Contaminación metálica como mecanismo de falla en MEAs comerciales para electrólisis PEM: evidencia electroquímica, *post mortem* y análisis de agua

Tejera, Gonzalo[1]; Suárez, Milagros[1]; Silva, Javier[2]; Pistón, Mariela[2]; Rivera, Guillermo[3]; Faccio Ricardo[3]; Diaz, Verónica[1]

1 GIIE – IIQ, Facultad de Ingeniería, Universidad de la República, Uruguay

2 Área Química Analítica -GATPREM – DEC, Facultad de Química, Universidad de la República, Uruguay

3 DETEMA, Facultad de Química, Universidad de la República, Uruguay

El objetivo de este trabajo fue analizar dos eventos de falla prematura ocurridos en ensambles membrana–electrodo (MEA) comerciales para electrólisis de membrana de intercambio protónico (PEM). Se buscó identificar el mecanismo responsable del deterioro acelerado mediante evidencia operativa, análisis *post mortem* de los componentes y caracterización química del agua de recirculación. Las MEAs fueron operadas a 60 °C, 0,76 A·cm⁻² y presión atmosférica, con recirculación de agua ultrapura por el lado anódico. Durante la operación se registraron el voltaje de celda, temperatura, y se realizaron medidas de espectroscopía de impedancia electroquímica como diagnóstico complementario del estado del sistema. Luego de la falla, se efectuaron análisis *post mortem* mediante espectrometría de Rayos X dispersiva en energía (EDXRF) sobre la MEA, placas de flujo y capas porosas de transporte. Además, se analizó el agua de recirculación mediante espectrometría de emisión atómica inducida por microondas (MP-AES), y mediante electrodo a ión selectivo de F^- (ISE). Finalmente, se caracterizó la composición de los *fittings* del circuito hidráulico por XRF y se analizaron fases cristalinas depositadas en el cátodo mediante XRD. Como se puede observar en la Figura 1, en ambas experiencias se observó un aumento progresivo del voltaje durante la operación galvanostática, seguido de una caída abrupta del potencial compatible con un cortocircuito interno. En la segunda experiencia, se logró extender el tiempo de operación, pudiendo así realizar una segunda etapa, pero aun así la falla fue inevitable.

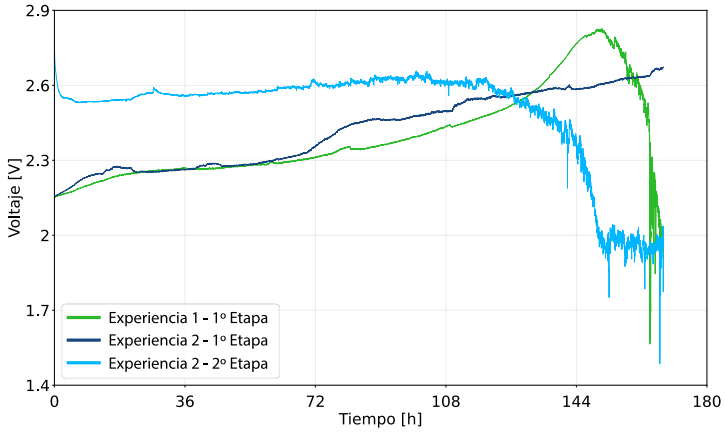


Figura 1 – Voltaje (azul) durante 168 h a , 0,76 A·cm⁻² (Muestra 2, Etapa 1); tasa de degradación 2.950 µV·h⁻¹.

Por otro lado, la resistencia óhmica aparente aumentó como se puede ver en la Figura 2, esto evidencia la degradación acumulada del sistema. Los análisis químicos mostraron contaminación metálica. El estudio mediante EDXRF reveló la presencia anómala de Cu y Zn, especialmente en el lado catódico como se resume en la Tabla 1.

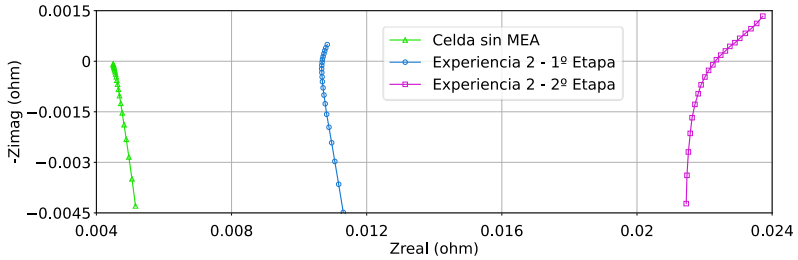


Figura 2 ─ Nyquist (EIS, 100 kHz–1 kHz) en distintas etapas de la segunda experiencia.

Tabla 1 – Elementos mayoritarios (%) en el lado catódico de la MEA. Comparación entre experiencias y puntos de muestreo. CM1 y CM2 corresponden a puntos dentro del MEA y CM4 corresponde a la periferia del catalizador (superficie de la membrana).

Punto	Exp 1 – Cu%	Exp 1 – Zn%	Exp 2 – Cu%	Exp 2 – Zn%
CM1	35,1	—	51,7	7,8
CM2	23,8	—	59,4	8,3
CM4	—	21,3	—	56,9

El análisis del agua de recirculación respalda la presencia de Cu y Zn en ambas experiencias, mientras que estos elementos no fueron detectados en el agua de alimentación original. Las concentraciones obtenidas se presentan en la Tabla 2.

Tabla 2 – Concentración de metales en agua de recirculación ($mg \cdot L^{-1}$). ND: no detectado.

Muestra	Cu ($mg \cdot L^{-1}$)	Fe ($mg \cdot L^{-1}$)	Zn ($mg \cdot L^{-1}$)
Agua (blanco)	ND	ND	ND
Muestra 1	3,719 ± 0,022	0,067 ± 0,007	8,237 ± 0,026
Muestra 2	0,749 ± 0,057	ND	3,686 ± 0,003

El análisis XRD del cátodo identificó cuprita y cobre metálico como fases mayoritarias, lo que confirma la deposición de cobre en condiciones reductoras. La detección de fluoruro en agua también sugiere degradación de la membrana perfluorosulfonada. La identificación de los *fittings* genéricos como una aleación rica en Cu y Zn, compatible con latón niquelado, permitió proponerlos como fuente principal de contaminación.

Referencias

[1] Tejera G. et al., Electrochim. Acta, 500, 144716 (2024).

[2] Tejera G. et al., Fuel, 410, 137919 (2026).

[3] Malkow T. et al., EU harmonised test procedure: EIS for water electrolysis cells, Publications Office (2018).

Agradecimientos

Los autores agradecen el apoyo financiero de ANII, CSIC–Udelar y PEDECIBA. V.D., R.F., J.S. y M.P. son investigadores de PEDECIBA/Naciones Unidas.