Edition%2C+Student+Edition-p-9781119942948>
- Wu, D., San, J., Niu, F., Zhao, D., Huang, Y., & Ma, G. (2020). Directed laser deposition of Al₂O₃–ZrO₂ melt-grown composite ceramics with multiple composition ratios. *Journal of Materials Science*, 55. <https://doi.org/10.1007/s10853-020-04524-7>

- Xie, P., Wei, X., Wang, W., Lu, J., & Ding, J. (2019). Two New Chloride Eutectic Mixtures and Their Thermo-Physical Properties for High Temperature Thermal Energy Storage. *Energy Proceedings*, (1155). <https://www.energy-proceedings.org/two-new-chloride-eutectic-mixtures-and-their-thermo-physical-properties-for-high-temperature-thermal-energy-storage/>
- Xie, X., Zhang, B., Kimura, H., Ni, C., Yu, R., & Du, W. (2023). Evolución de la morfología de los MOF bimetálicos Ni/Zn y Ni₃ZnC_{0.7}/Ni/ZnO derivados utilizados para desestabilizar MgH₂. *Chemical Engineering Journal*, 464, 142630. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2023.142630>
- Yang, C., Wen, J., Chen, X., Da, X., Qiu, M., Verweij, H., & Fan, Y. (2020). Modified hydrothermal treatment route for high-yield preparation of nanosized ZrO₂. *Ceramics International*, 46(12), 19807-19814. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.05.022>
- Yang, R., Yang, Y., Wang, Y., Chang, Q., & Zhou, J. (2023). Vidrio cerámico del sistema MgO-Al₂O₃-SiO₂-ZrO₂ como coadyuvante de sinterización para fabricar membranas cerámicas de Al₂O₃ con alta resistencia a la corrosión ácida. *Separation and Purification Technology*, 323, 124231. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2023.124231>
- Yang, Z., Chen, N., & Qin, X. (2018). Fabrication of Porous Al₂O₃ Ceramics with Submicron-Sized Pores Using a Water-Based Gelcasting Method. *Materials*, 11, 1784. <https://doi.org/10.3390/ma11091784>
- Yao, F.-Z., Yuan, Q., Wang, Q., & Wang, H. (2020). Multiscale structural engineering of dielectric ceramics for energy storage applications: From bulk to thin films. *Nanoscale*, 12(33), 17165-17184. <https://doi.org/10.1039/D0NR04479B>
- Zhan, L., Jia, H., Jiang, C., Lin, T., Li, H., Wang, M., & Xiong, D. (2024). Preparation and characterization of MgO-Al₂O₃-SiO₂ glass-ceramics with different MgO/Al₂O₃ ratio and

- La2O3 addition. *Materials Today Communications*, 38, 107818.
<https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2023.107818>
- Zhang, R.-Z., & Reece, M. J. (2019). Review of high entropy ceramics: Design, synthesis, structure and properties. *Journal of Materials Chemistry A*, 7(39), 22148-22162.
<https://doi.org/10.1039/C9TA05698J>
- Zhang, Y., Li, H., Liu, S., Wu, N., & OuYang, S. (2021). Raman spectroscopic study of irregular network in the process of glass conversion to CaO-MgO-Al₂O₃-SiO₂ glass-ceramics. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 563, 120701.
<https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2021.120701>
- Zhao, Y., Li, K., Geng, H., Sun, X., Hu, W., Shi, G., Du, Z., & Sun, Y. (2025). Influence of MgO–SiO₂–CeO₂ sintering additives on the sintering behavior and grain boundary structure of Al₂O₃ ceramics. *Ceramics International*. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2025.09.182>
- Zhu, Q., Yang, J., Ding, R., Nan, T., Tang, S., Liu, J., & Tang, C. (2024). Physico-Chemical Properties of Molten NaCl–KCl–Na₂S System for Sulfide Electrolytic Desulfurization. *Metallurgical and Materials Transactions B*. <https://doi.org/10.1007/s11663-024-03305-w>
- Zuniga, J. P., Abdou, M., Gupta, S. K., Mao, Y., Zuniga, J. P., & Abdou, M. (2018). Molten-Salt Synthesis of Complex Metal Oxide Nanoparticles. *Journal of Visualized Experiments (JoVE)*, (140), e58482. <https://doi.org/10.3791/58482>

ANEXOS

A continuación, se muestra la Tabla A1 de los reactivos propuestos para la elaboración de la cerámica:

Tabla A1 Reactivos propuestos para la elaboración de la cerámica.

Reactivo	Temperatura de fusión °C	Característica física	Fase cristalina	Temperatura de obtención	Toxicidad	Abundancia	Solubilidad	Precio (USD/kg)	Función en cerámicos	Bibliografía
Óxido de Aluminio (Al₂O₃)	2,072	Polvo blanco	Alfa (α-Al ₂ O ₃) Gamma (γ-Al ₂ O ₃) Delta (δ-Al ₂ O ₃) Theta (θ-Al ₂ O ₃)	> 1200°C 300°C - 600°C 600°C - 1000°C 900°C - 1100°C	Baja	3	Insoluble	\$0.50 - \$1.50	Aplicaciones de alto rendimiento, conductividad térmica, dureza, resistencia al desgaste y estabilidad química.	(A. M. Abyzov, 2019a)
Óxido de Silicio (SiO₂)	1,710	Cristalino o amorfo	Trigonal (α), Hexagonal (β), Hexagonal (Tridimita), Tetragonal (α)	<573 °C 573 °C - 870 °C 870 °C - 1470 °C 1470 °C - 1713 °C	Baja	2	Insoluble	\$0.10 - \$0.50	Durabilidad, material resistente a la abrasión, bajo coeficiente de expansión térmica, tolerancia a altas temperaturas.	(De La Cruz, 2019; 2006)
Óxido de Zirconio (ZrO₂)	2,715	Polvo blanco	Monoclínico, Tetragonal, Cúbico.	1170 °C, 1170 °C - 2370 °C 2370 °C - 2710 °C	Nula	18	Insoluble	\$150 - \$300	Dureza, tenacidad, refractario, resistencia y buen aislamiento	(Al-Naib, 2023b)
Óxido de Magnesio (MgO)	2800	Polvo blanco	Cubica	500°C-800°C	Baja	6	Insoluble	1.50 - 5.00	Propiedades térmica, ópticas, aislante, estabilidad química y baja emisividad.	(Hadian et al., 2022; Khorashadizade et al., 2021; Kozerozhets et al., 2021)

Propiedades de cada uno de los precursores seleccionados para la cerámica::

Tabla A2. Propiedades de precursores seleccionados (A. M. Abyzov, 2019b).

Propiedad	Al_2O_3	SiO_2	ZrO_2	MgO
Densidad (g/cm^3)	3.95–4.1	2.2–2.7	5.4–6.1	3.58
Punto de fusión ($^{\circ}\text{C}$)	2040–2060	1710	2700–2750	2800
Resistencia a la flexión (MPa)	282	310	430-720*3	441
Tenacidad a la fractura (K_{IC}) ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	03-5.5	0.62-0.67	3-10	2-3.2
Dureza Mohs	9	7	6-7	5.6
Coefficiente de expansión térmica lineal ($10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)	7.0 – 8.5	0.5 – 1.0	10 – 11	12 – 13
Conductividad térmica (W/mK)	36-39	1.4	1-2	50-75
Resistividad eléctrica ($\Omega\cdot\text{cm}$)	10^{12} - 10^{18}	10^{12} - 10^{16}	10^7 - 10^{12}	10^{14} - 10^{15}

A continuación, se muestra la Tabla 3 de las sales propuestas para el uso de la técnica de sales fundidas:

Tabla A3 Sales fundentes propuestas para la metodología.

Reactivo	Temperatura de Fusión °C	Característica física	Fase cristalina	Temperatura de obtención	Toxicidad	Abundancia	Solubilidad en agua	Precio (USD/kg)	Función en cerámicos	Bibliografía
Cloruro de sodio (NaCl)	801	Sólido blanco, cristalino	Cubica	Condiciones ambientales	Baja	7	Soluble	0,1 - 0,2	Usado como fundente en cerámicos para reducir la temperatura de fusión.	(Götzfried & Beraud, 2023; Pei et al., 2019; Rose et al., 2023; Zhu et al., 2024)
Cloruro de potasio (KCl)	770	Sólido blanco, cristalino	Cubica	Condiciones ambientales	Baja	8	Soluble	0,3 - 0,5	Usado como fundente en cerámicos para reducir la temperatura de fusión.	(da Costa Evangelista et al., 2016; Zhu et al., 2024)

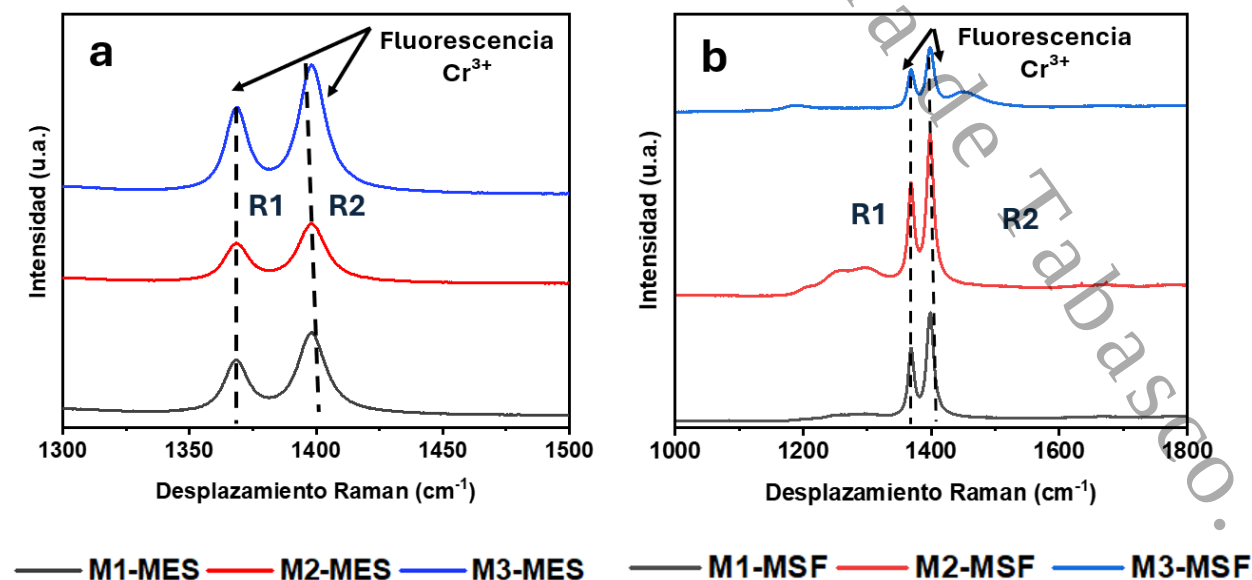
Espectroscopía Raman

Los espectros obtenidos en la región de $1300\text{--}1500\text{ cm}^{-1}$ no corresponden a modos vibracionales Raman fundamentales de las fases presentes (Al_2O_3 , ZrO_2 y MgAl_2O_4), ya que estos se localizan típicamente por debajo de los 1000 cm^{-1} . En su lugar, los dos picos definidos observados alrededor de 1370 y 1400 cm^{-1} se atribuyen a las líneas R1 y R2 asociadas a la fluorescencia de iones Cr^{3+} presentes como impurezas en la red de corindón ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$).

Se ha reportado que la alúmina, particularmente de origen comercial, puede contener trazas de Cr^{3+} como impurezas naturales, las cuales son suficientes para generar señales de luminiscencia detectables, incluso en ausencia de dopaje intencional (Jankowiak et al., 2000). Adicionalmente, la alúmina presenta una baja sección eficaz Raman, lo que contribuye a la debilidad intrínseca de sus modos vibracionales. Este efecto se ve acentuado por la presencia de SiO_2 , que puede formar fases amorfas, así como por la microestructura del material, lo que genera una contribución adicional al fondo del espectro. En conjunto, estos factores explican la ausencia aparente de señales Raman en la región de bajos números de onda, a pesar de la cristalinidad confirmada por DRX.

Figura A1

Espectros Raman de las muestras sintetizadas a 1200 °C mediante los métodos MES (a) y MSF (b). Los picos observados en ~ 1370 y $\sim 1400\text{ cm}^{-1}$



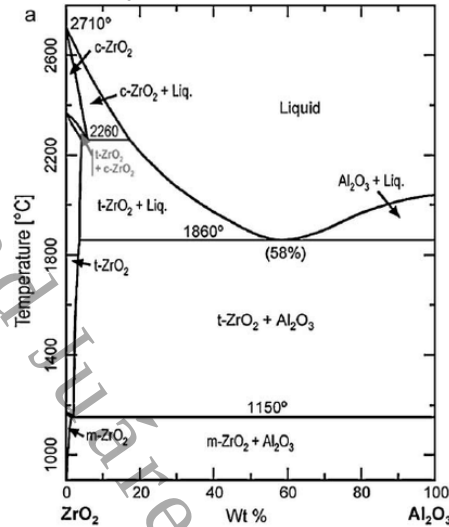
Este comportamiento concuerda con lo reportado en la literatura por Jankowiak et al., 2000; y Rodrigues et al., 2026 que demostraron que trazas de Cr^{3+} en alúmina policristalina generan luminiscencia tipo rubí, cuya intensidad depende del entorno cristalino y la densificación. Por su parte, (Redonnet et al., 2025) señalan que la alúmina presenta una baja sección eficaz Raman, favoreciendo que la fluorescencia domine el espectro y enmascare los modos vibracionales. Asimismo, Baronskiy et al., 2022 y Rensch et al., 2001 reportaron que, en sistemas basados en Al_2O_3 , la fluorescencia puede producir espectros Raman prácticamente carentes de características, aun en materiales cristalinos.

En conjunto, los resultados confirman que la respuesta espectroscópica está dominada por procesos de luminiscencia asociados a Cr^{3+} , en concordancia con la cristalinidad identificada por DRX.

A continuación, se muestra las figuras respectivas de los diagramas de fases

Figura A2

Diagrama de fase binario de $ZrO_2-Al_2O_3$.



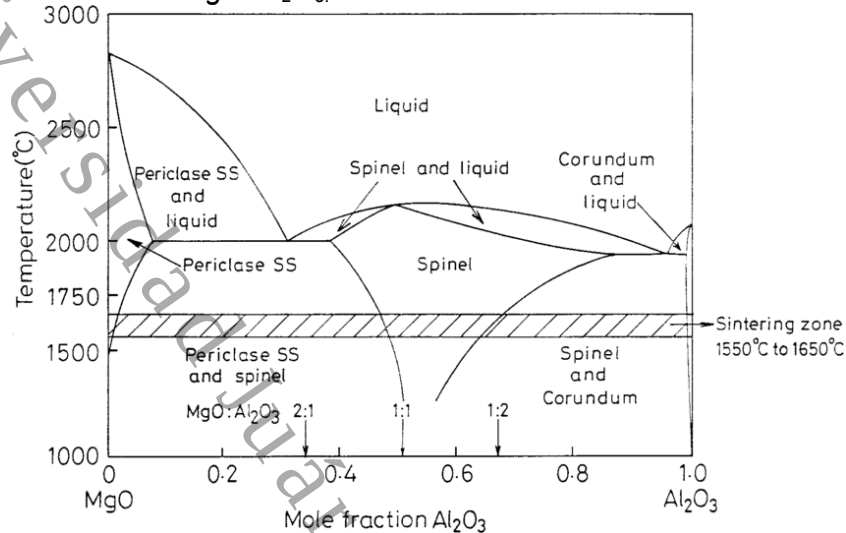
Nota: El diagrama representa las diferentes fases y regiones de estabilidad en función de la composición de ZrO_2 (en porcentaje molar) y la temperatura. Tomado de *Microstructure and properties of Al_2O_3 - ZrO_2 composite coatings prepared by air plasma spraying* (p.6), por Chen, Yi-da; Yang, Yong; Chu, Zhen-hua; Chen, Xue-guang; Wang, Lei; Liu, Zhe; Dong, Yan-chun; Yan, Dian-ran; Zhang, Jian-xin; Kang, Zhi-long, 2017.

En la Figura A1 se pueden observar 3 puntos importantes:

1. $t-ZrO_2 + Al_2O_3$: Ideal para cerámicos con resistencia a la fractura por endurecimiento de transformación (utilizados a temperaturas entre 1150 °C y 1860 °C).
2. $m-ZrO_2 + Al_2O_3$: Estable a bajas temperaturas, útil para cerámicos sin requerimientos de resistencia a impactos.
3. $c-ZrO_2 + Líquido$: Estabilizado con dopantes para aplicaciones que requieren resistencia a alta temperatura y estabilidad dimensional (Wu et al., 2020).

Figura A3

Diagrama de fase binario de $MgO-Al_2O_3$.



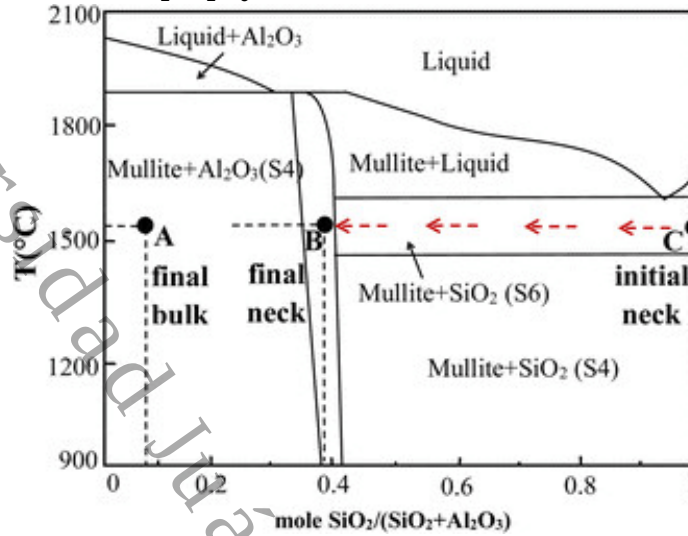
Nota: El diagrama representa el cambio de las fases presentes (periclasa, espinela, corindón y líquido) en función de la temperatura y la composición. Tomado de *Impacts of inclusion of additives on physical, microstructural, and mechanical properties of Alumina and Zirconia toughened alumina (ZTA) ceramic composite: A review* (p. 2892-2918) por Sarker, S., Mumu, H. T., Al-Amin, M., Alam, M. Z., & Gafur, M. A., 2022.

En la Figura A2 se pueden observar 4 puntos importantes:

1. Periclasa y Espinela: Coexisten a bajas fracciones de Al_2O_3 (0.1 a 0.4) y temperaturas de sinterización (1550°C a 1650°C), proporcionando resistencia a la corrosión y buena conductividad térmica.
2. Espinela: Fase central y estable a altas temperaturas, ideal para cerámicos con buena resistencia térmica y al choque térmico.
3. Espinela y Corindón: Coexisten a fracciones más altas de Al_2O_3 (0.6 a 0.8) y cerca de la zona de sinterización, ofreciendo alta resistencia a la abrasión y estabilidad a temperaturas elevadas.
4. Zona de Sinterización (1550°C - 1650°C): Permite densificación sin fusión completa, favoreciendo la resistencia mecánica en la fabricación de cerámicos (Sarker et al., 2022).

Figura A4

Diagrama de fase binario de $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$



Nota: El diagrama muestra cómo cambia la fase en función de la temperatura y la composición molar de SiO_2 en la mezcla con Al_2O_3 . Tomado de *Fabrication of porous Al_2O_3 ceramics with submicron-sized pores using a water-based gelcasting method* (p.1784) por Yang, Z., Chen, N., & Qin, X., (2018).

En la Figura A3 se pueden observar 2 puntos importantes:

1. Mullita + Líquido: En la región de coexistencia de mullita y una pequeña cantidad de líquido (1600-1800 °C, alrededor del 40% molar de SiO_2), se facilita la sinterización y densificación del cerámico. Este líquido ayuda a unir las partículas, y al enfriarse, consolida la estructura.
2. Mullita + SiO_2 : A temperaturas más bajas y en composiciones más ricas en SiO_2 , la mullita coexiste con sílice libre, lo que también aporta estabilidad térmica y resistencia, útil en cerámicos que requieren alta durabilidad (Z. Yang et al., 2018).

Anexo 7

Alojamiento de la Tesis en el Repositorio Institucional	
Título de Tesis:	Sistemas cerámicos MASZr y su comportamiento dieléctrico.
Autora de la Tesis:	Praxis Cortazar Jiménez
ORCID:	https://orcid.org/0009-0007-5050-2032
Resumen de la Tesis:	El presente trabajo tuvo como objetivo sintetizar y evaluar materiales del sistema MASZr ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{--MgO--SiO}_2\text{--ZrO}_2$) como posibles cerámicos dieléctricos/aislantes para condiciones térmicas exigentes. Se compararon dos rutas de síntesis: Método de Estado Sólido (MES) y Método de Sales Fundentes (MSF), empleando tres composiciones con variaciones en ZrO_2 y MgO. Los materiales fueron conformados, sinterizados a $1200\text{ }^\circ\text{C}$ y caracterizados mediante densidad por Arquímedes, DRX, refinamiento Rietveld, SEM/EDS, DSC-TGA y espectroscopia de impedancia. Los resultados mostraron que ambos métodos permitieron obtener materiales densos, con viabilidades cercanas al 90–95 %. La DRX confirmó una matriz predominante de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, acompañada de fases secundarias como MgAl_2O_4 y ZrO_2 monoclinico. El análisis eléctrico evidenció comportamiento NTCR, con disminución de la impedancia al aumentar la temperatura. La composición M3, con mayor contenido de MgO, presentó el mejor desempeño aislante, alcanzando resistividades del orden de $10^9\text{ }\Omega\cdot\text{m}$. En conclusión, el desempeño dieléctrico del sistema MASZr depende de la relación composición–método de síntesis–microestructura, siendo M3 la formulación más prometedora para aplicaciones de aislamiento eléctrico a alta temperatura.
Palabras claves de la Tesis:	Cerámicos, Dieléctrico, Sales fundentes, Resistividad, Aislante.
Referencias citadas:	