

# Índice General

Resumen .....	3
Abstract .....	5
Abreviaturas .....	7
Índice General.....	9
Índice de Figuras.....	13
Capítulo 1.....	19
1. Introducción General .....	19
1.1. Introducción .....	20
1.2. Material en estudio: Características y propiedades generales de la circonia.....	22
1.2.1. Polimorfismo de la circonia.....	23
1.2.2. Transformación de fases en la circonia.....	25
1.2.3. Retención de fases de alta simetría .....	27
1.2.3.1. Retención de fases de alta simetría por tamaño de grano .....	27
1.2.3.2. Retención de fases de alta simetría por dopado.....	28
1.2.4. Mejora de la tenacidad por retención de la fase tetragonal .....	29
1.3. Películas delgadas en base circonia .....	30
1.3.1. Proceso sol-gel .....	31
1.3.2. Depósito por dip-coating.....	33
1.4. Objetivos generales de la tesis.....	34
1.5. Principales contribuciones de esta tesis .....	35
Capítulo 2.....	37
2. Procedimiento experimental .....	37
2.1. Preparación de los materiales.....	38
2.1.1. Proceso para la obtención de películas delgadas .....	38
2.2. Técnicas de caracterización.....	41
2.2.1. Difracción de Rayos X (XRD) .....	41
2.2.2. Difracción de Rayos X con incidencia rasante (GIXRD) .....	44
2.2.3. Difracción de Rayos X a alta temperatura (HT-XRD) .....	46
2.2.4. Refinamiento Rietveld.....	46
2.2.5. Microscopía electrónica de Barrido (SEM) y Espectroscopia dispersiva en Energía (EDS)	48
2.2.6. Microscopía electrónica de Transmisión (TEM).....	49
2.2.7. Espectroscopia Raman (RS).....	50
2.2.8. Microscopia de Fuerza Atómica (AFM) .....	53

2.2.9.	Mediciones de resistividad eléctrica ( $\rho$ ).....	54
2.2.10.	Mediciones de dureza y adherencia .....	55
Parte I	Películas delgadas de $ZrO_2$ .....	59
Capítulo 3.....		61
3.	Síntesis y caracterización de películas delgadas de $ZrO_2$ obtenidas mediante el Método Sol-Gel.....	61
3.1	Introducción .....	62
3.2	Metodología experimental.....	63
3.2.1	Preparación de soles .....	63
3.2.2	Obtención de polvos .....	64
3.2.3	Preparación de Películas delgadas .....	64
3.2.4	Técnicas de caracterización.....	65
3.3	Caracterización de polvos y películas obtenidas mediante la síntesis S1 .....	66
3.3.1	Propiedades cristalográficas de los polvos S1.....	66
3.3.2	Caracterización de películas delgadas S1.....	69
3.4	Caracterización de polvos y películas obtenidas mediante la síntesis S2 .....	72
3.4.1	Propiedades cristalográficas de los polvos S2.....	72
3.4.2	Caracterización de películas delgadas S2.....	77
3.5	Comparación de rutas de síntesis S1 y S2 .....	80
3.6	Conclusiones del capítulo.....	81
Capítulo 4.....		83
4.	Estudio del proceso de cristalización de películas delgadas de $ZrO_2$ .....	83
4.1.	Introducción .....	84
4.2.	Metodología experimental.....	84
4.2.1	Preparación de las películas delgadas.....	84
4.2.2	Caracterización de las películas delgadas .....	85
4.3.	Resultados .....	87
4.3.1	Estudio <i>in-situ</i> del proceso de cristalización .....	87
4.3.1.1	Calentamiento.....	88
4.3.1.2	Temperatura máxima.....	91
4.3.1.3	Enfriamiento.....	92
4.3.2	Efecto de la temperatura máxima del tratamiento térmico.....	95
4.3.2.1	Efecto sobre la microestructura de las películas delgadas .....	95
4.3.2.2	Efecto sobre la morfología y rugosidad de las películas delgadas .....	98
4.4.	Conclusiones del capítulo.....	101
Capítulo 5.....		103

5.	Estudio de películas de ZrO <sub>2</sub> depositadas en sustratos de Zircaloy-4 .....	103
5.1	Introducción .....	104
5.2	Metodología experimental.....	105
5.2.1	Preparación de muestras .....	105
5.2.2	Caracterización mediante SEM .....	106
5.2.3	Caracterización a través de GIXRD .....	107
5.2.4	Mediciones de propiedades mecánicas .....	107
5.2.5	Mediciones de conductividad .....	108
5.3	Estudio del espesor de las películas depositadas en Zircaloy-4.....	109
5.4	Estudio de las propiedades cristalográficas de los óxidos formados en Zry-4.....	111
5.4.1.	Calculo del espesor a partir de GIXRD.....	119
5.5	Estudio de propiedades mecánicas de óxidos formados en Zircaloy-4 .....	121
5.5.1	Mediciones de dureza Vickers.....	121
5.5.2	Adherencia de los óxidos formados .....	125
5.6	Estudio de propiedades eléctricas .....	127
5.7	Conclusiones del capítulo.....	128
	Parte II Películas delgadas de YSZ.....	131
	Capítulo 6.....	133
6.	Síntesis y caracterización de películas delgadas de YSZ.....	133
6.1	Introducción .....	134
6.2	Metodología experimental.....	136
6.2.1.	Preparación de películas de 8YSZ.....	136
6.2.2.	Caracterización.....	137
6.3	Caracterización <i>ex-situ</i> de películas delgadas de 8YSZ.....	139
6.4	Caracterización <i>in-situ</i> de películas delgadas de 8YSZ .....	142
6.4.1.	Estudio del proceso de cristalización durante el tratamiento térmico de la película delgada.....	142
6.4.2.	Propiedades cristalográficas de la película cristalizada .....	149
6.4.3.	Conductividad de película cristalizada .....	149
6.5	Conclusiones del capítulo.....	151
	Capítulo 7.....	153
7.	Conclusiones generales y perspectivas futuras .....	153
7.1	Conclusiones generales.....	155
7.2	Perspectivas futuras.....	157
	Apéndice A.....	159

A. Comportamiento a la corrosión de placas de Zircaloy-4 con espesor de óxido controlado mediante recubrimiento por dip-coating y tratamientos térmicos .....	159
A.1 Objetivo .....	160
A.2 Muestras estudiadas .....	160
A.3 Ensayo realizado.....	161
A.4 Resultados y discusión .....	161
A.5 Conclusiones.....	164
Referencias .....	167
Publicaciones realizadas en el marco de esta tesis .....	182
Agradecimientos.....	185