



UNIVERSIDAD DE CONCEPCIÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA



**PUESTA EN MARCHA Y CARACTERIZACIÓN DE UNA CELDA DE
COMBUSTIBLE DE MEMBRANA ELECTROLÍTICA DE INTERCAMBIO
PROTÓNICO (PEMFC)**

POR

Aileen de la Paz Flores Yáñez

Memoria de Título presentada a la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Concepción
para optar al título profesional de Ingeniera Civil Química

Profesor Guía

Luis Felipe Montoya R.

Profesor Co-Guía

Felipe Sanhueza

Diciembre 2023

Concepción (Chile)

© 2023 Aileen de la Paz Flores Yáñez

Resumen

En el escenario global actual es imperante la búsqueda de fuentes de energía limpias y sostenibles, que minimicen la huella ambiental y maximicen la eficiencia energética, por lo que las celdas de combustible de membrana de intercambio protónico (PEMFC) han emergido como una tecnología prometedora para la generación eficiente de electricidad, debido a sus bajas temperaturas de operación, su alta densidad de potencia, su tamaño compacto, su capacidad de operar a bajas presiones de hidrógeno y su capacidad para proporcionar respuestas rápidas. La presente investigación se basa en un estudio sobre la implementación y caracterización de una celda de combustible PEMFC, con el propósito de profundizar en la comprensión de sus procesos y mejorar su rendimiento. El objetivo de esta memoria de título es caracterizar una celda de combustible PEMFC lo cual se alinea con la necesidad de desarrollar tecnologías energéticas eficientes, sostenibles y respetuosas con el medio ambiente. Lo anterior se llevó a cabo mediante caracterización morfológica de los materiales (microscopía de fuerza atómica), montaje y puesta en marcha de la celda, caracterizaciones electroquímicas a diferentes tiempos de funcionamiento (espectroscopía de impedancia electroquímica EIS y mediciones de ruido electroquímico REQ), mediciones y control de parámetros de entrada (humedad relativa y flujo volumétrico de la corriente de hidrógeno) y caracterización electrónica para realizar mediciones de voltaje y de corriente eléctrica.

En los resultados obtenidos de la EIS los electrodos presentan buenas propiedades de conducción eléctrica ante estímulos externos del material, una baja resistividad y una estabilidad en el tiempo. Del REQ, se concluye que los electrodos presentan una actividad electrónica mínima lo cual asegura una estabilidad electroquímica robusta y poco afectada por variaciones o ruido externo. De la caracterización electrónica se obtiene que, de las condiciones de operación estudiadas, la que entrega valores de voltaje más altos es la de un flujo volumétrico de 50 mL/min y una humedad relativa del 67%. Del ANOVA factorial se concluye que tanto el flujo volumétrico como la humedad relativa del hidrógeno son variables que influyen directamente en el voltaje de la celda y por ende son importantes de evaluar al estudiar la optimización del rendimiento de la celda.

Abstract

In the current global scenario, the search for clean and sustainable energy sources that minimise the environmental footprint and maximise energy efficiency is imperative, so proton exchange membrane fuel cells (PEMFC) have emerged as a promising technology for efficient electricity generation, due to their low operating temperatures, high power density, compact size, ability to operate at low hydrogen pressures and to provide fast responses. The present research is based on the implementation and characterisation of a PEMFC, with the purpose of deepening the understanding of its processes and improving its performance. The aim of this thesis is to characterise a PEMFC, which is in line with the need to develop efficient, sustainable and environmentally friendly energy technologies.

This was carried out by morphological characterisation of the materials (atomic force microscopy), assembly and commissioning of the cell, electrochemical characterisation at different operating times (electrochemical impedance spectroscopy EIS and electrochemical noise measurements REQ), measurements and control of input parameters (relative humidity and volumetric flow of the hydrogen current) and electronic characterisation for voltage and electric current measurements.

In the results obtained from the EIS, the electrodes show good electrical conduction properties against external stimuli of the material, low resistivity and stability over time. From the REQ, it is concluded that the electrodes present a minimum electronic activity which ensures a robust electrochemical stability and little affected by variations or external noise. From the electronic characterisation, it is obtained that, of the operating conditions studied, the one that gives the highest voltage values is that of a volumetric flow of 50 mL/min and a relative humidity of 67%. From the factorial ANOVA it is concluded that both the volumetric flow and the relative humidity of the hydrogen are variables that directly influence the cell voltage and are therefore important to evaluate when studying the optimisation of the cell performance.

Índice

| | |
|--|-----|
| Resumen | III |
| Abstract | IV |
| 1. Introducción | 1 |
| 2. Objetivos | 3 |
| 3. Materiales y métodos | 4 |
| 3.1. Caracterización de los materiales..... | 4 |
| 3.1.1. Caracterización morfológica | 5 |
| 3.1.2. Caracterización electroquímica | 5 |
| 3.2. Funcionamiento y puesta en marcha..... | 8 |
| 3.2.1. Requerimientos..... | 8 |
| 3.2.2. Armado de la celda..... | 9 |
| 3.2.3. Diseño y componentes de la fase de control..... | 9 |
| 3.2.4. Pruebas de funcionamiento: | 11 |
| 3.2.5. Medición de rangos de operación..... | 12 |
| 4. Resultados y discusión | 16 |
| 4.1. Microscopía de fuerza atómica..... | 16 |
| 4.2. Espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS) | 18 |
| 4.3. Ruido electroquímico (REQ) | 24 |
| 4.4. Caracterización electrónica..... | 26 |
| 5. Conclusiones | 34 |
| 6. Referencias | 36 |
| 7. Anexos | 40 |
| 7.1. Anexo 1: Estado del Arte..... | 40 |
| 7.1.1. Definición y principios de funcionamiento de las celdas de combustible de membrana de intercambio protónico (PEMFC)..... | 40 |
| 7.1.2. Historia y evolución de las celdas de combustible PEMFC..... | 41 |
| 7.1.3. Componentes y estructura de las PEMFC. Explicación de como los componentes contribuyen al rendimiento global y eficiencia de la celda..... | 42 |
| 7.1.4. Métodos y protocolos comunes para la puesta en marcha, desafíos asociados con la puesta en marcha. Técnicas de caracterización utilizadas para evaluar el rendimiento de las PEMFC..... | 44 |
| 7.1.5. Aplicaciones actuales y potenciales de las PEMFC en la industria | 48 |
| 7.1.6. Normativas y estándares relevantes para las PEMFC, destacando la importancia de la seguridad y la regulación..... | 49 |

| | |
|--|----|
| 7.2. Anexo 2: Armado de la celda..... | 51 |
| 7.3. Hojas de datos de seguridad hidrógeno (HDS) | 54 |

1. Introducción

En el escenario global actual es imperante la búsqueda de fuentes de energía limpias y sostenibles, que minimicen la huella ambiental y maximicen la eficiencia energética, por lo que las celdas de combustible de membrana de intercambio protónico (PEMFC) han emergido como una tecnología prometedora para la generación eficiente de electricidad.

Las celdas de combustible se destacan como uno de los sistemas de generación eléctrica más eficientes, con un rango de eficiencia que varía entre el 40% y el 85%. Esta eficiencia supera a otras tecnologías como turbinas de viento, sistemas fotovoltaicos, generadores de turbinas y motores diésel. Dentro de los distintos tipos de celdas de combustible, la alcalina se posiciona como la más eficiente, alcanzando un 60%, seguida por la celda de membrana de intercambio protónico PEMFC con un 58%. Sin embargo, la PEMFC destaca como la opción ideal para aplicaciones de transporte, tales como automóviles o autobuses [1].

La elección de la celda PEMFC para este estudio se basa en su amplia utilización en diversas aplicaciones gracias a sus características. Entre estas características se incluyen sus bajas temperaturas de operación; su alta densidad de potencia, que permite generar electricidad de manera significativa en espacios reducidos; su tamaño compacto, adecuado para aplicaciones portátiles; su capacidad de operar a bajas presiones de hidrógeno, facilitando su integración en sistemas de almacenamiento y transporte de hidrógeno; y su capacidad para proporcionar respuestas rápidas [2]. Las diferentes capacidades de estas celdas las posicionan como opciones atractivas para diversas aplicaciones, desde la propulsión de vehículos eléctricos hasta la implementación de sistemas de energía estacionarios [3].

Las celdas de combustible PEMFC destacan por su capacidad para convertir la energía química de los combustibles, como el hidrógeno, en electricidad, generando vapor de agua como un subproducto no contaminante. Este proceso se facilita a través de una membrana de intercambio protónico que posibilita las reacciones electroquímicas entre el hidrógeno y el oxígeno. A pesar de sus prometedoras características, la implementación comercial generalizada de las PEMFC aún enfrenta desafíos tecnológicos y económicos. La optimización de la eficiencia, la reducción de costos y la mejora de la durabilidad son aspectos cruciales para su investigación [3].

La presente investigación se basa en un estudio sobre la implementación y caracterización de una celda de combustible PEMFC, con el propósito de profundizar en la comprensión de sus procesos y mejorar su rendimiento. El objetivo general de esta memoria de título es caracterizar una celda de combustible de membrana electrolítica de intercambio protónico (PEMFC), lo cual se alinea con la necesidad de desarrollar tecnologías energéticas eficientes, sostenibles y respetuosas con el medio ambiente.

Los objetivos específicos de esta memoria de título son poner en marcha una celda de combustible PEMFC, determinar rangos de operación de la celda de combustible y caracterizar el material del ánodo y del cátodo de la celda. La puesta en marcha exitosa de la celda representa un logro técnico y contribuye a la implementación de dicha tecnología en el Departamento de Ingeniería Química para futuras investigaciones, con la instalación de los componentes clave y la optimización de condiciones operativas iniciales se busca establecer un procedimiento de arranque eficiente para asegurar el funcionamiento estable y continuo de la celda. La caracterización detallada permite identificar áreas de mejora y definir rangos óptimos de operación. La exploración de variables como la temperatura del agua, flujo volumétrico del hidrogeno y humedad relativa sirven para maximizar la eficiencia y estabilidad de la celda en las diferentes condiciones operativas [4]. En este estudio se emplean métodos de caracterización morfológica (microscopía de fuerza atómica), electroquímica (espectroscopía de impedancia electroquímica y ruido electroquímico) y electrónica (medición de voltaje y corriente generada mediante un multímetro).

2. Objetivos

2.1. Objetivo general

Caracterizar una celda de combustible de membrana electrolítica de intercambio protónico (PEMFC).

2.2. Objetivos específicos

- Poner en marcha una celda de combustible de membrana electrolítica de intercambio protónico (PEMFC).
- Determinar rangos de operación de la celda de combustible de membrana electrolítica de intercambio protónico (PEMFC).
- Caracterizar el material del ánodo y cátodo de la celda de combustible de membrana electrolítica de intercambio protónico (PEMFC).

3. Materiales y métodos

En esta sección se describe la metodología para el desarrollo de los experimentos.

En el esquema de la Figura 3.1, se observa un esquema general del trabajo experimental realizado.

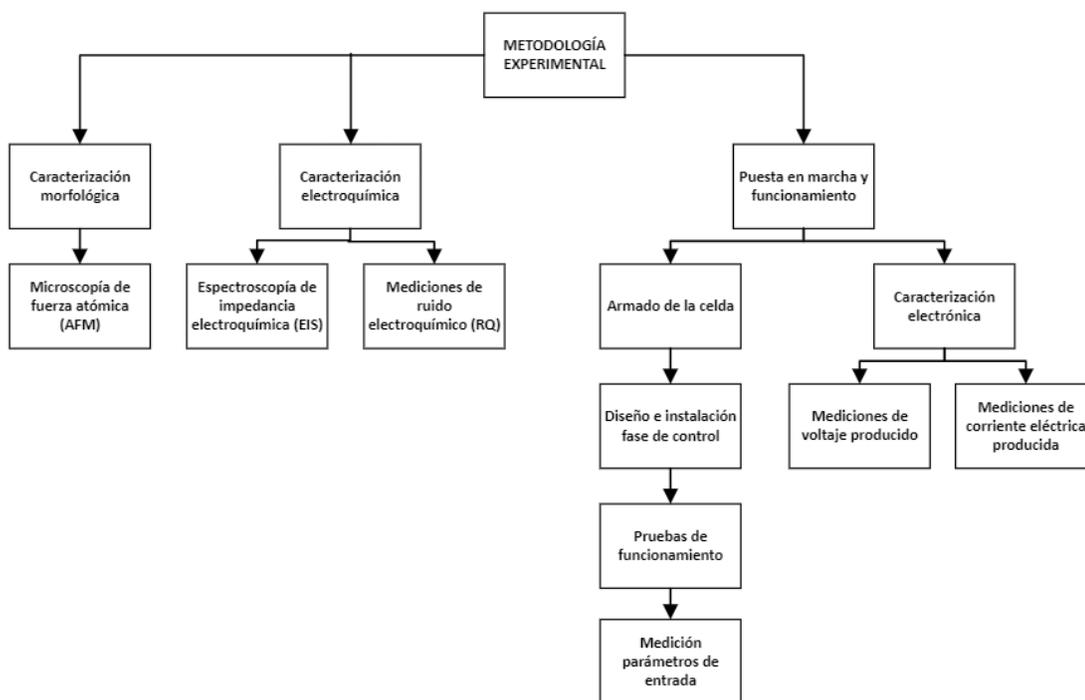


Figura 3.1. Esquema general de la metodología experimental.

El primer paso consiste en la caracterización morfológica con microscopía de fuerza atómica, luego se realizan las caracterizaciones electroquímicas en el tiempo 0, posteriormente la puesta en marcha de la celda, medición de parámetros de entrada (humedad relativa y flujo volumétrico de la corriente de hidrógeno) y caracterización electrónica. Además, se realizan caracterizaciones electroquímicas en el tiempo medio y tiempo final del funcionamiento de la celda.

3.1. Caracterización de los materiales.

Se siguen metodologías específicas para los distintos tipos de caracterización de los materiales que componen la celda, estableciendo parámetros específicos para cada prueba y/o análisis.

3.1.1. Caracterización morfológica

3.1.1.1. Microscopía de fuerza atómica (AFM)

La microscopía de fuerza atómica se realiza para analizar la morfología de la superficie tanto de los electrodos, como de la membrana.

Las pruebas se realizan en un Microscopio de Fuerza Atómica *Nanoscope Dimension 3100* Controller de *Digital Instruments* con una aguja micrométrica de punta (tip) de 10 nm de radio, que actúa como sensor de la geometría superficial de la muestra. Durante el escaneo, la punta se mueve horizontalmente sobre la superficie de la muestra; al mismo tiempo, la punta también se mueve verticalmente como respuesta a las interacciones entre la punta y la muestra [5].

Las imágenes se obtienen en modo contacto utilizando puntas de silicio monolítico con un recubrimiento reflectivo de aluminio modelo ContAl-G de *BudgetSensors*, las cuales tienen un rango de frecuencia de resonancia óptima entre 9 y 17 kHz y una fuerza nominal de 0,2 N/m. Las imágenes se obtienen a una resolución de 512 píxeles y una velocidad de barrido de 1 Hz para los electrodos y 2 Hz para la membrana.

Para los electrodos, primero se limpian con agua destilada para eliminar impurezas. Luego se analiza la superficie en el AFM y se observan a diferentes resoluciones, obteniendo imágenes a escalas de 10 μm . Para la membrana se analiza la superficie y se observa a diferentes resoluciones, obteniendo imágenes a escalas de 5 μm .

Para el análisis de las imágenes obtenidas, se utiliza el software Gwyddion, desde el cual se extraen las imágenes 3D con el objetivo de obtener resultados sobre la superficie de las muestras.

3.1.2. Caracterización electroquímica

Las mediciones para la caracterización electroquímica son realizadas en el potenciostato “Interface 1010e” de *Gamry Instruments*. La manipulación y visualización de datos se realizan en el software *Gamry Echem Analyst*TM.

El electrolito utilizado en estos casos suele ser una solución de ácido sulfúrico, ya que se busca replicar las condiciones de operación de la celda de combustible. Las placas bipolares están en contacto directo con la membrana de intercambio protónico, la cual, durante las

condiciones de operación, se disuelve y libera iones al medio, ocasionando la acidificación del sistema [6]. La concentración de ácido sulfúrico más usada [7][8] en la caracterización electroquímica es de 0,5 M, por lo tanto, la concentración usada en esta investigación es de H_2SO_4 0,5 M en agua destilada sin aditivos.

Se tiene un aislamiento de la celda mediante una jaula de Faraday y conexiones a tierra para eliminar la estática y reducir señales parásitas.

Para caracterizar electroquímicamente a la celda se realizan pruebas de espectroscopía de impedancia electroquímica y de ruido electroquímico al tiempo 0 de funcionamiento de la celda, luego de 9 horas de funcionamiento de la celda, y al finalizar su funcionamiento para estudiar la evolución en el tiempo del sistema y verificar su estabilidad.

3.1.2.1. Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS)

Esta técnica mide la respuesta de frecuencia de la celda a una pequeña señal de voltaje aplicada. Es usada para la caracterización de los mecanismos de corrosión de un material (electrodo de trabajo). Proporciona información sobre la resistencia en serie, la resistencia en paralelo y la capacitancia en la interfaz electrodo/electrolito.

Para realizar la prueba se usa la configuración experimental típica de 3 electrodos para una celda electroquímica (electrodo de trabajo, contraelectrodo y electrodo de referencia) [9]. El electrodo de trabajo corresponde al electrodo de la celda, con un área de exposición de 8 cm^2 . El contraelectrodo usado es una barra de grafito. El electrodo de referencia empleado es un electrodo de calomel (SCE).

En la Figura 3.2 se observa el montaje para las mediciones de impedancia electroquímica.

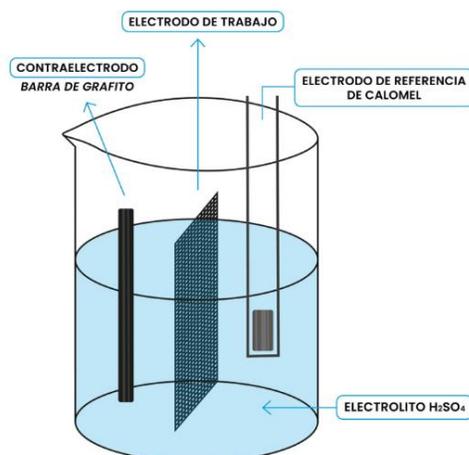


Figura 3.2. Configuración de 3 electrodos para mediciones de impedancia electroquímica.

Antes de iniciar las mediciones se realiza la calibración del equipo y estabilización de voltaje, luego para las mediciones se utiliza una amplitud de señal de 10 mV, un barrido en un rango de frecuencia de 10 kHz a 10 mHz, tomando 10 puntos de muestreo por década de frecuencia.

Para el análisis de los datos, se usa el software ZSimpWin 3.60 con el método de circuito equivalente y, además, mediante el software *Gamry Echem Analyst*TM, se valida la consistencia de estos, con el método Kramers-Kroning, ya que a que esta relación muestra cuando se cumplen las condiciones de causalidad, finitud, linealidad y estabilidad de los datos obtenidos, permitiendo validar datos de impedancia en un largo rango de frecuencias [10][11].

Mediante la espectroscopia de impedancia electroquímica se construyen los diagramas de Nyquist, de los cuales se extrae información respecto a la resistencia a la corrosión de los electrodos.

3.1.2.2. Mediciones de Ruido Electroquímico (REQ).

Esta técnica implica el análisis de la fluctuación de la corriente o el potencial en el electrodo. Proporciona información sobre la adsorción de especies en la superficie del electrodo, la cinética de las reacciones electroquímicas, la resistencia iónica, la capacitancia, entre otros.

Para las mediciones de ruido electroquímico se usa el potencióstato en modo amperímetro de cero resistencia (*Zero Resistance Ammeter*, ZRA) para estudiar las fluctuaciones de corriente

en función de las fluctuaciones de potencial. El ZRA mide las fluctuaciones entre los electrodos de la celda, para asegurar que los electrodos se encuentran al mismo potencial [12].

Se emplea el mismo electrodo de trabajo y el mismo electrodo de referencia que para las pruebas de impedancia.

Una vez obtenidos los resultados, se analizan los espectros de potencial, ya que se busca minimizar la polarización para mejorar la eficiencia de la celda. Se analizan los espectros en densidad de corriente y se verá la evolución en el tiempo para determinar su estabilidad.

Finalmente, se realiza un tratamiento estadístico de los datos para obtener los valores promedio de corriente y potencial, la varianza de los mismos y así calcular la resistencia al ruido electroquímico (R_n) mediante la ecuación (3.1). [13]

$$R_n = \frac{\sigma_V}{\sigma_I} \quad (3.1)$$

3.2. Funcionamiento y puesta en marcha.

3.2.1. Requerimientos.

Los requerimientos que debe cumplir la celda de combustión según su proveedor son:

- El sistema debe encontrarse a temperatura y presión ambiente.
- El sistema siempre debe contener suficiente agua, no se debe operar en seco.
- Suministro de gas de hidrógeno: la celda tiene distintos modos de suministro de gas, el que se usa en esta investigación es el modo de “salida abierta” con un cilindro de gas a presión que entrega un flujo de gas continuo.
- Suministro de gas de oxígeno: para el caso del oxígeno se tienen 3 modos: suministro directo de oxígeno, suministro directo de aire o aire del ambiente, ya que la celda de combustible en ausencia de un suministro directo de oxígeno funciona como una celda de combustible que “respira” aire. En esta investigación se ocupa el aire del ambiente, donde se obtiene el oxígeno suficiente de la atmósfera por difusión y convección. Sin embargo, en este modo no se alcanza la máxima potencia. Aunque esta configuración permite que el calor se disipe, lo cual evita que la celda se seque tan rápido [14].

Al trabajar con hidrógeno y oxígeno, se siguen las especificaciones de seguridad para la instalación y el funcionamiento mencionadas a continuación:

El sistema debe encontrarse en un medio bien ventilado para evitar que se formen mezclas explosivas ya que el hidrógeno y el oxígeno podrían escaparse del sistema.

Retirar del sistema todo aquello que pueda encender el hidrógeno (llamas, materiales que puedan cargarse de electricidad estática, sustancias con acción catalítica).

Retirar de las proximidades del sistema todas las sustancias que puedan encenderse espontáneamente con una mayor concentración de hidrógeno.

3.2.2. Armado de la celda.

En la Figura 3.3. se pueden observar las diferentes partes de la celda de combustible PEMFC de *H-TEC Education* usada para esta investigación:

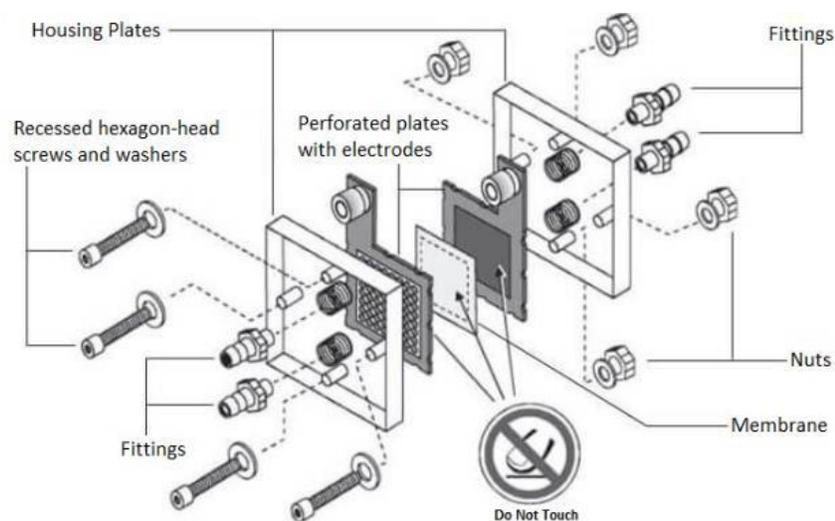


Figura 3.3. Partes de la celda de combustible PEMFC marca *H-TEC Education* [14].

Las instrucciones paso a paso del armado de la celda de combustible se encuentran en el Anexo 2.

3.2.3. Diseño y componentes de la fase de control.

Para el montaje del sistema se requiere la instalación de la bombona de H_2 , líneas de flujo, despiche, válvulas de control, saturador de gases (ya que el ambiente húmedo facilita el transporte de protones a través de la membrana, lo cual mejora la eficiencia y rendimiento general de la celda) y el controlador de flujo de H_2 Modelo GFC17 Marca Aalborg.

En la Figura 3.4 se puede observar la bombona junto a los manómetros instalados.

Figura 3.4. Bombona de hidrógeno junto a los manómetros que permiten medir y visualizar la presión.

En la Figura 3.5 se tiene las dos válvulas necesarias para el correcto control del sistema. La



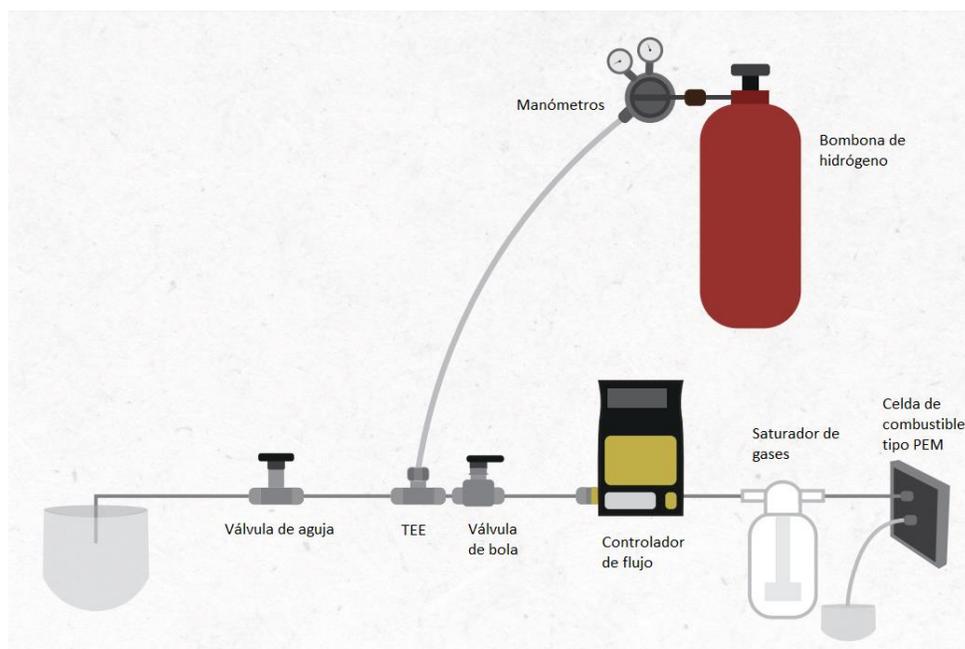
válvula de aguja es usada para el despacho y la válvula de bola es usada para controlar el hidrógeno que llegará a la celda. Entre estas dos válvulas se debió instalar una unión TEE de acero inoxidable.

Figura 3.5. Válvula de aguja y válvula de bola unidas mediante una TEE de acero inoxidable.

Todos los accesorios y líneas instaladas son de acero inoxidable ya que presentan resistencia a la corrosión, durabilidad y con bajas emisiones de contaminantes.

Para la caracterización electrónica se usa el multímetro modelo 2450 *System SourceMeter* de marca Keithley para la medición de voltaje y corriente eléctrica producida y un protoboard con una resistencia de $220\ \Omega$ que son usados en las mediciones de corriente eléctrica.

Figura 3.6. Configuración final del sistema.



3.2.4. Pruebas de funcionamiento:

La puesta en marcha de la celda comienza con la verificación de los componentes principales, para ello se realizan los siguientes procedimientos:

- Prueba de fugas: La primera prueba de funcionamiento que debe realizarse es corroborar que no existan fugas, esto se hace abriendo la válvula de la bombona para liberar H_2 al sistema y se agrega *Liquid Leak Detector* en las uniones de las líneas y tuercas.
- Procedimiento de encendido: Para el encendido del sistema se siguen los siguientes pasos:
 1. Dar válvula de la bombona.
 2. Aumentar presión con manómetro hasta 1 bar.
 3. Encendido del flujómetro y del multímetro.
 4. Seleccionar el modo requerido en el multímetro (amperaje o voltaje) y conectar directamente a la celda o a la placa protoboard según corresponda.

5. Prueba de flujo de hidrógeno y sistemas de control: En el extremo de la manguera de salida de hidrógeno, posterior a la válvula de aguja, se deja salir el gas dentro de un vaso precipitado con agua destilada para visualizar el flujo y para verificar el funcionamiento de la válvula de aguja. Una vez verificado el flujo y el correcto funcionamiento de la válvula, se cierra dicha válvula y se abre la válvula de bola que va hacia la celda. Luego se aumenta el flujo en el flujómetro hasta el valor deseado y se corrobora el correcto funcionamiento de las válvulas con los burbujes en el saturador de gases.
6. Comenzar las mediciones.
 - Procedimiento de apagado

Una vez se hayan terminado las mediciones en el tiempo requerido, se procede al apagado del sistema, para lo cual se tienen los siguientes pasos:

- Se para la adquisición de datos desde el multímetro y se extraen los datos adquiridos mediante un pendrive USB.
- Se corta el suministro de hidrógeno desde la bombona y se cierra la válvula de bola.
- Se libera la presión de la línea con la válvula de aguja.
- Se desconecta el controlador de flujo.
- Se apaga y se desconecta el multímetro.

3.2.5. Medición de rangos de operación.

3.2.5.1. Parámetros para medir en la entrada.

- Distancia entre los platos bipolares: Una vez ensamblada la celda de combustión, se debe medir la distancia entre los platos bipolares para garantizar un funcionamiento eficiente y seguro de la misma. Con un pie de metro electrónico se corrobora que la distancia sea la especificada por el fabricante de la celda de combustión (4 mm), si la medición no es la correcta se ajustan las tuercas con una llave allen.
- Flujo de hidrógeno: Antes de iniciar cada prueba (caracterización electrónica) se ajusta el flujo volumétrico de hidrógeno deseado en el flujómetro instalado y se registra su valor.

- Presión de hidrógeno: Desde la bombona de hidrógeno, con un manómetro, se controla la presión de entrada al flujómetro manteniendo una presión constante de 1 bar.
- Temperatura de agua en saturador de gases: Se mide con un termómetro infrarrojo antes de iniciar cada prueba (caracterización electrónica).
- Humedad relativa (HR) del hidrógeno: Los cálculos de HR se realizan según la ecuación 3.2:

$$HR = \left(\frac{P_{vapor\ de\ agua}}{P_{vapor\ saturado}} \right) \cdot 100 \quad (3.2)$$

Donde:

$P_{vapor\ saturado}$ es la presión de vapor saturado a la misma temperatura del agua.

$P_{vapor\ de\ agua}$ es la presión parcial del vapor de agua en el gas.

3.2.5.2. Caracterización electrónica.

La caracterización electrónica de la celda de combustible PEMFC se realiza para evaluar su rendimiento y eficiencia.

Materiales necesarios:

- a. Celda de combustible PEMFC
- b. Multímetro
- c. Cables de medición
- d. Cable de carga para la celda.
- e. Fuente de hidrógeno.
- f. Suministro de oxígeno o aire.

Pasos para la caracterización:

- Preparación de la celda:

Asegurar que la celda esté correctamente ensamblada y lista para funcionar.

Conectar los cables de medición del multímetro a los terminales de la celda de combustible. El terminal positivo de la celda debe estar conectado al terminal positivo del multímetro y de la misma forma para el terminal negativo.

- Encendido de la celda:

Asegurar que el hidrógeno esté fluyendo hacia la celda correctamente y que la celda funcione.

Asegurar que haya suficiente hidrogeno suministrado a la celda.

- Medición de voltaje producido con el multímetro

Conectar los cables del multímetro a los terminales de la celda para medir el voltaje en tiempo real.

Registrar el valor del voltaje. Este valor indica la diferencia de potencial eléctrico producido por la celda de combustible.

- Medición de la corriente eléctrica producida.

Colocar el multímetro en serie con el circuito eléctrico de la celda para medir la corriente que fluye a través del circuito. Para este paso se agrega la resistencia y el protoboard en la instalación.

Registrar el valor de la corriente. Este valor indica la cantidad de carga eléctrica producida por la celda de combustible en un intervalo de tiempo específico.

Para las mediciones de voltaje y corriente eléctrica producida se hizo el siguiente diseño experimental:

- a. Se realizan las mediciones de voltaje y corriente a diferentes flujos volumétricos de hidrógeno: 50 ml/min, 125 ml/min y 200 ml/min para analizar el efecto de esta variable en el rendimiento.
- b. Se realizan las mediciones de voltaje a diferentes humedades relativas del hidrógeno de entrada.

Para variar las variables de dichas mediciones, se realiza un diseño de experimentos mediante el software Statgraphics, donde primero se indican las variables respuesta a ser medidas

(voltaje, corriente), luego se definen los factores experimentales que se varían (flujo volumétrico de hidrógeno y humedad relativa del hidrógeno), posteriormente se selecciona el diseño experimental de tipo factorial con 3 niveles y con 1 punto central por bloque y finalmente se indica el modelo inicial a ajustar a los resultados el cual corresponde a un modelo cuadrático.

- Análisis de los resultados:

Analizar los valores obtenidos para el voltaje, corriente y potencia. Estos valores dan información sobre el rendimiento de la celda.

Comparar los valores obtenidos con las especificaciones del fabricante para evaluar la eficiencia de la celda.

Realizar un tratamiento estadístico de los datos mediante el software Statgraphics empleando un análisis de varianza (ANOVA) factorial para investigar las relaciones entre las variables dependientes: corriente y voltaje con dos factores independientes: flujo volumétrico de hidrógeno y humedad relativa del hidrógeno.

4. Resultados y discusión

4.1. Microscopía de fuerza atómica.

A continuación, se presentan las imágenes 3D obtenidas de la membrana (Figura 4.1), del ánodo (Figura 4.2) y del cátodo (Figura 4.3) con su respectiva tabla de datos (Tabla 4.1).

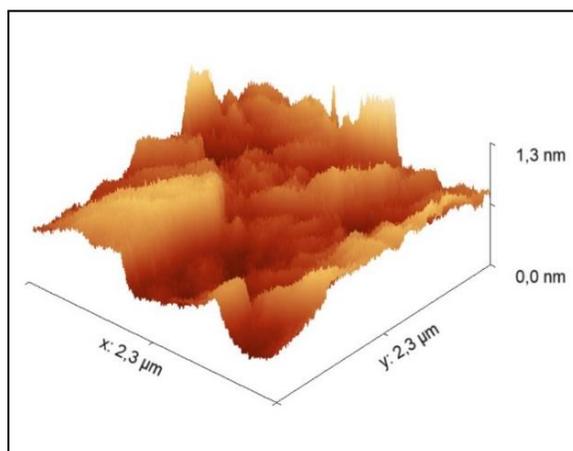


Figura 4.1. Membrana celda de combustible PEMFC. Imagen de microscopio de fuerza atómica (5 μm).

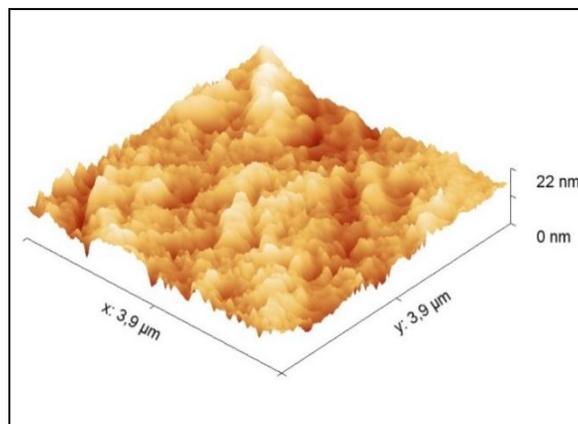


Figura 4.2. Ánodo celda de combustible PEMFC. Imagen de microscopio de fuerza atómica (10 μm).

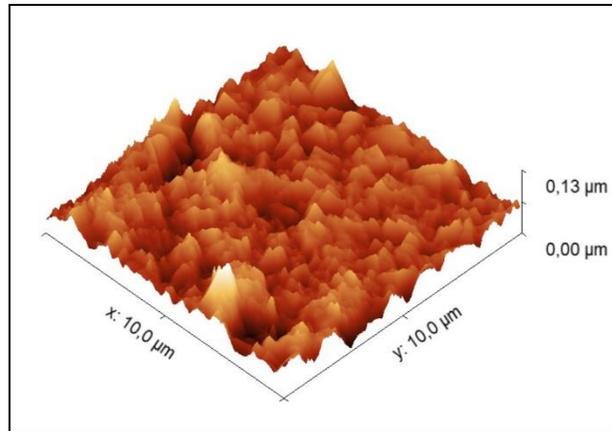


Figura 4.3. Cátodo celda de combustible PEMFC. Imagen de microscopio de fuerza atómica (10 μm).

Tabla 4.1. Datos de rugosidad para la membrana.

| | Membrana | Ánodo | Cátodo |
|---|----------|-------|--------|
| Valor medio de altura [nm] | 46,0 | 79,7 | 49,5 |
| Rugosidad cuadrática media (RMS) (Sq) [nm] | 13,3 | 22,1 | 12,9 |
| Rugosidad media (Sa) [nm] | 10,3 | 16,5 | 9,83 |
| Asimetría (Ssk) | -0,208 | 0,404 | 0,269 |
| Altura mínima [nm] | 0,0 | 0,0 | 0,0 |
| Altura máxima [nm] | 106 | 196 | 132 |
| Máximo respecto a la altura media (Sp) [nm] | 60,3 | 117 | 82,1 |
| Mínimo respecto a la altura media (Sv) [nm] | 46,0 | 79,7 | 49,5 |

Una superficie más rugosa implica la presencia de irregularidades, protuberancias y variaciones en la altura de la superficie. A medida que la rugosidad aumenta, la superficie tiende a ser menos uniforme y más áspera.

A mayores valores de RMS se tiene mayor variabilidad en las alturas. Además, si el valor de RMS es mayor que el valor de Sa, esto se puede deber a que existan picos y valles más pronunciados en la superficie y puede indicar una superficie más irregular y más propensa a cambios bruscos en la altura. De la Tabla 4.1 se observa que el ánodo presenta el mayor valor de RMS por lo que se concluye que de las superficies estudiadas es la que presenta más irregularidades.

La asimetría (Ssk) indica la falta de simetría en la distribución de las observaciones con respecto a la media. Una asimetría negativa indica la presencia de algunos valores extremadamente bajos y una asimetría positiva indica la existencia de algunos valores extremadamente altos [15]. De la Tabla 4.1 se puede observar que el ánodo presenta la mayor asimetría de las muestras, lo cual se condice con que el ánodo presenta el mayor valor medio de la altura y el mayor valor de RMS.

Al tener una superficie más rugosa en el ánodo, se podría tener una disminución de sitios activos disponibles para las reacciones electroquímicas y puede complicar el transporte eficiente de electrones, lo cual afecta la eficiencia de la conversión electroquímica.

En general, superficies rugosas en los electrodos pueden provocar una distribución no uniforme de la corriente afectando la eficiencia y la estabilidad operativa.

El valor de RMS obtenido para la membrana es de 13,3 nm. Al comparar este resultado con los valores presentados por Poornesh y col. (2015) [16], se observa que el valor medido es el doble del valor presentado por estos autores, el cual corresponde a 5,14 nm para una membrana sin uso. Un mayor valor de rugosidad en la membrana podría generar obstáculos en la conducción eficiente de protones a través de la membrana, lo cual afecta la eficiencia de la transferencia iónica necesaria para la generación de corriente eléctrica. También puede contribuir a una mayor resistencia iónica, lo cual se traduce en una pérdida de voltaje y una reducción del rendimiento general de la celda. Finalmente, rugosidades pronunciadas pueden aumentar el desgaste y la posibilidad de daño mecánico en la membrana lo cual puede afectar la durabilidad y la vida útil de la celda.

4.2. Espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS)

El análisis de los datos se realiza mediante el método de circuito equivalente (Figura 4.4). En la Tabla 4.2 se explican los componentes del circuito equivalente.

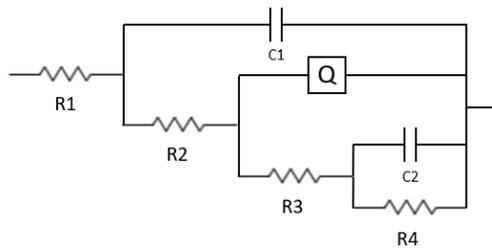


Figura 4.4. Circuito equivalente propuesto.

Tabla 4.2. Componentes del circuito equivalente propuesto.

| Circuito equivalente propuesto | |
|---------------------------------------|--|
| R1 | Resistencia de la solución |
| R2 | Resistencia de la interfase |
| R3 | Resistencia de una posible capa de recubrimiento formada |
| R4 | Resistencia del material |
| C1 | Capacitancia de la interfase |
| C2 | Capacitancia del material |
| Q | Difusividad del recubrimiento |

En la Figura 4.5. se observan los diagramas de Nyquist con los valores medidos y los valores calculados, de los cuales se extrae información respecto a la resistencia a la corrosión de los electrodos.

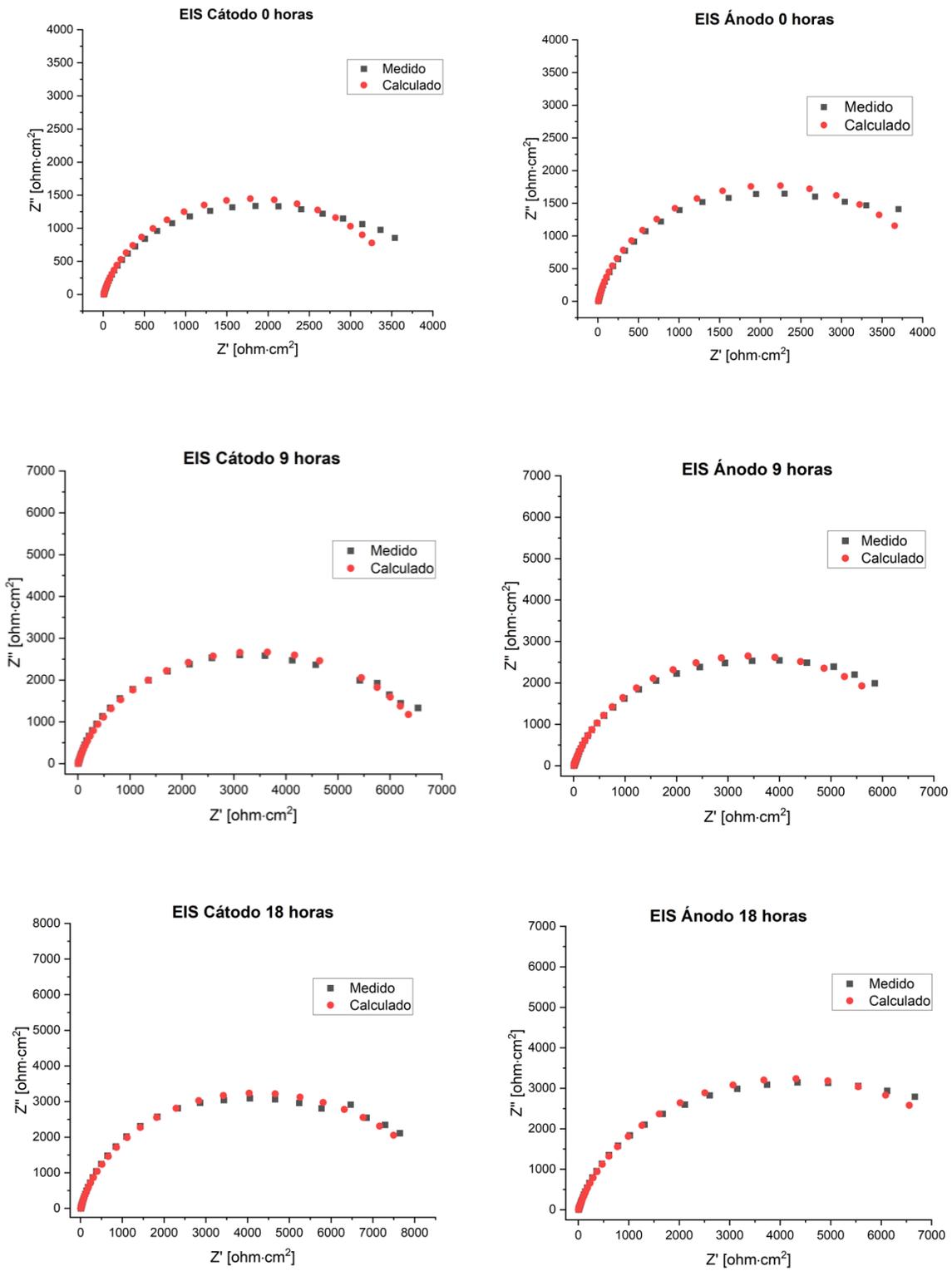


Figura 4.5. Diagramas de Nyquist con valores calculados y valores medidos.

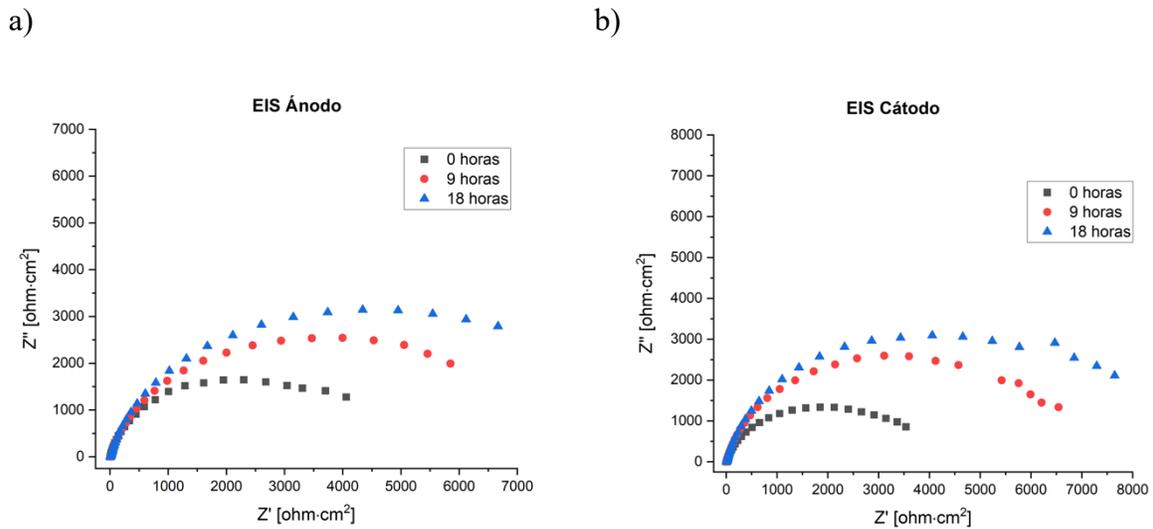


Figura 4.6. Diagramas de Nyquist a diferentes horas de funcionamiento de la celda para a) ánodo y b) cátodo.

Para cada aproximación del circuito equivalente se realiza una bondad de ajuste mediante el valor de Chi cuadrado, el cual debe estar en el orden de 10^{-3} como mínimo para ser considerada correcta. Para esta investigación se obtuvo valores del orden de 10^{-4} y 10^{-3} .

Además, mediante el software *Gamry Echem Analyst*TM se utilizó la relación de Kramer-Kroning para corroborar que los datos obtenidos estuviesen correctamente tomados y no presentaran ruido ambiental. Con esta relación se obtuvo un valor del orden de 10^{-4} y 10^{-5} mediante el ajuste automático del software a los sets de datos.

Una menor resistencia del sistema a las perturbaciones electrónicas externas se traduce en una mejor conductividad bajo condiciones de trabajo. La resistencia está directamente relacionada con la resistividad, que representa la resistencia eléctrica específica considerando tanto la superficie como la longitud del material. Las unidades de la resistividad son $\Omega \cdot cm^2$. [13].

De la Figura 4.5. se nota que los valores de la impedancia tanto para el ánodo como para el cátodo a pesar de presentar diferencias, se encuentran en el mismo orden de magnitud y en ningún caso superan los 8000 ($\Omega \cdot cm^2$).

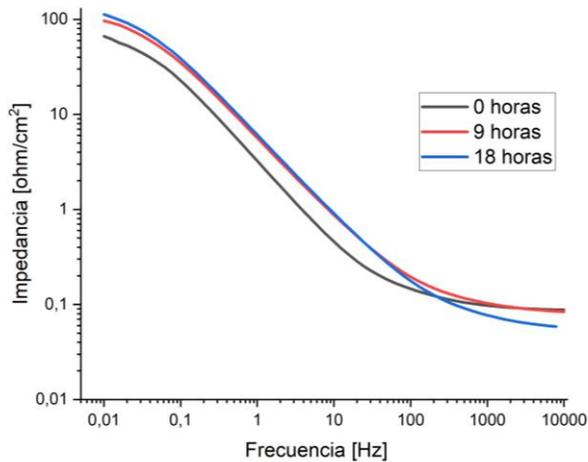
De acuerdo con la Figura 4.5, es posible contrastar los resultados obtenidos con los proporcionados por Medina (2015) [13]. Se observa que los datos de esta investigación son de 2 órdenes de magnitud mayor que los obtenidos por Medina (2015) [13], lo cual implica que los electrodos de esta investigación presentan una menor conductividad.

Comparando los resultados obtenidos con el material de referencia (Sigraflex) presentado por Medina (2015) [13], se observa que el Sigraflex presenta valores de impedancia de 2 órdenes de magnitud mayores que los presentados en esta investigación, por lo tanto, los electrodos en estudio tienen una menor resistencia a las perturbaciones electrónicas externas y por ende una mejor conductividad.

De la Figura 4.6 se observa que a medida que aumentan las horas de funcionamiento de la celda aumentan también los valores de impedancia de los electrodos, lo cual se puede asociar a los procesos de degradación que afectan las interfaces electrodo-electrolito. Algunas de las razones pueden ser la contaminación y acumulación de productos de reacción lo cual interfiere con las reacciones electroquímicas resultando en un aumento de la resistencia a la transferencia de carga. También se puede deber a la corrosión de los materiales en los electrodos y a la pérdida de material debido al desgaste.

Complementario a los diagramas de Nyquist, se obtienen los diagramas de Bode, los cuales resultan de graficar el módulo de la impedancia $|Z|$ (Ω/cm^2) en función de la frecuencia (Hz) (Figura 4.7).

a)



b)

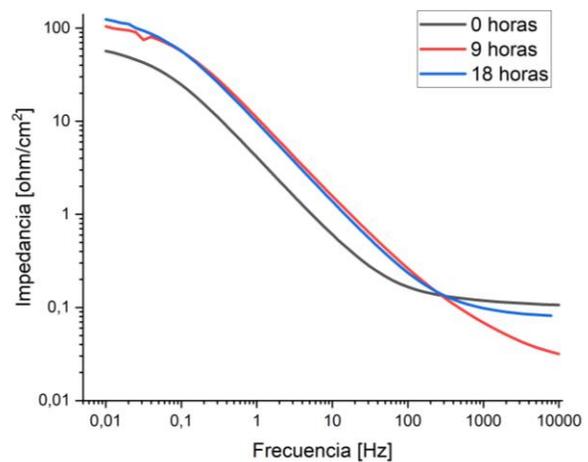


Figura 4.7. Diagrama de Bode a diferentes horas de funcionamiento de la celda para a) ánodo, b) cátodo.

En la Figura 4.7 se observa que los valores de impedancia se mantienen en los 100 (Ω/cm^2), lo cual es indicio de buenas propiedades de conducción eléctrica ante estímulos externos del material. Comparando estos datos con Medina (2015) [13], se observan resultados en el mismo orden de magnitud, lo cual es deseable ya que implica que se tiene una resistividad baja.

Al comparar los diagramas de Bode con Wagner (2011) [17] se obtienen gráficas con comportamientos similares y valores de impedancia dentro de los mismos órdenes de magnitud.

Además, se observa que no existen cambios significativos en el tiempo, ya que la impedancia aumenta levemente en las 18 horas de trabajo tanto en el ánodo como en el cátodo. En la zona de altas frecuencias se observa que la curva de las 18 horas presenta la menor impedancia para el ánodo y la de 9 horas para el cátodo, sin embargo, todos presentan aproximadamente el mismo comportamiento. Aunque los valores son diferentes entre sí, todos están en el mismo orden de magnitud. En las zonas de altas frecuencias se refleja el comportamiento superficial de las muestras (la interface electrolito electrodo) lo cual explica que todas las muestras tengan un comportamiento similar ya que el electrolito es el mismo para todos los casos [13].

En las zonas de bajas frecuencias se refleja el comportamiento del electrodo en el interior, alejándose de la superficie y de la interface electrolito-electrodo. Aquí se observa que se tiene un comportamiento similar para las 3 horas de trabajo distintas, sin embargo, a las 0 horas se presenta la menor impedancia, lo cual ocurre porque el material aún no se ha corroído ni degradado.

Además, en ambos diagramas (Nyquist y Bode) se observa que tanto ánodo como cátodo presentan comportamientos similares, lo cual se puede deber a que operan en condiciones similares y tienen un diseño simétrico.

4.3. Ruido electroquímico (REQ)

Con las mediciones de REQ se obtiene información electroquímica de los electrodos.

En la Figura 4.8 se tienen las mediciones de REQ en potencial, en la Figura 4.9 se tienen las mediciones de REQ en corriente, las cuales fueron medidas simultáneamente. Con estas mediciones se estudia el efecto del tiempo de uso de la celda de combustible en las respuestas electroquímicas.

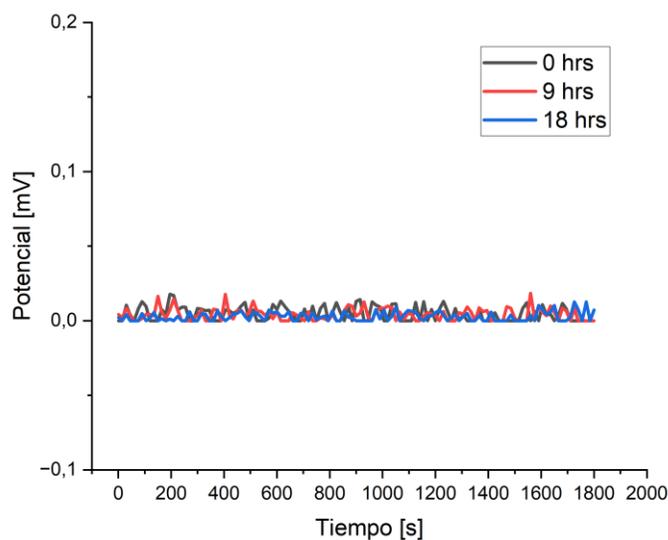


Figura 4.8. Ruido electroquímico en potencial [mV] a las 0, 9 y 18 horas.

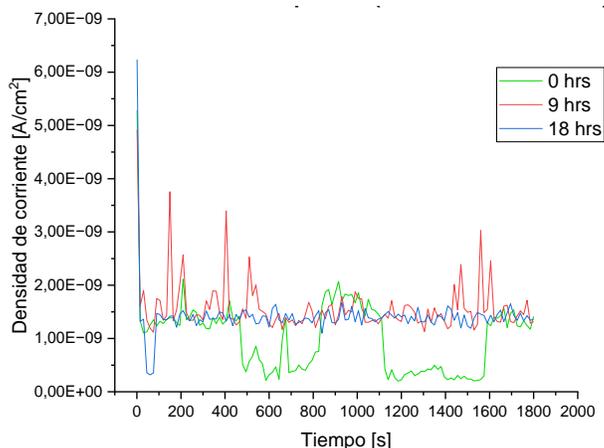


Figura 4.9. Ruido electroquímico en densidad de corriente [A/cm²] a las 0, 9 y 18 horas

En relación al REQ en potencial, se observa que la muestra no tiende a polarizarse, lo cual es evidenciado por el comportamiento casi horizontal de la recta con variaciones mínimas, oscilando entre 0 y 0,02 mV. Con respecto a Medina (2015) [13] este comportamiento es beneficioso, ya que la placa bipolar debe proporcionar una conducción eficiente de la corriente eléctrica entre la zona anódica y la catódica en las condiciones operativas de la celda de combustible. La minimización de la tendencia a polarizarse es importante para mantener un rendimiento óptimo de la placa, evitando así posibles impactos negativos en su eficacia.

Para el REQ en corriente, se observan valores de densidad de corriente que se sitúan en órdenes de magnitud muy bajos. Esto es favorable, ya que indica que, en condiciones de reposo, sin excitación externa, los materiales exhiben una actividad electrónica mínima, asegurando así una estabilidad electroquímica robusta.

Tanto para las mediciones en potencial como en densidad de corriente, se aprecian valores muy cercanos a cero, lo cual puede indicar una respuesta estable y baja fluctuación en las mediciones, lo cual es deseable si se busca una operación electroquímica constante y poco afectada por variaciones o ruido.

En la Tabla 4.3 se tienen los valores promedio para los voltajes y la corriente. Se puede apreciar que las pruebas realizadas a las 0 y 18 horas de funcionamiento de la celda tienen valores similares, lo cual se confirma en las gráficas con su comportamiento similar.

Tabla 4.3. Estadígrafos de las mediciones de REQ a las 0 y 18 horas.

| | Prueba 1 (0 horas) | Prueba 3 (18 horas) |
|-----------------|---------------------------|----------------------------|
| $V_{prom}[mV]$ | 4,66E-03 | 2,80E-03 |
| $I_{prom}[A]$ | 8,11E-09 | 1,13E-08 |
| $\sigma_v [mV]$ | 2,51E-05 | 9,46E-06 |
| $\sigma_i [A]$ | 2,99E-17 | 1,48E-17 |
| $R_n [\Omega]$ | 8,39E+11 | 6,38E+11 |

Mediante un tratamiento estadístico de los datos se obtienen los valores de resistencia al ruido electroquímico (R_n). La prueba realizada al inicio, a las 0 horas, exhibe la resistencia más alta al ruido, con un valor de $8,39E+11 \Omega$. Posteriormente, a las 18 horas, el valor de R_n resulta ser ligeramente inferior al valor medido en el punto inicial, lo cual indica una conservación de la estabilidad en el paso del tiempo. Con estos datos, se confirma una respuesta estable del sistema, lo cual sugiere que el sistema no es altamente propenso a variaciones o perturbaciones externas.

4.4. Caracterización electrónica.

A continuación, se presentan las gráficas resultantes de la caracterización electrónica realizada durante el funcionamiento de la celda de combustible al ingresar la corriente de hidrógeno a diferentes flujos volumétricos y diferentes humedades relativas. Las mediciones fueron llevadas a cabo mediante un multímetro, como se detalla en el inciso 3.2.5.2.

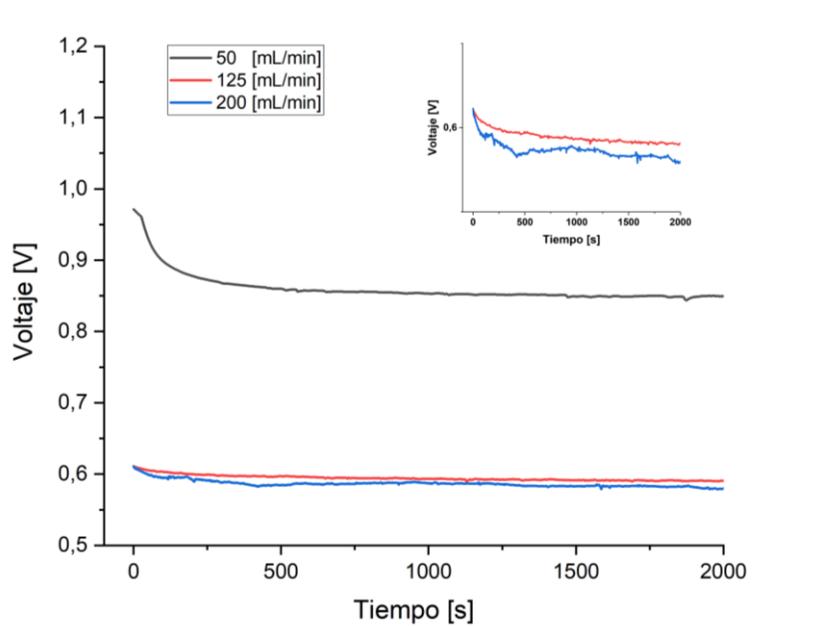


Figura 4.10. Mediciones de voltaje [V] a diferentes flujos volumétricos [mL/min] a una humedad relativa de hidrógeno de 90%.

En el análisis de la gráfica de voltaje versus tiempo, se evidencia que el voltaje alcanza una estabilización a los 500 segundos aproximadamente. El flujo de hidrógeno a 50 mL/min exhibe el voltaje más elevado, mientras que el flujo a 200 mL/min registra el voltaje más bajo, con mínimas variaciones con respecto al flujo de 125 mL/min. Este fenómeno podría atribuirse a una saturación de hidrógeno, ya que, al introducir más hidrógeno sin aumentar el suministro de oxígeno, se crea un exceso de hidrógeno en la celda, limitando su capacidad de reacción adecuada. Es posible que, al reducir el flujo de hidrógeno, se esté operando más cerca de una relación estequiométrica ideal, lo cual puede resultar en una mayor eficiencia de la celda.

Adicionalmente, se observa que la curva correspondiente al flujo de 200 mL/min presenta mayores fluctuaciones, sugiriendo una menor estabilidad en las mediciones.

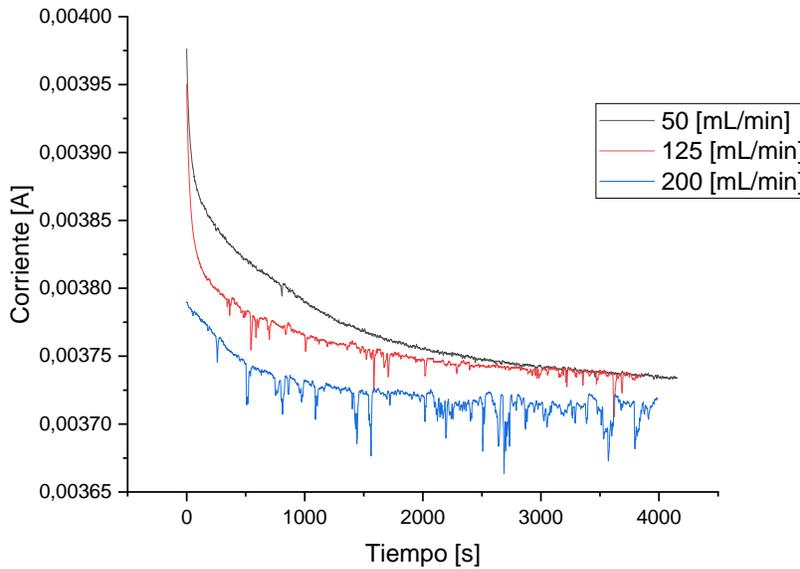


Figura 4.11. Mediciones de corriente eléctrica a diferentes flujos volumétricos [ml/min] a una humedad relativa de hidrógeno de 70%.

En la Figura 4.11 se observa que el flujo de hidrógeno a 50 mL/min tiene la corriente más elevada, mientras que el flujo a 200 mL/min registra la corriente más baja. Sin embargo, entre las tres mediciones se tienen mínimas variaciones. Además, se observa que la medición correspondiente al flujo de 200 mL/min presenta mayores fluctuaciones, sugiriendo una menor estabilidad. Esta gráfica confirma las conclusiones mencionadas de la Figura 4.10 y reafirma que el mejor caso se da para el flujo volumétrico de 50 mL/min.

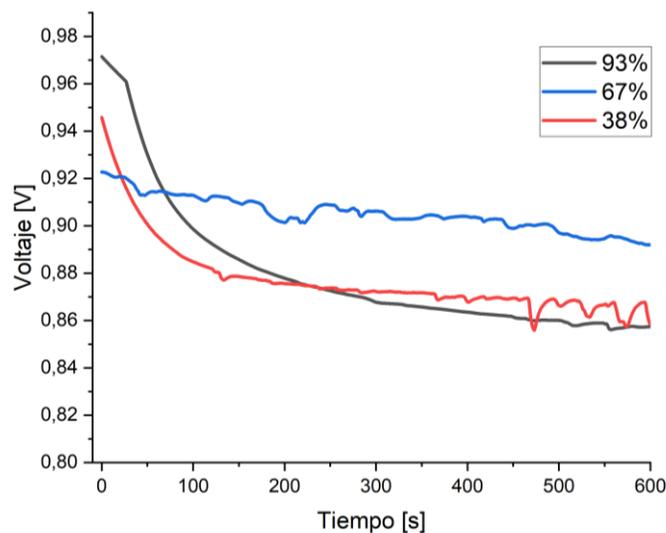


Figura 4.12. Mediciones de voltaje a diferentes humedades relativas de hidrógeno [%] a un flujo volumétrico de 50 [ml/min].

En relación a la Figura 4.12 se puede observar que, hasta los 200 segundos, la humedad relativa del 93% presenta un voltaje mayor que la humedad relativa del 40%, luego la curva de HR del 40% se estabiliza superando el voltaje de la curva del 90% de HR. En cambio, la HR del 67% no tiene una caída abrupta y se mantiene relativamente constante desde el comienzo.

Es esperable que a mayor humedad relativa se obtenga mayor voltaje, ya que facilita las reacciones electroquímicas y mejora la conducción iónica, además de que en condiciones de baja humedad puede ocurrir una deshidratación de la membrana lo cual puede provocar daños en la celda, sin embargo, en este caso un exceso de humedad podría haber ocasionado una saturación en la celda, lo cual provoca una baja en el rendimiento de la misma, por lo tanto la mejor opción en términos de voltaje no sería ninguna de las HR extremas si no que la HR del 67%.

Comparando los resultados obtenidos con los presentados por Wagner (2011) [17] se ve que los valores obtenidos para el voltaje en esta investigación son ligeramente mayores a los de Wagner (2011) [17], sin embargo, en ambos estudios se obtienen mediciones en los mismos órdenes de magnitud.

Mediante el software Statgraphics, se realiza un tratamiento estadístico de datos, empleando un análisis de varianza (ANOVA) factorial para investigar las relaciones entre las variables dependientes: corriente y voltaje con dos factores independientes: flujo volumétrico de hidrógeno y humedad relativa del hidrógeno. Este enfoque estadístico permite estudiar la influencia de ambos factores en las mediciones de corriente y voltaje.

Los resultados obtenidos proporcionan una comprensión más profunda de cómo las variaciones en el flujo volumétrico y la humedad relativa afectan las respuestas eléctricas.

Los estadígrafos obtenidos se describen en la Tabla 4.4:

Tabla 4.4. Estadígrafos del ANOVA para el voltaje por el flujo volumétrico del hidrógeno.

| Estadígrafo | |
|--------------------------------|---------|
| Suma de cuadrados entre grupos | 4,25 |
| Suma de cuadrados intra grupos | 1,16 |
| Cuadrados medios entre grupos | 2,12 |
| Cuadrados medios intra grupos | 0,00370 |
| Valor p asociado | ~0,00 |

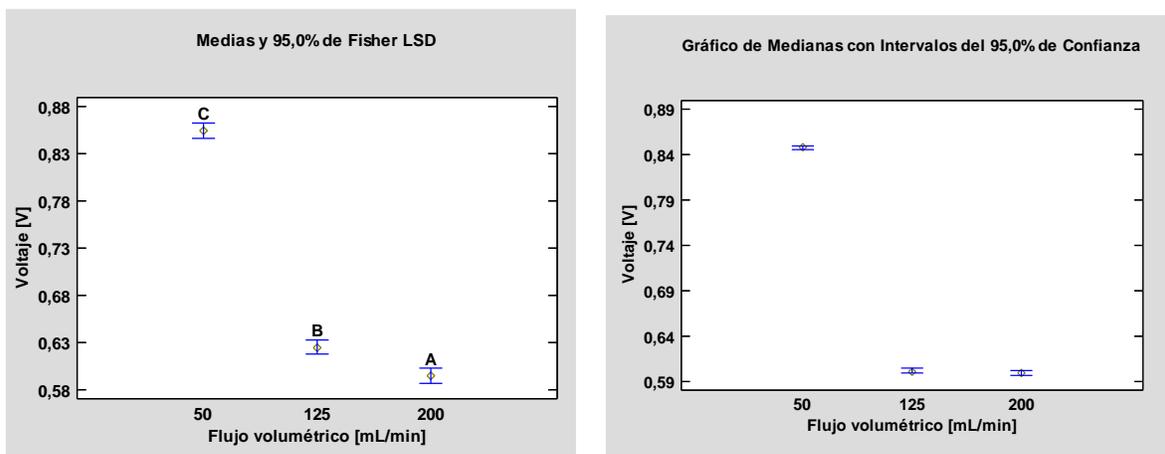


Figura 4.13. Gráfico de medias y medianas para el voltaje [V] a distintos flujos volumétricos de hidrógeno [mL/min]

Dado que el valor-P de la prueba-F es menor que 0,05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre la media de voltaje entre un nivel de flujo volumétrico y otro, con un nivel del 5% de significación.

Luego, mediante la prueba de múltiples rangos, se determina cuáles medias son significativamente diferentes de otras. La prueba indica que todos los grupos de flujos volumétricos (50,125,200 mL/min) muestran diferencias estadísticamente significativas entre ellos con un nivel del 95,0% de confianza.

Se observa, de la gráfica, que la mayor media de voltaje se obtiene con un flujo de 50 mL/min, lo cual coincide con la mediana.

Tabla 4.5. Estadígrafos del ANOVA para el voltaje por la humedad relativa del hidrógeno.

| Estadígrafo | |
|--------------------------------|---------|
| Suma de cuadrados entre grupos | 2,99 |
| Suma de cuadrados intra grupos | 1,70 |
| Cuadrados medios entre grupos | 0,370 |
| Cuadrados medios intra grupos | 0,00580 |
| Valor p asociado | ~0,00 |

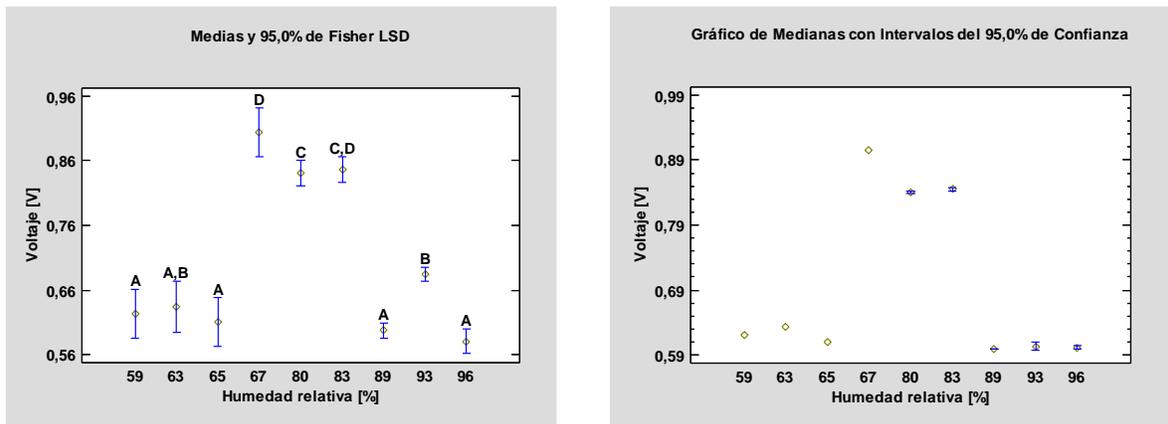


Figura 4.14. Gráfico de medias y medianas para el voltaje [V] a distintas humedades relativas.

Para las mediciones de voltaje con variación de humedad relativa, se obtiene un valor-P menor que 0,05, por lo que existe una diferencia estadísticamente significativa entre la media de voltaje entre un nivel de HR y otro, con un nivel del 5% de significación.

Se obtiene, además, mediante la prueba de múltiples rangos, que no existen diferencias estadísticamente significativas entre las HR de: 96%,89%, 65%, 63% y 59%; 63% y 93%; 80% y 83%; 83% y 67%.

De las gráficas se observa que la mayor media de voltaje se obtiene con un 67% de HR, lo cual coincide con la mediana.

Tabla 4.6. Estadígrafos del ANOVA para la corriente por el flujo volumétrico del hidrógeno.

| Estadígrafo | |
|--------------------------------|---------|
| Suma de cuadrados entre grupos | 5,01E-8 |
| Suma de cuadrados intra grupos | 2,97E-7 |
| Cuadrados medios entre grupos | 2,51E-8 |
| Cuadrados medios intra grupos | 1,11E-9 |
| Valor p asociado | ~0,00 |

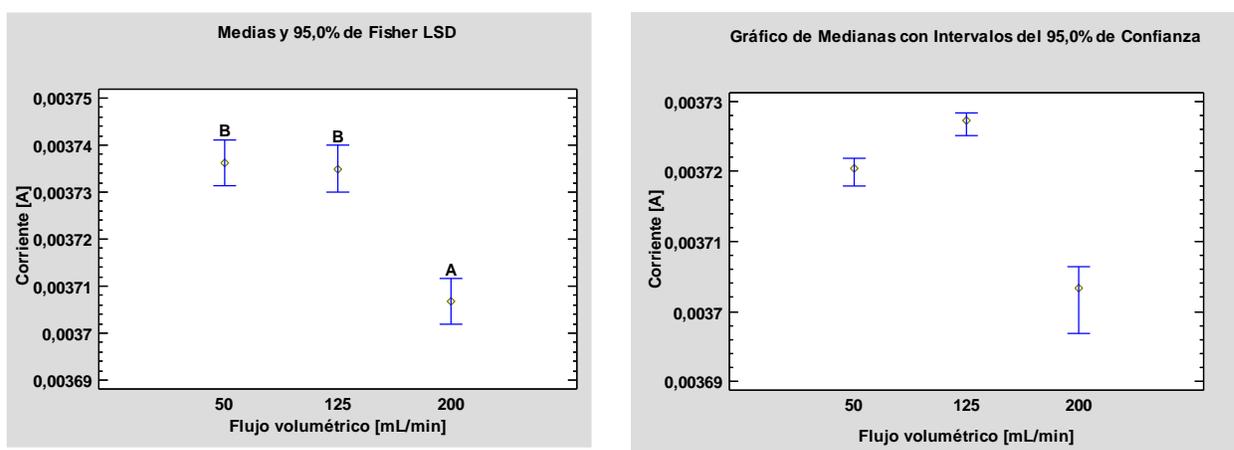


Figura 4.15. Gráfico de medias y medianas para la corriente [A] a distintos flujos volumétricos [ml/min].

Para el caso de las mediciones de corriente a diferentes flujos volumétricos del hidrógeno, se obtiene un valor-P asociado menor que 0,05, por lo que existe una diferencia estadísticamente significativa entre la media de corriente entre un nivel de flujo volumétrico y otro, con un nivel del 5% de significación.

Además, resulta que no existen diferencias estadísticamente significativas entre 50 y 125 mL/min.

Se observa que la mayor media de corriente eléctrica se presenta para 50 y 125 mL/min, sin embargo, la mayor mediana se observa para 125 mL/min, lo cual no coincide con la media y se puede deber a la existencia de datos anómalos.

Mediante el ANOVA factorial se concluye que tanto la humedad relativa como el flujo volumétrico del hidrógeno son variables que influyen directamente en el voltaje de la celda de combustible y por lo tanto en la eficiencia de la celda.

Al comparar las mediciones realizadas con los valores de voltajes presentados por el proveedor [18] se obtienen valores ligeramente menores y por ende los resultados obtenidos son considerados favorables. Finalmente, se calcula la eficiencia de la celda de combustible. El voltaje teórico de la celda es de 0,96 V [18], mientras que el voltaje máximo medido en condiciones reales alcanza un promedio de 0,914 V. Por ende, la eficiencia resultante es del 95% en términos de voltaje. Este máximo voltaje medido se registra bajo condiciones específicas de un flujo de hidrógeno de 50 mL/min y una humedad relativa de hidrógeno del 67%. Además, la corriente eléctrica bajo estas condiciones es de 0,00372 A.

5. Conclusiones

De la caracterización morfológica, se tiene que, entre las superficies estudiadas, el ánodo es la que presenta el mayor valor de RMS, de asimetría y de altura, por lo que se concluye que es la superficie que presenta más irregularidades, lo cual podría causar una disminución de sitios activos disponibles para las reacciones electroquímicas y por lo tanto afectar el rendimiento de la celda de combustible.

Es crucial optimizar la rugosidad de las superficies de los electrodos para garantizar un rendimiento eficiente y una vida útil prolongada de la celda de combustible.

En relación a la membrana, esta presentó un valor de RMS mayor que el de la literatura, lo cual podría generar obstáculos en la conducción eficiente de protones a través de la membrana y contribuir a una mayor resistencia iónica.

Se sugiere realizar pruebas de AFM al empezar y finalizar las pruebas de funcionamiento de la celda para evaluar morfológicamente el deterioro de la membrana y de los electrodos. Además, es necesario realizar otro tipo de caracterizaciones morfológicas para obtener un estudio completo de la estructura y de las propiedades mecánicas de las partes.

De los resultados obtenidos en la espectroscopía de impedancia electroquímica se concluye que los electrodos presentan buenas propiedades de conducción eléctrica ante estímulos externos del material y una baja resistividad. Además, los electrodos presentan una estabilidad en el tiempo ya que no existen cambios significativos en los valores de impedancia ni en el comportamiento.

Se sugiere realizar mediciones de EIS in situ a la celda, para complementar los resultados obtenidos, ya que así se evalúa la celda a las condiciones de operación reales y se mantiene monitoreo continuo de su comportamiento.

De las mediciones de ruido electroquímico, se concluye que los electrodos presentan una actividad electrónica mínima lo cual asegura una estabilidad electroquímica robusta y poco afectada por variaciones o ruido externo. Además, del valor de R_n se concluye que los materiales presentan estabilidad en el paso del tiempo.

De la caracterización electrónica y el tratamiento estadístico de datos se concluye que, de las condiciones de operación estudiadas, la que entrega valores de voltaje más altos es la de un flujo volumétrico de 50 mL/min y de una humedad relativa del 67%.

Se concluye que un exceso de humedad no es beneficioso para la celda ya que la satura y reduce su rendimiento, pero una falta de humedad puede provocar daños estructurales en la membrana y una disminución en el rendimiento, por lo que se debe trabajar con humedades que bordeen los 67% para obtener el máximo voltaje.

Además, con las gráficas obtenidas se evidencia que el voltaje alcanza una estabilización a los 500 segundos aproximadamente, por lo que realizar pruebas más largas solo ocasionan un gasto innecesario de hidrógeno, por lo que se sugiere realizar pruebas de no más de 10 minutos.

Es recomendable realizar mediciones con flujos volumétricos que vayan desde 50 hasta 125 para estudiar cómo se comporta la celda dentro de esos parámetros. Además, se sugiere realizar pruebas aumentando el hidrógeno, pero aumentando también el flujo de oxígeno y realizar pruebas con oxígeno directo y con aire directo para poder contrastar los diferentes modos de operación que la celda tiene.

Del ANOVA factorial se concluye que tanto el flujo volumétrico como la humedad relativa del hidrógeno muestran diferencias significativas entre los grupos, por lo que son variables que influyen directamente en el voltaje de la celda y por ende son importantes de evaluar al estudiar la optimización del rendimiento de la celda.

Sobre la puesta en marcha de la celda, se concluye que los elementos de control son suficientes para evaluar el rendimiento de la celda y que aún se pueden realizar más evaluaciones con la configuración propuesta e instalada.

6. Referencias

- [1] Alvarado-Flores, J. (2013). Estudio comparativo de las diferentes tecnologías de celdas de combustible. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, Vol 52, 3, 105-117. <https://doi.org/10.3989/cyv.142013>
- [2] Hernández, M. E. (2004). *Evaluación de ensambles membrana-electrodo de una celda combustible tipo PEM* [Tesis de maestría en electroquímica]. Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica.
- [3] Viera, E. (2018). *Optimización de celdas de combustible de tipo PEM aplicando algoritmo de recocido simulado* [Tesis para obtener el grado de Maestría en Ingeniería y Ciencias Aplicadas]. Universidad Autónoma del Estado de Morelos.
- [4] *Celdas de combustible* (2023, 23 agosto). Vaisala. <https://www.vaisala.com/es/industries-applications/fuelcell>
- [5] BudgetSensors (s.f.). *Contact-AI-G AFM Probe – BudgetSensors*. <https://www.budgetsensors.com/contact-mode-afm-probe-aluminum-contact>
- [6] Yang Li, Troy; Wen-Jin Meng. Okemos; Swathy Swathirajan, West Bloomfield; Stephen J. Harris, Bloomfield; Gary L. Doll, Orion Township, Oakland County, all of Mich. (1997). *Corrosion Resistant PEM Fuel Cell*. (United States: 5,624,769). General Motors Corporation. <https://patentimages.storage.googleapis.com/cb/0f/f5/a2e678928df52e/US5624769.pdf>
- [7] Lopes, M., Ett, G., Altobelli, R. (2013) Corrosion and thermal stability of multi-walled carbon nanotube–graphite–acrylonitrile–butadiene–styrene composite bipolar plates for polymer electrolyte membrane fuel cells. *Journal of Power Sources*, 221, 345-355, doi.org/10.1016/j.jpowsour.2012.08.052.
- [8] Lee, S.-J., Huang, C.-H., Lai, J.-J., & Chen, Y.-P. (2004). Corrosion-resistant component for PEM fuel cells. *Journal of Power Sources*, 131(1-2), 162–168. [doi:10.1016/j.jpowsour.2004.01.008](https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2004.01.008)
- [9] Espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS), parte 2: Configuración del experimento. (2023, 29 agosto). Metrohm.

https://www.metrohm.com/es_es/applications/application-notes/autolab-applikationen-anautolab/an-eis-002.html

[10] J. J. Giner-Sanz, E. M. Ortega, and V. Pérez-Herranz, “Application of a Montecarlo based quantitative Kramers-Kronig test for linearity assessment of EIS measurements,” *Electrochim Acta*, vol. 209, pp. 254–268, 2016, doi: 10.1016/j.electacta.2016.04.131.

[11] M. C. H. Mckubre, D. D. Macdonald, B. Sayers, and J. R. Macdonald, *Measuring Techniques and Data Analysis*. 2005. doi: 10.1002/0471716243.ch3

[12] Cottis, R. A. (2001). Interpretation of Electrochemical Noise Data. *CORROSION*, 57(3), 265–285. doi:10.5006/1.3290350

[13] Medina, R. (2015). *Optimización y caracterización de materiales para su uso en placas bipolares de celdas de combustible hidrógeno de tipo PEM* [Tesis para obtener el grado de Maestría en Ciencia e Ingeniería]. Universidad Nacional Autónoma de Mexico.

[14] H-TEC Education (2019). *Operating Instructions F107 PEM Fuel Cell Kit*. <https://h-tec-education.com/manuals/f107-manual.pdf>

[15] *Data Processing And Analysis: Statistical Analysis*. (2023). Gwyddion. <http://gwyddion.net/documentation/user-guide-en/statistical-analysis.html>

[16] K. K. Poornesh, Chongdu Cho, Yongsug Tak, Effect of Accelerated Chemical Degradation on the Surface Roughness Parameters and Morphology of Fuel Cell Membranes, *American Journal of Materials Science*, Vol. 5 No. 3C, 2015, pp. 175-182. doi: 10.5923/c.materials.201502.34.

[17] Wagner, N. (2011). *Electrochemical Impedance Spectroscopy from: PEM Fuel Cell Diagnostic Tools* CRC Press. <https://www.routledgehandbooks.com/doi/10.1201/b11100-5>

[18] *1-Cell Rebuildable PEM Fuel Cell kit*. (s. f.). H-TEC Education. <https://h-tec-education.com/fuel-cell-kits/1-cell-rebuildable-pemfc-kit-htec-f107>

[19] Rojas Blasco, I. (s. f.). *Modelizado de una pila de combustible PEMFC y desarrollo de interfaz de usuario para su incorporación a librería MATLAB existente* [Proyecto Fin de Carrera]. Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales Universidad de Sevilla.

- [20] Santiago, O. (2016, octubre). *Tipos de pilas de combustible y su clasificación*. Apilados. <https://apilados.com/blog/tipos-de-pilas-de-combustible-su-clasificacion/>
- [21] Spiegel, C. (2017). *History of Fuel Cells*. Fuel Cell Store. <https://www.fuelcellstore.com/blog-section/history-of-fuel-cells>
- [22] Rincón, E. D., & Bermudez, J. (2018). Estado del arte de las celdas de combustible. *Research Gate*. https://www.researchgate.net/publication/334898654_ESTADO_DEL_ARTE_DE_LAS_CELDAS_DE_COMBUSTIBLE
- [23] Barreras, F., Lozano, A. Universidad de Zaragoza. (s. f.). *Hidrógeno. Pilas de combustible de tipo PEM*. <http://www.energia2012.es/sites/default/files/Hidr%C3%B3geno.%20Pilas%20de%20combustible%20de%20tipo%20PEM.pdf>
- [24] Stefanelli, E. J. (s. f.). *Celda de Combustible PEMFC: energía eléctrica a partir de hidrógeno*. Stefanelli. <https://www.stefanelli.eng.br/es/pemfc-energia-electrica-hidrogeno/>
- [25] Spiegel, C. (2018). *Introduction of Fuel Cell Testing*. Fuel Cell Store. <https://www.fuelcellstore.com/blog-section/introduction-to-fuel-cell-testing>
- [26] Spiegel, C. (2017a). *Fuel Cell Characterization*. Fuel Cell Store. <https://www.fuelcellstore.com/blog-section/fuel-cell-characterization>
- [27] Spiegel, C. (2015). *Introduction to Fuel Cell Applications*. Fuel Cell Store. <https://www.fuelcellstore.com/blog-section/intro-fuel-cell-applications>
- [28] Ministerio de Energía Gobierno de Chile. (2021). Guía de apoyo para solicitud de autorización de proyectos especiales de hidrógeno. En *Ministerio de energía*. https://energia.gob.cl/sites/default/files/guia_proyectos_especiales_hidrogeno_2021.pdf
- [29] Ministerio de Energía Gobierno de Chile. (s. f.-b). *Regulación en torno al hidrógeno verde*. H2 Chile. <https://h2chile.cl/regulacion/>

[30] Instituto Nacional de Normalización. (2022). *Normas Chilenas sobre hidrógeno verde*. <https://www.inn.cl/node/3517>

[31] *Safety data sheet Hydrogen, compressed*. SDS No. 8360. ICONSA. 2011

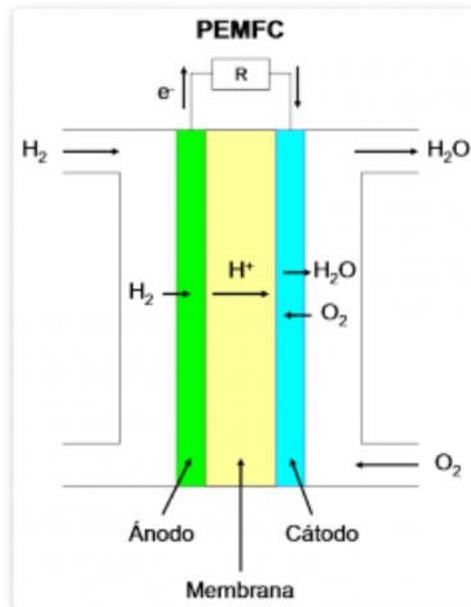
7. Anexos

7.1. Anexo 1: Estado del Arte.

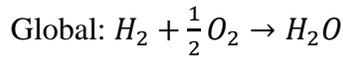
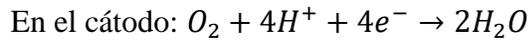
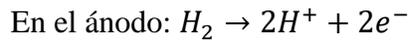
7.1.1. Definición y principios de funcionamiento de las celdas de combustible de membrana de intercambio protónico (PEMFC)

Las celdas de combustible de membrana de intercambio protónico (PEMFC) son un tipo de pila que utiliza hidrógeno como combustible y oxígeno como oxidante para producir electricidad. Estas celdas constan de dos electrodos separados por el electrolito que consiste en una membrana polimérica, la cual es un conductor protónico que permite el paso de iones H^+ y evita el paso de electrones. Durante el funcionamiento, el hidrógeno es introducido por el lado del ánodo, donde se oxida liberando protones y electrones; los protones pasan a través de la membrana hacia el cátodo, mientras que los electrones son forzados a circular por el circuito externo, generando electricidad. En el cátodo, los protones y los electrones se combinan con el oxígeno para formar agua, la cual es evacuada del sistema. Las PEMFC se caracterizan por su alta eficiencia, densidad de corriente y baja temperatura de operación. En la Figura 7.1 se puede ver el funcionamiento de una celda PEMFC [19].

Figura 7.1. Esquema general de una celda de combustible PEMFC [20].



Las reacciones químicas que se producen son las siguientes:



7.1.2. Historia y evolución de las celdas de combustible PEMFC

Las celdas de combustible comenzaron a estudiarse en el siglo XIX y se han investigado exhaustivamente durante la segunda mitad del siglo XX y principios del siglo XXI [21].

En 1800, William Nicholson y Anthony Carlisle describieron el proceso de utilizar electricidad para descomponer el agua en hidrógeno y oxígeno. A William Grove se le atribuye la primera demostración conocida de la pila de combustible en 1839. Grove vio notas de Nicholson y Carlisle y pensó que podría “recomponer el agua” combinando electrodos en un circuito en serie. Lo llevó a cabo con electrodos de platino y zinc sumergidos en una solución electrolítica de ácido sulfúrico diluido, con el oxígeno e hidrógeno como reactivos en los electrodos y observó como el nivel del agua subía en unos contenedores sellados. El dispositivo recibió el nombre de "celda de Grove" [21].

Las celdas de combustible PEMFC fueron desarrolladas en *General Electric* el siglo XX durante la década de los 60, y aplicadas como fuente de energía eléctrica auxiliar para los vuelos de la nave espacial Gemini. En 1987, la empresa *Ballard Power Systems* probó en sus dispositivos una membrana polimérica de *Dow Chemical*, estando el hidrógeno y el oxígeno a 4 atm de presión, que entregó cerca de 4,2 A/cm² a una tensión de 0,5 V por celda, lo cual representa una densidad de potencia de 2,1 W/cm² [19].

En los primeros años de la década de 1990, se comienza a considerar el uso de este tipo de celdas de combustible tanto para el suministro energético de pequeños aparatos portátiles como para vehículos terrestres. El gran reto era reducir el efecto nocivo del monóxido de carbono (CO), un subproducto de la obtención de hidrógeno mediante reformado, ya que envenenaba fuertemente los catalizadores de platino [19].

En la actualidad existen diversos estudios sobre modelamiento, eficiencia y envejecimiento de las celdas de combustible, como los siguientes:

(Ying et al., 2018) Realizaron una revisión del aumento en el rendimiento de las celdas de combustible generado por las interacciones entre sílice (carga inorgánica más común) y varios polímeros, se deduce que los materiales de sílice actuales muestran una gran mejora en la conductividad del protón, mecánica y estabilidades térmicas [22]

(Zhang et al., 2018) Elaboraron una revisión de los factores que intervienen en la degradación en las PEMFC, con este análisis se busca proporcionar una base teórica para resolver este problema [22].

(Spada et al., 2018) Evaluación comparativa de riesgos en accidentes para el sector energético de los 28 países de la Unión Europea con énfasis en el hidrógeno y FC, se registran tasas de mortalidad más bajas con estas tecnologías [22].

7.1.3. Componentes y estructura de las PEMFC. Explicación de como los componentes contribuyen al rendimiento global y eficiencia de la celda.

Una celda de combustible PEMFC está compuesta por varios componentes, los cuales deben ser diseñados y optimizados para favorecer el rendimiento de la misma. A continuación, se describirán los principales componentes que forman parte de las PEMFC:

Electrolito: Se trata de una membrana de intercambio protónico sólida compuesta por un polímero sulfonado de politetrafluoroetileno (PTFE). En las celdas PEMFC de baja temperatura, el electrolito comercial más común es el Nafion. Estas membranas se caracterizan por poseer un alto grado de conducción protónica, ser impermeables a los gases y aislantes eléctricos [23]. Esta última propiedad es fundamental para el funcionamiento de la celda, ya que, si la membrana presentara conductividad eléctrica, los electrones migrarían por ella en vez de por el circuito externo, lo que causaría un cortocircuito en la celda [24].

Sin embargo, todas estas características se dan sólo en condiciones de operación específicas o no se cumplen completamente, convirtiéndose en las principales causas de pérdidas de voltaje en la celda y un componente fundamental para el rendimiento de la misma. Se ha comprobado que la cantidad de agua contenida en el polímero es determinante en el funcionamiento de la celda debido a que una correcta hidratación fomenta la circulación protónica, es por esto que la gestión del agua es una de las principales claves en el desarrollo de las celdas [23].

Al aumentar la temperatura, hay un aumento de la velocidad de una reacción química. Por esto, existe un gran interés en las membranas modificadas para aumentar la temperatura de funcionamiento de la celda, consecuentemente la densidad eléctrica y así reducir la cantidad de material noble requerido para la generación de elevadas corrientes eléctricas [24].

Electrodos: consiste en una delgada capa catalítica localizada entre la membrana y las capas difusoras, presente tanto en el ánodo como en el cátodo. Están formados por un material carbonoso altamente poroso (alta superficie específica) en el cual se soportan las moléculas de catalizador de manera uniforme. Es en estos centros activos donde se producen las reacciones electroquímicas del ánodo y del cátodo. Cuanto mayor sea el número de estos puntos de contacto, mayor número de reacciones podrán producirse simultáneamente, resultando el voltaje efectivo obtenido también más alto, afectando directamente en el rendimiento [23].

El soporte carbonoso debe poseer una elevada conductividad eléctrica, una alta porosidad y una alta estabilidad química y mecánica. Por otro lado, es necesario que la fase activa o catalizador tenga un elevado número de centros activos (deben ser partículas pequeñas y muy bien dispersas), así como una alta actividad intrínseca de los sitios activos para que sea capaz de superar los sobrepotenciales de reacción anódica y catódica, las resistencias óhmicas y las de transporte de masa [23].

Debido a la baja temperatura de funcionamiento de la celda PEMFC (menos de 100°C), es necesario usar metales nobles (como platino o rutenio, reducidos a nano partículas) como catalizadores para lograr alcanzar corrientes eléctricas elevadas [24]. En caso de que no hubiese catalizador, el enlace de hidrógeno sería difícil de romper y una cantidad menor de iones H⁺ sería generado en el mismo intervalo de tiempo. En consecuencia, se produciría una corriente eléctrica mucho más pequeña (pues la corriente eléctrica es una medida directa de la velocidad de las reacciones químicas implicadas que la generan) [24].

Estos elementos (membranas poliméricas y las dos capas catalíticas), más las capas difusoras que sirven de soporte mecánico a los electrodos, forman una única unidad llamada “sistema membrana-electrodo” (MEA, según la literatura inglesa) [23].

Placas bipolares: Están diseñadas para funcionar como separadores entre celdas individuales y proporcionan soporte estructural, además de permitir el flujo de gases y distribuir uniformemente los reactantes y productos de la celda.

En el caso de monoceldas únicamente existen dos placas que encierran entre sí al resto de componentes. En estos casos, estas placas deben poseer las conexiones de entrada y salida de gases, los canales para la distribución de gases en la superficie del electrodo, así como del sistema de cierre [23].

Su función principal es hacer una primera distribución de gas a lo largo de la capa de difusión. Poseen serpentines mecanizados en sus caras, con el fin de maximizar la distribución de los gases y la eliminación del agua generada en el proceso. También son responsables de mantener las capas juntas, prensadas entre ellas.

Las celdas PEMFC funcionan conduciendo iones H^+ , estos iones elevan la acidez interna de la celda, lo que resulta en un ambiente de pH cercano a cero y difícilmente un metal resistiría la corrosión en este medio. Además, deben poseer una elevada conductividad eléctrica, ya que ellas reciben toda la corriente eléctrica de la difusión de las capas porosas. La solución tecnológica disponible son placas hechas de carbono muy duras, difíciles de ser trabajadas y extremadamente frágiles a impactos, por lo que, estas piezas, a pesar de ser de forma sencilla, son un desafío de ingeniería de materiales y de procesos de fabricación [24].

7.1.4. Métodos y protocolos comunes para la puesta en marcha, desafíos asociados con la puesta en marcha. Técnicas de caracterización utilizadas para evaluar el rendimiento de las PEMFC.

Dado que una única celda de combustible no proporciona la potencia necesaria para la mayoría de los dispositivos, los fabricantes las apilan en serie, razón por la que se llaman pilas de celdas de combustible. A medida que aumenta el número de celdas en la pila, se incrementa el voltaje. Del mismo modo, una mayor área en los electrodos conlleva un aumento en la corriente. El voltaje multiplicado por la corriente es la potencia total de salida de la pila de combustible [25].

En la puesta en marcha de la celda de combustible se deben incorporar equipos que realicen mediciones eléctricas.

Un dispositivo que mide corriente, resistencia y voltaje, o amperios, ohmios y voltios, es el multímetro o medidor multiuso. Se utiliza un multímetro para realizar diversas mediciones, como voltaje CA y CC, corriente CA y CC y resistencia. Se llama multímetro porque combina las funciones de un voltímetro, un amperímetro y un óhmetro, entre otras aplicaciones [25].

Un osciloscopio es un instrumento muy útil para probar circuitos porque permite ver las señales en diferentes puntos del circuito. La mejor manera de probar un sistema electrónico es monitorear las señales en la entrada y salida de cada bloque del sistema, verificando que cada bloque esté funcionando correctamente y esté correctamente vinculado con el siguiente [25].

En la mayoría de las aplicaciones, el gráfico muestra cómo cambian las señales con el tiempo. El eje vertical (Y) representa el voltaje y el eje horizontal (X) representa el tiempo. Con un osciloscopio, se puede determinar los valores de tiempo y voltaje de una señal, ver las "partes móviles" de un circuito representado por la señal y descubrir qué parte de una señal es corriente continua (CC) o corriente alterna (CA), entre otras cosas [25].

Si se tiene un equipo de prueba limitado, se puede comenzar a probar las celdas de combustible con un multímetro, un monitor de temperatura/humedad para la habitación y un osciloscopio. Esto proporciona una cantidad limitada de información sobre el sistema, pero es suficiente para empezar a examinarlo en su conjunto [25].

Para optimizar el sistema de pila de combustible, se requiere una configuración de prueba efectiva que emplee métodos para el seguimiento de las celdas y sus propiedades, que permita supervisar y analizar posibles mejoras. Algunos de los parámetros que pueden monitorearse y caracterizarse son las temperaturas de los combustibles dentro y fuera de la pila de combustible. Las presiones, los caudales y los niveles de humedad de los gases/líquidos también proporcionan información importante para la optimización de las pilas de combustible [25].

Los controladores de flujo másico, manómetros y termopares ayudan a monitorear las condiciones de funcionamiento de la celda de combustible. Un potenciómetro/galvanómetro y dispositivos de medición analizadores de impedancia pueden ayudar a realizar un

seguimiento preciso del rendimiento eléctrico de la pila de combustible. Algunos de los experimentos que se pueden realizar incluyen curvas de polarización, pruebas de interrupción de corriente y voltamperometría cíclica. Una configuración de prueba como la que se muestra en la Figura 7.2. puede ayudar a caracterizar con precisión la mayoría de los parámetros y condiciones operativas de la celda de combustible, y se pueden realizar muchos experimentos de caracterización posibles [25].

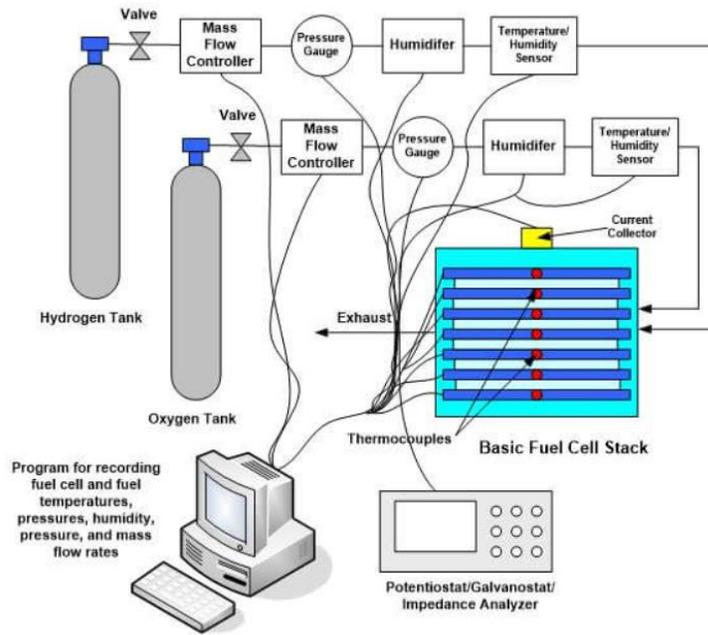


Figura 7.2. Estación de prueba para una celda de combustible [25].

Para comenzar a probar la celda de combustible correctamente, se debe verificar la configuración de la prueba, acondicionar la celda y establecer las condiciones de prueba y los parámetros operativos de referencia. Una vez completada la configuración de la prueba, se debe monitorear un seguimiento preciso de la temperatura, la presión, los caudales y otras condiciones operativas durante todo el proceso de prueba [25].

Se deben realizar pruebas in situ para caracterizar el rendimiento de la celda de combustible, ya que la el contacto y la interacción entre las partes pueden causar una disminución del rendimiento de la celda [26].

Verificación del ensamblaje: Se debe verificar que la celda de combustible esté correctamente asentada en el sistema de prueba para reducir los riesgos que conlleva trabajar

con hidrógeno, voltaje y corriente eléctrica. Mediante inspección visual y pruebas de presión y fugas de hidrógeno y oxígeno se garantiza un entorno seguro. Para mayor rigurosidad se puede incluir un sensor de hidrógeno y oxígeno en el laboratorio. La instrumentación también debe estar instalada adecuadamente y conectada correctamente al sistema de adquisición de datos para generar los datos esperados de prueba de la celda de combustible [26].

Condiciones de prueba básicas y parámetros operativos: Se establece un conjunto básico de condiciones para cada celda de combustible y para cada conjunto de pruebas. Alguno de los parámetros que deben monitorearse son los siguientes:

- Temperatura de la celda: Debe documentarse y mantenerse durante todas las pruebas de la celda de combustible. Como mínimo, se deben monitorear las temperaturas de entrada y salida además de la propia celda de combustible, para determinar cómo se podría mejorar la celda de combustible ya que cualquier inconsistencia en la temperatura puede alterar el rendimiento de la pila de combustible. También se debe llevar un registro de la humedad relativa del hidrógeno [26].
- Composición de combustible y oxidante
- Presiones de salida de combustible y oxidante: Las presiones de gas generalmente se monitorean en las entradas y salidas de combustible utilizando transductores de presión para determinar la cantidad de caída de presión que ocurrió dentro de la pila de celda de combustible. Aumentar la presión de la celda de combustible puede mejorar el rendimiento de la celda, pero se debe estudiar el sistema para determinar cómo afectará esto a los otros parámetros de la celda de combustible y si el diseño del sistema es óptimo para presiones aumentadas [26].
- Estequiometrías de combustible y oxidante (caudales): Los caudales se pueden controlar mediante controladores de flujo másico. El rendimiento de la pila de combustible se puede estudiar registrando los parámetros resultantes al mantener constante el caudal y al aumentar o disminuir el caudal.
- Densidad de corriente (mA/cm²) o voltaje de celda (mV/celda).

Además, se deben realizar caracterizaciones por separado a las partes de la celda, entre las cuales se encuentran técnicas de caracterización estructural (SEM, porosidad), morfológica (AFM), elemental (XRF) y electroquímica (espectroscopía de impedancia electroquímica, mediciones de ruido electroquímico, voltamperometría cíclica), entre otras.

7.1.5. Aplicaciones actuales y potenciales de las PEMFC en la industria

Las celdas de combustible se pueden utilizar para aplicaciones de energía portátiles, de respaldo, de transporte y estacionarias. A continuación, se describen brevemente algunos de estos usos:

Energía portátil: Las celdas de combustible portátiles son fuentes de livianas y duraderas que prolongan la cantidad de tiempo que un dispositivo puede usarse sin recargarse. En comparación, las baterías recargables no son prácticas para determinadas aplicaciones electrónicas portátiles y militares porque pueden ser pesadas y no cumplir con los requisitos de energía. Algunas aplicaciones de celdas de combustible portátiles incluyen computadores portátiles, teléfonos móviles, herramientas eléctricas, equipos militares, cargadores de baterías y vehículos aéreos y submarinos no tripulados [27].

Energía de respaldo: Los sistemas de energía de respaldo proporcionan energía cuando se interrumpe la fuente de energía principal. Algunas aplicaciones de energía de respaldo incluyen sistemas informáticos, instalaciones de fabricación, hogares y subestaciones de servicios públicos. Un sistema electrolizador es una buena opción para aplicaciones de energía de respaldo porque puede producir hidrógeno según demanda. El electrolizador se puede utilizar con electricidad generada por paneles solares, una fuente eólica, una fuente nuclear o electricidad generada por la compañía eléctrica local [27].

Aplicaciones de transporte: Las pilas de combustible se pueden utilizar para muchas aplicaciones de transporte, incluidos automóviles, autobuses, vehículos utilitarios, scooters y bicicletas. Se han creado muchos vehículos de demostración de pilas de combustible para cada uno de estos tipos de vehículos [27].

Los fabricantes de automóviles están interesados en la tecnología de pilas de combustible porque es una tecnología que podría reproducir combustible a partir de fuentes locales y producir emisiones bajas o nulas [27].

Los autobuses de pila de combustible tienen una ventaja sobre los autobuses diésel porque tienen cero emisiones. Esto es fundamental en ciudades densamente pobladas y contaminadas. Los autobuses de pila de combustible han estado circulando en Columbia Británica, California, Ámsterdam, Barcelona, Hamburgo, Londres, Luxemburgo, Madrid, Oporto, Reykjavik, Estocolmo y Stuttgart [27].

Aplicaciones de energía estacionaria: Las celdas de combustible para aplicaciones estacionarias se utilizan comercialmente desde hace más de veinte años. Estas se pueden utilizar como fuente de energía primaria. Se utilizan para alimentar casas que no están conectadas a la red o para proporcionar energía suplementaria [27].

En los sistemas de energía híbridos, las pilas de combustible se pueden conectar a sistemas fotovoltaicos, baterías, condensadores o turbinas eólicas, proporcionando energía primaria o secundaria. Las pilas de combustible también se pueden utilizar como generador de energía o respaldo, proporcionando energía cuando la red no funciona. Un sistema independiente puede requerir otra fuente de energía para los períodos pico. Pueden ser baterías y supercondensadores, o una combinación de ambos [27].

El diseño de la celda de combustible, como la potencia de salida, el equilibrio térmico, la eficiencia, el tamaño, el peso y el suministro de combustible, puede ser ligeramente diferente para cada aplicación y debe personalizarse para adaptarse a la carga requerida [27].

Momma et al. (2009) enuncian la medicina como otra área de aplicación de las FC miniatura, ya que funcionan como fuentes generadoras de micro-potencia para equipos médicos [22].

7.1.6. Normativas y estándares relevantes para las PEMFC, destacando la importancia de la seguridad y la regulación

Existen varias normativas y estándares relevantes para las celdas de combustible PEMFC, algunos de los cuales son [28]:

ISO 14687-2: Esta norma establece los requisitos para la calidad del hidrógeno utilizado en las celdas de combustible PEMFC y otras aplicaciones.

ISO 16111: Define los requisitos aplicables al material, diseño, construcción y prueba de sistemas de almacenamiento de gas de hidrógeno transportables.

IEC 62282: Esta norma establece los requisitos para la seguridad y calidad de las celdas de combustible PEMFC para aplicaciones estacionarias, vehículos y sistemas portátiles.

ISO 23273: Especifica los requisitos esenciales para los vehículos de celdas de combustible donde se utiliza hidrógeno comprimido como combustible.

Norma SAE J2601: Esta norma establece prácticas recomendadas para el hidrógeno utilizado como suministro de combustible en vehículos de celdas de combustible PEMFC.

Estas normativas y estándares son internacionales y pueden variar según la aplicación específica de las celdas de combustible PEMFC.

En Chile específicamente también se cuenta con regulación en torno al hidrógeno y sus usos, aunque aún se encuentran en etapas iniciales [29]:

Ley 21.305 de Eficiencia Energética: Define al hidrógeno como un combustible lo cual permite que el Ministerio de Energía regule su uso. Además, se establecen beneficios tributarios para automóviles “cero emisiones”, entre los que se encuentran los automóviles de hidrógeno.

Existen dos reglamentos con disposiciones específicas para el hidrógeno:

Decreto 122/1991: Establece requisitos dimensionales y funcionales a vehículos que presten servicios de locomoción colectiva (Ministerio de Transportes y Telecomunicaciones).

Decreto 43/2016: Reglamento de almacenamiento de sustancias peligrosas (Ministerio de Salud)

Norma Chile NCh3746:2022: Sobre generadores de hidrógeno que utilizan electrólisis de agua y las aplicaciones industriales, comerciales y residenciales, con el objetivo de establecer los requisitos necesarios para la construcción, seguridad y desempeño de generadores de hidrógeno, que utilizan reacciones electroquímicas para electrolizar el agua y producir hidrógeno [30]

Es imperante seguir las normativas y estándares para garantizar la seguridad y el correcto funcionamiento de las celdas de combustible.

7.2. Anexo 2: Armado de la celda.

En la Figura 7.3. se pueden ver las diferentes partes de la celda de combustible PEMFC marca *H-TEC Education* usada para esta investigación:

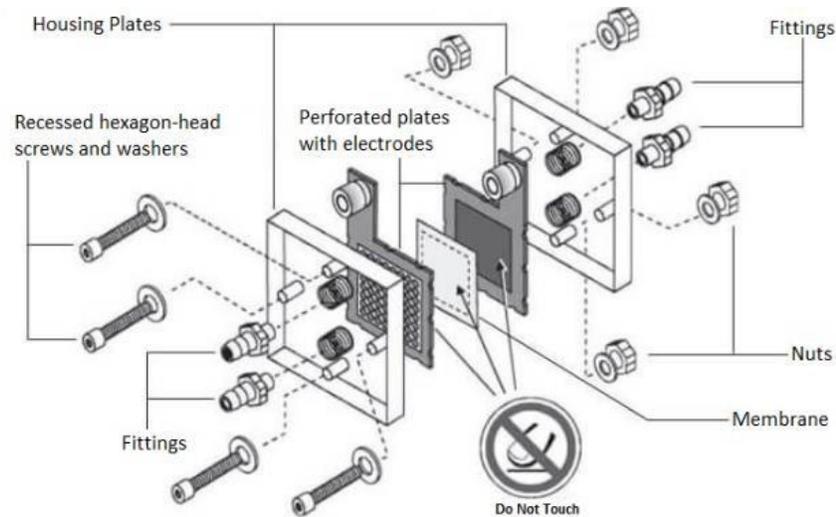


Figura 7.3. Partes de la celda de combustible PEMFC marca *H-TEC Education* [14].

Para el armado de la celda se siguen los siguientes pasos, indicados por el proveedor:

- 1- Colocar una arandela sobre cada uno de los cuatro pernos. Insertar los pernos en una de las placas de la carcasa de acrílico (en este caso, la placa de aire) y darle vuelta para que descansa sobre los pernos, ver Figura 7.4.

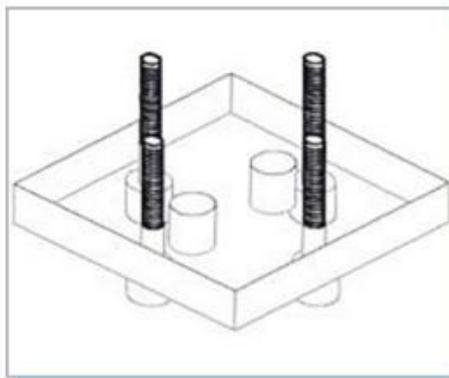


Figura 7.4. Placa acrílica sobre los pernos [14].

- 2- Colocar el electrodo positivo (rojo) sobre la carcasa acrílica. El frente del conector banana debe mirar hacia el acrílico. El electrodo debe apuntar hacia arriba.

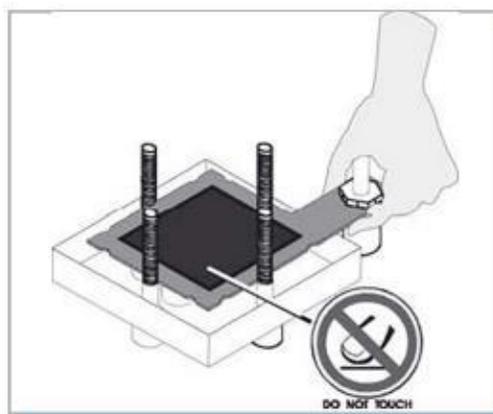


Figura 7.5. Electrodo rojo sobre la placa acrílica [14].

- 3- Colocar la membrana (MEA) sobre el electrodo.

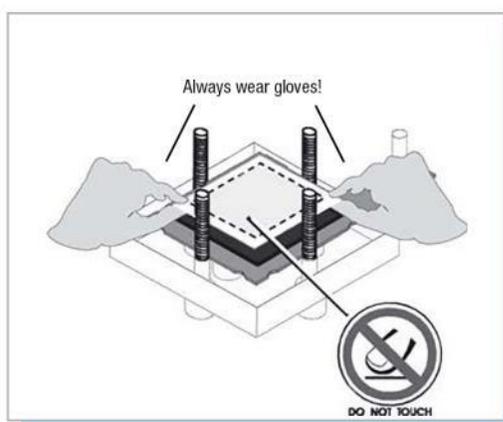


Figura 7.6. Membrana sobre electrodo rojo [14].

- 4- Colocar el segundo electrodo (negativo) en su lugar. Los dos conectores banana deben mirar en la misma dirección.

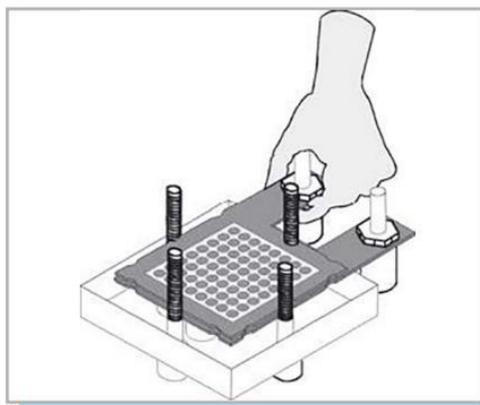


Figura 7.7. Electrodo negro sobre la membrana [14].

5. Colocar la carcasa acrílica sobre los tornillos.
6. Colocar las arandelas y tuercas restantes en los tornillos y apretar las tuercas.

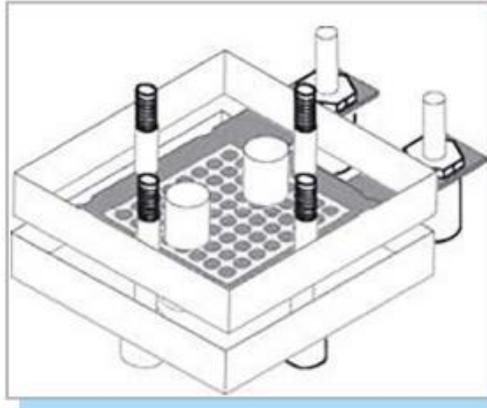


Figura 7.8. Placa acrílica sobre electrodo negro [14].

7. Apretar las tuercas hasta que quede un espacio de 4 mm entre las placas acrílicas.

7.3. Hojas de datos de seguridad hidrógeno (HDS)

El hidrógeno usado proviene de ICONSA. A continuación, se presenta la hoja de datos de seguridad correspondiente [31].

Safety data sheet Hydrogen, compressed.

Creation date : 27.01.2005 Version : 2.0 DE / E SDS No. : 8360
Revision date : 04.01.2011 page 1 / 3

1 IDENTIFICATION OF THE SUBSTANCE/PREPARATION AND OF THE COMPANY

Product name
Hydrogen, compressed.
EC No (from EINECS): 215-605-7
CAS No: 1333-74-0
Index-Nr. 001-001-00-9
Chemical formula H₂
REACH Registration number:
Listed in Annex IV/V of Regulation (EC) No 1907/2006 (REACH),
exempted from registration.
Known uses
Not known.
Company identification
Linde AG, Linde Gas Division, Seitnerstraße 70, D-82049 Pullach
E-Mail Address Info@de.linde-gas.com
Emergency phone numbers (24h): 089-7446-0

2 HAZARDS IDENTIFICATION

Classification of the substance or mixture

Classification acc. to Regulation (EC) No 1272/2008/EC (CLP/GHS)

Press. Gas (Compressed gas) - Contains gas under pressure; may explode if heated.
Flam. Gas 1 - Extremely flammable gas.

Classification acc. to Directive 67/548/EEC & 1999/45/EC

F+; R12
Extremely flammable.

Risk advice to man and the environment

In high concentrations may cause asphyxiation.
Compressed gas.

Label Elements

- Labelling Pictograms



- Signal word

Danger

- Hazard Statements

H280 Contains gas under pressure; may explode if heated.
H220 Extremely flammable gas.

- Precautionary Statements

Precautionary Statement Prevention

P210 Keep away from heat/sparks/open flames/hot surfaces. - No smoking.

Precautionary Statement Reaction

P377 Leaking gas fire: Do not extinguish, unless leak can be stopped safely.
P381 Eliminate all ignition sources if safe to do so.

Precautionary Statement Storage

P403 Store in a well-ventilated place.

Precautionary Statement Disposal

None.

3 COMPOSITION/INFORMATION ON INGREDIENTS

Substance/Preparation: Substance.

Components/Impurities

Hydrogen, compressed.

CAS No: 1333-74-0

Index-Nr.: 001-001-00-9

EC No (from EINECS): 215-605-7

REACH Registration number:

Listed in Annex IV/V of Regulation (EC) No 1907/2006 (REACH),
exempted from registration.

Contains no other components or impurities which will influence the classification of the product.

4 FIRST AID MEASURES

Inhalation

In high concentrations may cause asphyxiation. Symptoms may include loss of mobility/consciousness. Victim may not be aware of asphyxiation. Remove victim to uncontaminated area wearing self contained breathing apparatus. Keep victim warm and rested. Call a doctor. Apply artificial respiration if breathing stopped.

Ingestion

Ingestion is not considered a potential route of exposure.

5 FIRE FIGHTING MEASURES

Specific hazards

Exposure to fire may cause containers to rupture/explode.

Hazardous combustion products

None.

Suitable extinguishing media

All known extinguishants can be used.

Specific methods

If possible, stop flow of product. Move container away or cool with water from a protected position. Do not extinguish a leaking gas flame unless absolutely necessary. Spontaneous/explosive re-ignition may occur.

Special protective equipment for fire fighters

In confined space use self-contained breathing apparatus.

6 ACCIDENTAL RELEASE MEASURES

Personal precautions

Wear self-contained breathing apparatus when entering area unless atmosphere is proved to be safe. Ensure adequate air ventilation. Eliminate ignition sources.

Environmental precautions

Try to stop release.

Clean up methods

Ventilate area.

7 HANDLING AND STORAGE

Handling

Ensure equipment is adequately earthed. Suck back of water into the container must be prevented. Purge air from system before introducing gas. Use only properly specified equipment which is suitable for this product, its supply pressure and temperature. Contact your gas supplier if in doubt. Keep away from ignition sources (including static discharges). Refer to supplier's handling instructions. This gas is not intended for filling balloons for play and

8360 / EDV / 19.11.2010

Safety data sheet

Hydrogen, compressed.

Creation date : 27.01.2005
Revision date : 04.01.2011

Version : 2.0

DE / E

SDS No. : 8360
page 2 / 3

advertising purposes because of the danger of explosion. With hydrogen balloons for transportation of human beings sufficient distance to transmitting plant is to be kept.

Storage

Segregate from oxidant gases and other oxidants in store. Keep container below 50°C in a well ventilated place. Observe "Technische Regeln Druckgase (TRG) 280 Ziffer 5"

8 EXPOSURE CONTROLS/PERSONAL PROTECTION

Personal protection

Ensure adequate ventilation. Do not smoke while handling product.

9 PHYSICAL AND CHEMICAL PROPERTIES

General information

Appearance/Colour: Colourless gas.

Odour: None.

Important information on environment, health and safety

Molecular weight: 2 g/mol

Melting point: -259 °C

Boiling point: -253 °C

Critical temperature: -240 °C

Autoignition temperature: 560 °C

Flammability range: 4 %(V) - 75 %(V)

Relative density, gas: 0,07

Relative density, liquid: Not applicable.

Solubility mg/l water: 1,6 mg/l

Other data

Burns with a colourless invisible flame.

10 STABILITY AND REACTIVITY

Stability and reactivity

Can form explosive mixture with air. May react violently with oxidants.

11 TOXICOLOGICAL INFORMATION

General

No known toxicological effects from this product.

12 ECOLOGICAL INFORMATION

General

No known ecological damage caused by this product.

13 DISPOSAL CONSIDERATIONS

General

Do not discharge into areas where there is a risk of forming an explosive mixture with air. Waste gas should be flared through a suitable burner with flash back arrestor. Do not discharge into any place where its accumulation could be dangerous. Contact supplier if guidance is required.

EWC Nr. 16 05 04*

14 TRANSPORT INFORMATION

ADR/RID

Class 2 Classification Code 1F

UN number and proper shipping name

UN 1049 Hydrogen, compressed

UN 1049 Hydrogen, compressed

Labels 2.1 Hazard number 23

Packing Instruction P200

IMDG

Class 2.1

UN number and proper shipping name

UN 1049 Hydrogen, compressed

Labels 2.1

Packing Instruction P200

EmS FD, SU

IATA

Class 2.1

UN number and proper shipping name

UN 1049 Hydrogen, compressed

Labels 2.1

Packing Instruction P200

Other transport information

Avoid transport on vehicles where the load space is not separated from the driver's compartment. Ensure vehicle driver is aware of the potential hazards of the load and knows what to do in the event of an accident or an emergency. Before transporting product containers ensure that they are firmly secured. Ensure that the cylinder valve is closed and not leaking. Ensure that the valve outlet cap nut or plug (where provided) is correctly fitted. Ensure that the valve protection device (where provided) is correctly fitted. Ensure adequate ventilation. Ensure compliance with applicable regulations.

15 REGULATORY INFORMATION

Further national regulations

Regulations for the prevention of industrial accidents

Pressure Vessel Regulation

Technische Regeln für Gefahrstoffe (TRGS)

Water pollution class

Not polluting to waters according to VwVwS from 27.07.2005.

16 OTHER INFORMATION

Ensure operators understand the flammability hazard. The hazard of asphyxiation is often overlooked and must be stressed during operator training. Before using this product in any new process or experiment, a thorough material compatibility and safety study should be carried out.

Advice

Whilst proper care has been taken in the preparation of this document, no liability for injury or damage resulting from its use can be accepted. Details given in this document are believed to be correct at the time of going to press.

Further information

Hommel: Handbook of dangerous goods

Linde safety advice

No. 3 Oxygen deficiency

No. 7 Safe handling of gas cylinders and cylinder bundles

No. 11 Transport of gas receptacles in vehicles

No. 13 Handling of hydrogen