

Efecto de los tratamientos térmicos en la circona utilizada como electrolito en las pilas de combustible de óxido sólido.

INDICE DEL ANEXO

INDICE DEL ANEXO.....	80
ANEXO 1	81
1.1. Diseño del circuito para medición de resistividad eléctrica a partir del método de las 4 puntas.	81
1.1.1. Objetivo	81
1.1.2. Introducción	81
1.1.3. Diseño del circuito	83

ANEXO 1

1.1. Diseño del circuito para medición de resistividad eléctrica a partir del método de las 4 puntas.

1.1.1. Objetivo

Diseño del circuito para la determinación experimental de la resistividad (o conductividad) de diversas muestras de circona 8ysz mediante la técnica de cuatro puntas o también conocido como método de kelvin.

1.1.2. Introducción

La determinación de la resistividad o conductividad de una muestra es de gran utilidad en muchos experimentos. Generalmente estamos interesados en investigar como varia la conductividad en función de algún otro parámetro, por ejemplo la temperatura.

Para medir una resistencia de valores intermedio (entre unas decenas de Ohms (Ω) a unos pocos $M\Omega$, tal vez lo más simple es usar un multímetro (Ohmetro) y conectar como se indica en la figura An1.1.

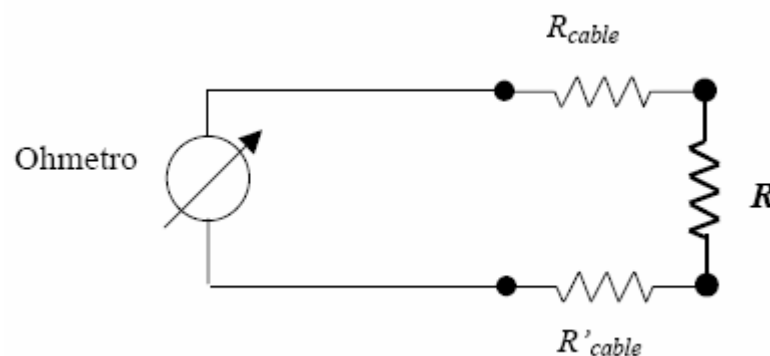


Fig.: An1.1. Determinación de la resistencia de una muestra usando un Ohmetro.

La resistencia de interés es R sin embargo lo que mide el Ohmetro es $R + R'_{cable} + R_{cable}$. Desde luego, esta situación sólo se da en los casos más simples. En general para medir una resistencia, será necesario tener en cuenta tanto las resistencias de los cables como los potenciales de contacto que pueden estar presentes al poner en contacto dos metales distintos. Estos potenciales de contactos son comunes en las uniones. Este método de medición de resistencia se denomina método a dos puntas.

Método de las cuatro puntas o método de Kelvin

Este método, ilustrado esquemáticamente en la figura An1.2, hace uso de dos circuitos vinculados. Por un circuito se hace circular la corriente (circuito exterior en la figura). Como los voltímetros modernos tienen altas resistencias internas, por el circuito de medición de la tensión (circuito interior de la figura) prácticamente no circula corriente. La tensión medida será en este caso:

$$V^+ = E_A + I^+ \cdot R - E_B \quad (\text{eq.1})$$

El superíndice (+) indica que la corriente circula como se indica en la figura An1.2. Usamos el superíndice (-) cuando la dirección de la corriente se invierte, invirtiendo la fuente, pero sin alterar el resto del circuito. En este caso la tensión medida por el voltímetro será:

$$V^- = E_A - I^- \cdot R - E_B \quad (\text{eq.2})$$

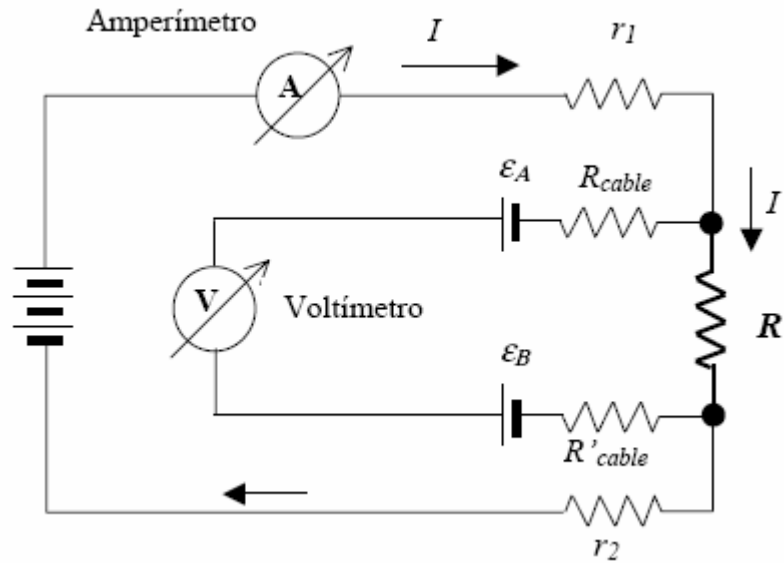


Fig.: An1.2. Determinación de la resistencia de una muestra usando el método de las cuatro puntas. Nótese que como los voltímetros en general tiene alta resistencia ($R_{\text{voltímetro}} > 10 \text{ M}\Omega$) prácticamente toda la corriente circula por el circuito exterior y no hay caída de tensión en R_{cable} .

Restando las ecuaciones (eq.1) y (eq.2) tenemos:

$$V^+ - V^- = [I^+ + I^-] \cdot R \quad (\text{eq.3})$$

Por lo tanto, invirtiendo el sentido de circulación de la corriente y tomando la diferencia de los potenciales medidos, podemos anular el efecto de los potenciales de contacto. De (eq.3) tenemos:

$$R = \frac{V^+ - V^-}{I^+ + I^-} \cong \frac{V^+ - V^-}{2I} \quad (\text{eq.4})$$

Donde la aproximación se cumple si $I^+ \approx I^- = I$. Tenemos así que el método de las cuatro puntas nos permite eliminar simultáneamente el efecto de las resistencias de los cables y contactos como así también los potenciales de contacto.

En muchos casos de interés práctico, la fuente de alimentación del circuito (externo) es alterna (AC). Si en este caso la medición de tensión se realiza usando un instrumento que filtra las componentes de continua (DC). Muchos instrumentos poseen la opción de activar este modo de medición, por ejemplo los osciloscopios, multímetros, Lock-in Amplifiers, etc. Si se mide la tensión en modo AC, la ecuación (eq.1) se transforma en:

$$V^{AC} = I^{AC} \cdot R \quad (\text{eq.5})$$

Determinación de la resistividad de una muestra de circona reforzada con Itria al 8% ($\text{ZrO}_2 + 8\% \text{Y}_2\text{O}_3$) después de la compactación y el sinterizado.

A partir de cada muestra cilíndrica de $\varnothing 9\text{mm}$ cuya área transversal será A y cuya **resistividad** será ρ . Se inyectará una corriente I (10 mA) en un sentido del circuito y por el otro se extrae dicha corriente. La caída de tensión entre los electrodos es V , teniendo que la distancia entre los mismos es e (aproximadamente 2mm). La diferencia de potencia V entre dos puntos separados una distancia e puede expresarse como:

$$V^+ = I^+ \cdot R(e) = I^+ \cdot \rho \cdot (e/A) \quad (\text{eq.6})$$

Y

$$V = I \cdot R(e) = I \cdot \rho \cdot (e/A) \quad (\text{eq.7})$$

Donde V^+ es la tensión medida cuando la corriente se inyecta en un cierto sentido I^+ y V^- cuando la corriente invierte su dirección. Por lo tanto:

$$\rho = (A/s) \cdot (V^+ - V^-) / (I^+ - I^-) \quad (\text{eq.8})$$

La ventaja de este método es que nuestra medición de ρ no está afectada por los efectos de los potenciales de contacto o la resistencia finita de los cables. Solo la distancia e entre los electrodos de medición y el área transversal A del alambre son relevantes.

1.1.3. Diseño del circuito

Las pilas de óxido sólido operan a temperaturas muy elevadas (alrededor de los 1000°C). En este rango de temperaturas los cerámicos utilizados como electrolito aumentan su conductividad, es por esto que el ensayo se debe realizar a 800 °C, esto implica que no se puedan usar materiales convencionales para el montaje como por ejemplo el cobre o el aluminio ya que tienen puntos de fusión bajos.

Para la caracterización eléctrica de las muestras se deben fijar estas a unos hilos de platino. Para conseguir unos contactos eléctricos óptimos las superficies deben estar pulidas y limpias hasta conseguir un acabado superficial a espejo de modo que tengan el mejor contacto posible con las laminas de platino que unen los hilos de platino con la muestra como muestran la figura An1.3. y An1.4.

Los hilos de platino que componen el circuito se deben introducir en vainas de cerámica (como por ejemplo alúmina) de 15 mm de diámetro exterior, que aportan la resistencia y facilidad de manipulación, al mismo tiempo evitan el contacto entre hilos, o entre los hilos y el interior del horno, como muestra la figura An1.3.

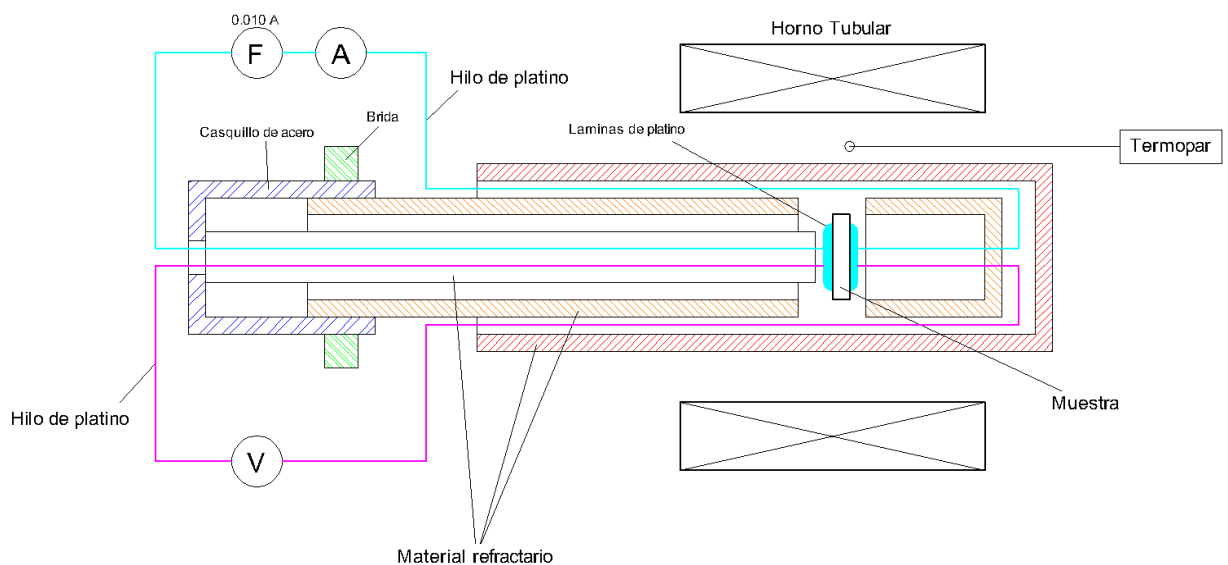


Fig. An1.3. Esquema del circuito utilizado para la medición de la conductividad eléctrica

Las laminas de platino deben hacer perfecto contacto con las superficies de la muestra, para ello se utiliza una pasta cerámica (alúmina) que dará forma a un cabezal fijo y otro basculante y que por la presión de un tope y un muelle normalizado mantendrán la muestra en voladizo, logrando que esta solo haga contacto con las laminas de platino como muestra la figura An1.4.



Fig. An1.4. Colocación de la muestra entre láminas de platino

El circuito se introduce en un horno tubular ("Hobersal" tubo de 18 mm de diámetro interno) orientado horizontalmente, ver figura 2.23,

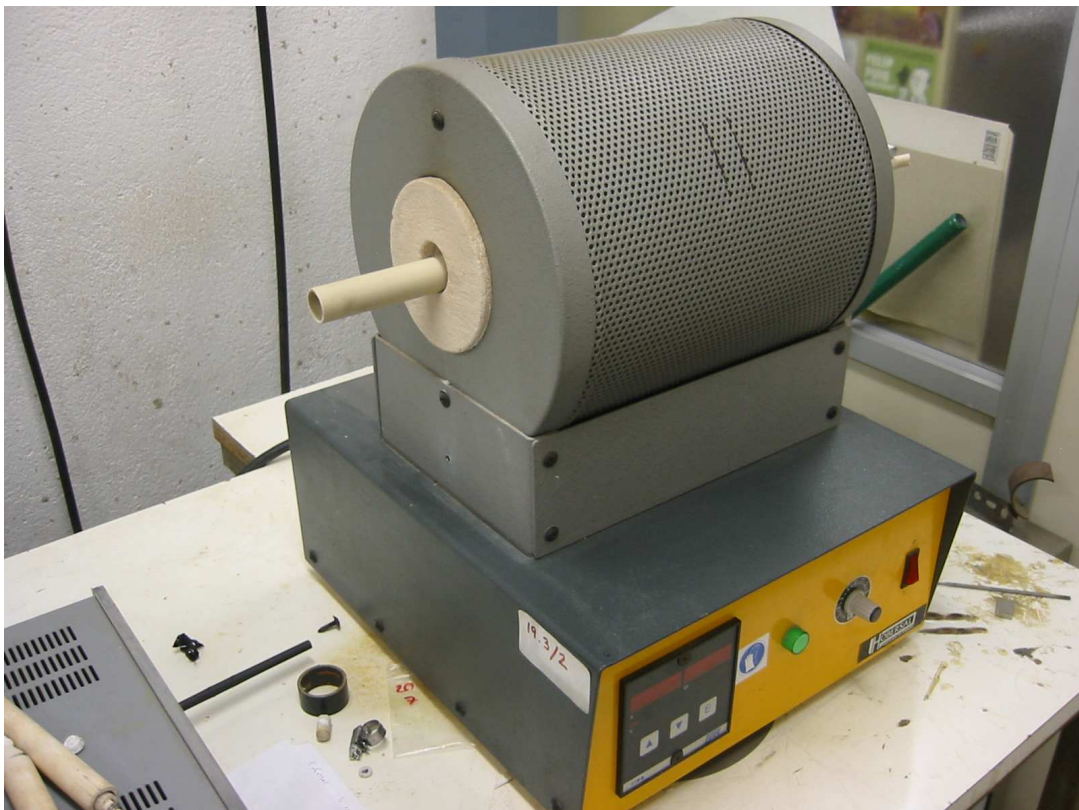


Fig. An1.5. Horno tubular *Hobersal*.

Por otra parte, se ha fijado un termopar en el centro de la zona de medición para controlar la temperatura y mantenerla exactamente a 800 °C

El valor de la densidad de corriente se ha determinado midiendo la caída de voltaje con una intensidad de corriente constante de 10 mA suministrada por una fuente de alimentación (Hameg HM8040-3). Para medir estos valores se han utilizado dos multímetros (Fluke 289), uno funcionando como voltímetro y el otro como amperímetro.