

# Tabla de Contenido

<b>1. Introducción</b>	<b>1</b>
1.1. Antecedentes Generales . . . . .	1
1.2. Motivación . . . . .	3
1.3. Objetivo general . . . . .	3
1.4. Objetivos específicos . . . . .	3
1.5. Alcances . . . . .	3
<b>2. Metodología</b>	<b>4</b>
<b>3. Antecedentes Específicos</b>	<b>6</b>
3.1. Celdas de óxido sólido . . . . .	6
3.1.1. Celdas de combustible de óxido sólido . . . . .	7
3.1.2. Celdas electrolizadoras de óxido sólido: . . . . .	8
3.2. Electrodo de oxígeno . . . . .	8
3.2.1. Materiales actualmente utilizados . . . . .	9
3.3. Niquelato de lantano . . . . .	11
3.4. Síntesis sonoquímica . . . . .	15
3.5. Consolidación de polvos y densificación . . . . .	17
3.6. Análisis y ensayos para caracterización . . . . .	17
3.6.1. Estructura cristalina y composición de fases . . . . .	18
3.6.2. Termogravimetría y análisis térmico diferencial . . . . .	19
3.6.3. Tamaño de partículas y superficie . . . . .	19
3.6.4. Análisis BET . . . . .	20
3.6.5. Módulo elástico . . . . .	21
3.6.6. Indentación . . . . .	22
3.6.7. Conductividad eléctrica en 4 puntos . . . . .	24
<b>4. Resultados</b>	<b>26</b>
4.1. Síntesis . . . . .	26
4.1.1. Parámetros de síntesis . . . . .	26
4.1.2. Análisis térmico . . . . .	28
4.2. Caracterización estructural . . . . .	29
4.2.1. Difracción de polvos . . . . .	29
4.2.2. Tamaño de partículas . . . . .	32
4.3. Fabricación de muestras . . . . .	33
4.3.1. Densificación . . . . .	33

4.3.2. Difracción de muestras . . . . .	33
4.3.3. Análisis de superficie . . . . .	35
4.3.4. Tamaño de granos . . . . .	37
4.4. Caracterización mecánica . . . . .	39
4.4.1. Módulo elástico . . . . .	39
4.4.2. Indentación . . . . .	40
4.5. Caracterización eléctrica . . . . .	42
<b>5. Conclusiones</b>	<b>44</b>
<b>Bibliografía</b>	<b>46</b>

# Índice de Tablas

4.1. Masa molecular y composición de los reactivos químicos a utilizar. . . . .	26
4.2. Parámetros obtenidos mediante refinamiento Rietveld para nanopulvos y muestra sinterizada. . . . .	35
4.3. Frecuencias naturales y módulos elásticos obtenidos mediante test de impulso.	40
4.4. Microdureza y tenacidad a la fractura calculadas para un disco sinterizado a 1.400 [°C] por 5 horas. . . . .	41

# Índice de Ilustraciones

2.1. Metodología trabajo de título. . . . .	4
3.1. Disposición básica de una celda unitaria de componentes planos. . . . .	7
3.2. Esquema de una celda de óxido sólido en modo generación. . . . .	7
3.3. Esquema de una celda en modo electrólisis o almacenamiento. . . . .	8
3.4. Estructura cristalina tipo $ABO_3$ perovskita. . . . .	9
3.5. Estructura cristalina tipo Ruddlesden-Popper. . . . .	11
3.6. Patrones de difracción de rayos X de polvos calcinados y muestras sinterizadas preparadas por vía: (a) hidrotermal PVP-asistida y (b) spray pirólisis, a diferentes temperaturas. . . . .	12
3.7. Módulo elástico y fricción interna de una muestra densa de LNO en función de la temperatura. . . . .	13
3.8. Variación del coeficiente de expansión térmica del LNO según la temperatura. . . . .	13
3.9. Tamaño de grano (a) y densidad relativa (b) en función de la temperatura de sinterizado, dureza Vickers (c) y tenacidad a la fractura (d) en función del tamaño de grano de muestras de LNO. . . . .	14
3.10. Conductividad eléctrica del LNO en función de la temperatura y para diferentes temperaturas de sinterizado. . . . .	15
3.11. Diagrama del proceso de síntesis asistida con ultrasonido de baja frecuencia. . . . .	16
3.12. Difracción de un haz de rayos X sobre los planos de un cristal. . . . .	18
3.13. Imágenes generadas con microscopios electrónicos de: (a) transmisión de unos polvos de $CeO_2$ y (b) barrido de polvos de LNO. . . . .	20
3.14. Esquema de la preparación experimental para pruebas de impulso en un disco. . . . .	21
3.15. Primeros dos modos normales de vibración de un disco. . . . .	21
3.16. Marca de indentación Vickers en la superficie de un disco de LNO sinterizado. . . . .	23
3.17. Formación de grietas mediante indentación Vickers. . . . .	23
3.18. Muestra de forma arbitraria con 4 pequeños contactos ubicados en lugares arbitrarios a lo largo del perímetro. . . . .	24
4.1. Agitador magnético en operación de mezclado de reactivos. . . . .	27
4.2. Montaje para el filtrado y lavado de la mezcla. . . . .	27
4.3. Análisis termogravimétrico para una muestra de material seco. . . . .	28
4.4. Patrón de difracción para cada una de las combinaciones de temperatura - tiempo de calcinación. . . . .	29
4.5. Patrón de difracción para polvos calcinados a $900 [^{\circ}C]$ por 5 horas sintetizados con diferentes cantidades de NaOH. . . . .	30

4.6. Refinamiento con método de Rietveld obtenido mediante <i>Topas</i> para los nanopulvos calcinados a 900 [°C/5h]. . . . .	31
4.7. Imágenes generadas con microscopio electrónico de transmisión para polvos calcinados a 800 [°C] por 2 horas. . . . .	32
4.8. Imágenes generadas con microscopio electrónico de transmisión para polvos calcinados a 900 [°C] por 5 horas. . . . .	33
4.9. Difractograma de discos sinterizados a diferentes temperaturas.	34
4.10. Refinamiento con método de Rietveld obtenido mediante <i>Topas</i> para una muestra sinterizada a 1.400 [°C/5h]. . . . .	35
4.11. Imágenes generadas con microscopio electrónico de barrido para discos sinterizados a 1.400 [°C] por 5 horas sin tratamiento térmico. . . . .	36
4.12. Imágenes generadas con microscopio electrónico de barrido para discos sinterizados a 1.400 [°C] por 5 horas con tratamiento térmico. . . . .	37
4.13. Micrografías SEM de microgrietas y líneas de dominios ferroelásticos en los granos de discos sinterizados a 1.400 [°C/5h]. . . . .	38
4.14. Micrografías de superficie obtenidas mediante SEM de los granos de los discos sinterizados a 1.400 [°C/5h]. . . . .	38
4.15. Distribución del tamaño de grano y ajuste log-normal de discos sinterizados a 1.400 [°C/5h]. . . . .	39
4.16. Espectro de frecuencias obtenidas mediante el método de impulso.	40
4.17. Imágenes de indentación generadas con SEM para discos sinterizados a 1.400 [°C] por 5 horas. . . . .	41
4.18. Gráfico de conductividad eléctrica versus temperatura medidas mediante el método de 4 puntos en un disco sinterizado de LNO. . . . .	42
4.19. Fotografía del montaje del disco tomada posterior a la realización de la prueba de conductividad. . . . .	43