

## RESUMEN

Se han sintetizado cinco compuestos ( $\text{La}_{0.4}\text{Sr}_{0.6}\text{FeO}_3$ ,  $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_3$ ,  $\text{Zr}_{0.8}\text{Y}_{0.2}\text{O}_{1.9}$ ,  $\text{Sm}_{0.2}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_{1.9}$  y  $\text{MnCo}_{1.9}\text{Fe}_{0.1}\text{O}_4$ ) mediante la técnica de combustión glicina - nitrato ( $G/N = 1$ ) [1], para su utilización como cátodo, electrolito, barrera, capas de contacto y protectoras, en celdas de combustible de óxido sólido de temperatura intermedia (IT-SOFC). Las muestras se han caracterizado mediante difracción de rayos X (DRX) y microscopía electrónica de barrido (MEB), técnicas que han permitido analizar las estructuras y la morfología de los diferentes compuestos. La difracción de rayos X sobre muestra policristalina ha permitido identificar tanto el sistema cristalino de los compuestos como su grupo espacial. Microestructuralmente todos los materiales presentan un tamaño de grano pequeño y superficies homogéneas y porosas.

## SÍNTESIS

Proceso de combustión glicina - nitrato ( $G/N = 1$ ) para la preparación de las muestras.



Se han disuelto en agua los nitratos (cantidades estequiométricas) en un vaso de precipitados.



Se ha homogenizado la disolución en un agitador magnético y se ha añadido el combustible (glicina) en una relación  $G/N = 1$ .



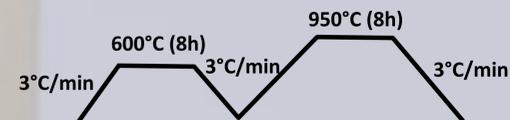
Se ha aumentado la temperatura hasta  $455^\circ\text{C}$  con el objetivo de inducir la autocombustión (explosión violenta).



Se ha obtenido un polvo de grano muy fino y muy voluminoso.

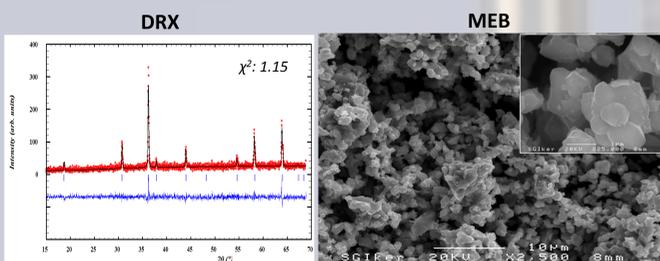


Se ha molido el polvo en un mortero.



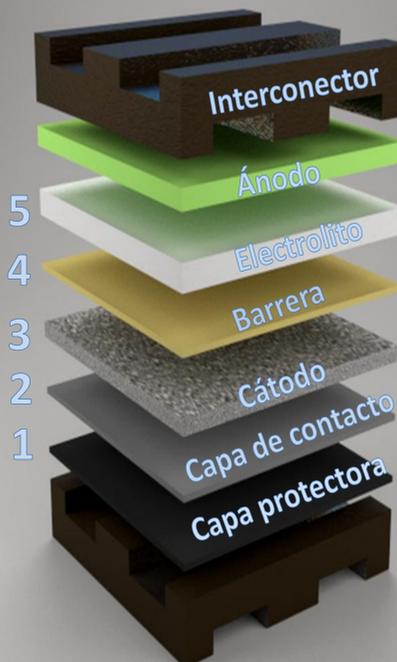
Se han efectuado dos tratamientos térmicos, uno a  $600^\circ\text{C}$  y otro a  $950^\circ\text{C}$  en un horno mufla.

### 1 Capa Protectora (MCF10)

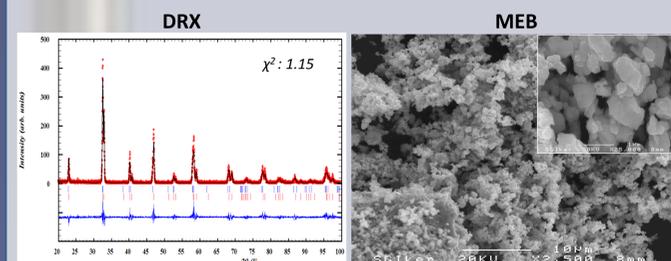


La difracción de rayos X en muestra policristalina [2] indica un sistema cúbico y una única fase pura para el compuesto  $\text{MnCo}_{1.9}\text{Fe}_{0.1}\text{O}_4$  (MCF10) tras efectuar un sinterizado a  $950^\circ\text{C}$  durante 8 horas. Las micrografías MEB de la superficie de las muestras en polvo, muestran partículas poco aglomeradas de unos tamaños nanométricos heterogéneos.

Fase	G.E.	a(Å)	V(Å <sup>3</sup> )
$\text{MnCo}_{1.9}\text{Fe}_{0.1}\text{O}_4$	Fd-3m	8.232(1)	557.80(7)



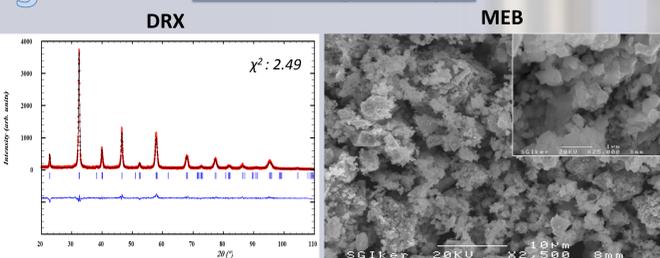
### 2 Capa de Contacto (LNF60)



Las medidas de difracción de rayos X en muestra policristalina se han ajustado a un sistema romboédrico con dos estequiometrías para el compuesto  $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$  (LNF60), una más rica en níquel y otra más rica en hierro, consecuencia de una segregación de fases por efecto de la temperatura. El estudio de las micrografías de MEB, muestran partículas poco aglomeradas y de diferentes tamaños a escala nanométrica.

Fase	G.E.	a(Å)/c(Å)	V(Å <sup>3</sup> )	Fracción(%)
$\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$	R-3c	5.513(1)/13.399(5)	352.76(9)	21.26
$\text{LaNi}_x\text{Fe}_{1-x}\text{O}_3$	R-3c	5.496(1)/13.251(1)	346.62(1)	78.74

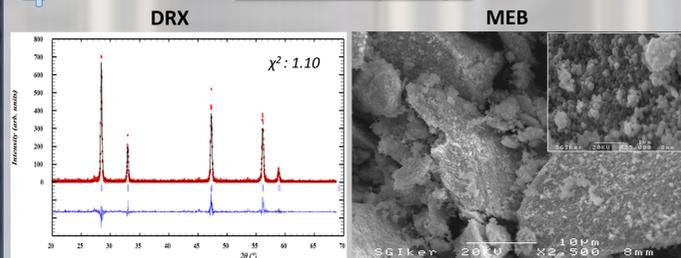
### 3 Cátodo (LSF40)



En el caso del cátodo, se ha tenido que disminuir la cantidad de muestra por síntesis con objeto de reducir la aparición de la fase  $\text{SrFeLaO}_4$  como impureza. El análisis mediante DRX en muestra policristalina, muestra una fase romboédrica para el compuesto  $\text{La}_{0.4}\text{Sr}_{0.6}\text{FeO}_3$  (LSF40) [3]. La caracterización morfológica realizada mediante microscopía muestra partículas distribuidas en pequeños aglomerados y de tamaños nanométricos heterogéneos.

Fase	G.E.	a(Å)/c(Å)	V(Å <sup>3</sup> )
$\text{La}_{0.4}\text{Sr}_{0.6}\text{FeO}_3$	R-3c	5.527(1)/13.451(2)	355.83(9)

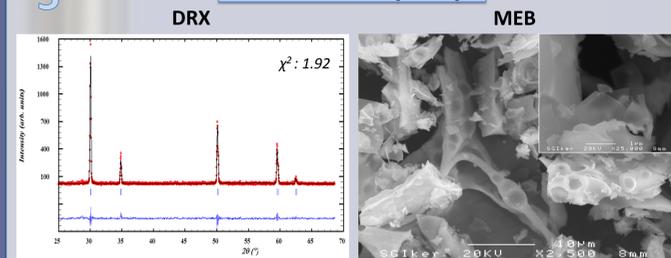
### 4 Barrera (SDC)



El análisis de DRX en muestra policristalina indica una única fase pura que cristaliza en sistema cúbico. Para la optimización de la síntesis de  $\text{Sm}_{0.2}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_{1.9}$  (SDC) [4], se ha reducido la relación de  $G/N$  debido a las pérdidas de material ocasionadas en la combustión, consecuencia del menor tamaño de partícula como se puede apreciar en las micrografías de MEB. En la figura se observan partículas nanométricas de tamaño homogéneo distribuidas en aglomerados.

Fase	G.E.	a(Å)	V(Å <sup>3</sup> )
$\text{Sm}_{0.2}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_{1.9}$	Fm-3m	5.432(1)	160.26(4)

### 5 Electrolito (YSZ)



Se han obtenido lotes de 10gr de compuesto por cada síntesis de  $\text{Zr}_{0.8}\text{Y}_{0.2}\text{O}_{1.9}$  (YSZ). La difracción de rayos X muestra un sistema cúbico con ausencia de impurezas. Para obtener una mayor densidad del compuesto, se ha elevado la temperatura de sinterización a  $1400^\circ\text{C}$ , obteniéndose, tal y como muestran las micrografías, unas partículas sinterizadas en tamaños micrométricos heterogéneos.

Fase	G.E.	a(Å)	V(Å <sup>3</sup> )
$\text{Zr}_{0.8}\text{Y}_{0.2}\text{O}_{1.9}$	Fm-3m	5.146(1)	136.27(1)

## CONCLUSIONES

- Se han sintetizado los compuestos  $\text{La}_{0.4}\text{Sr}_{0.6}\text{FeO}_3$ ,  $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_3$ ,  $\text{Zr}_{0.8}\text{Y}_{0.2}\text{O}_{1.9}$ ,  $\text{Sm}_{0.2}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_{1.9}$  y  $\text{MnCo}_{1.9}\text{Fe}_{0.1}\text{O}_4$ , manteniendo la temperatura de síntesis en  $950^\circ\text{C}$  y la relación combustible/oxidante (Glicina/Nitrato = 1), con el fin de obtener fases con altos grados de pureza con el menor gasto energético posible.
- Las purzas, morfologías y los tamaños de la partícula han mostrado ser apropiados para la integración de cada componente en la fabricación de una celda SOFC.

## AGRADECIMIENTOS

Esta investigación ha sido financiada por el Ministerio de Economía y Competitividad (MAT2013-42092-R) y el Dpto. de Educación, Política Lingüística y Cultura del Gobierno Vasco (IT-630-13). Los autores agradecen la ayuda recibida del Fondo Europeo de Desarrollo Regional (FEDER) y a SGIker por el apoyo técnico (UPV/EHU). A. Wain agradece al Ministerio de Economía y Competitividad por la beca concedida (BES-2014-068433).

## REFERENCIAS

- [1] K. Vidal, A. Moran-Ruiz, A. Larrañaga, J. M. Porras- Vazquez, P. R. Slater, M. I. Arriortua, *Solid State Ionics*, 269 (2015) 24-29.
- [2] J. Rodríguez-Carvajal, Fullprof Program: Rietveld Pattern Matching Analysis of Powder Patterns, Grenoble, 2009.
- [3] A. Morán-Ruiz, K. Vidal, M.A. Laguna-Bercero, A. Larrañaga, M.I. Arriortua, *J. Power Sources*, 248 (2014) 1067-1076.
- [4] Z. Wang, X. Huang, Z. Lv, Y. Zhang, B. Wei, X. Zhu, Z. Wang, Z. Liu, *Ceramics International*, 41 (2015) 4410-4415.