

# INDICE

INDICE.....	5
Abstract.....	9
Resumen .....	11
Resum .....	13
Agradecimientos .....	15
Publicaciones .....	17
Artículos .....	17
Capítulos de Libro .....	17
Contribuciones a Congresos .....	17
Glosario.....	21
1. INTRODUCCIÓN .....	23
1.1 GENERALIDADES .....	23
1.2. MEMBRANAS DE CAMBIO IÓNICO .....	24
1.2.1 MEMBRANAS HOMOGÉNEAS.....	25
1.2.2 MEMBRANAS HETEROGÉNEAS .....	30
1.2.3 MEMBRANAS POLÍMERO/ÁCIDO .....	32
1.2.4 MEMBRANAS PREPARADAS POR MEZCLAS DE POLÍMEROS .....	33
.....	33
1.3. CARACTERIZACIÓN DE MEMBRANAS .....	33
1.4 REFERENCIAS .....	35
2. EXPERIMENTAL.....	37
2.1 MATERIALES .....	37
2.1.1. DESCRIPCIÓN DE LOS POLÍMEROS UTILIZADOS.....	37
2.1.1.1. NAFION 117 .....	37
2.1.1.2. SEBS .....	37
2.1.2. CARGAS INORGÁNICAS.....	39
2.1.2.1. SÍLICA GEL AMORFA.....	39
2.1.2.2. SBA-15 .....	40
2.1.2.3. SEPIOLITA .....	40
2.1.3. REFERENCIAS .....	41
2.2. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS .....	43
2.2.1. PREPARACIÓN DE SILICATOS FENIL SULFONADOS .....	43
2.2.1.1. ORGANOFUNCIONALIZACIÓN DE LAS CARGAS INORGÁNICAS.....	43
2.2.1.2. MATERIALES FUNCIONALIZADOS .....	43
2.2.1.2.1. PREPARACIÓN DE POLISILOXANO- $\phi$ .....	44
2.2.1.2.2. PREPARACIÓN DE SBA 15- $\phi$ .....	44
2.2.1.2.1. PREPARACIÓN DE SBA 15 .....	44
2.2.1.3.2. PREPARACIÓN DE SBA 15- $\phi$ POR ANCLAJE .....	45
2.2.1.3.3. PREPARACIÓN DE SBA 15- $\phi$ POR SINTESIS .....	45
2.2.1.3. PREPARACIÓN DE SEPIOLITA- $\phi$ .....	45
2.2.1.4. SULFONACIÓN DE LOS CARGAS .....	45
2.2.2. PREPARACIÓN DE LAS MEMBRANAS .....	47
2.2.2.1. MATERIALES .....	47
2.2.2.2. CÁLCULOS PREVIOS.....	47
2.2.2.2.1. MEMBRANA SIN CARGAS .....	47

2.2.2.2.2. MEMBRANA CON CARGAS .....	48
2.2.2.3. PREPARACIÓN DE Nafion 117 .....	49
2.2.2.4. PREPARACIÓN DE Nafion 117 HÍBRIDA .....	49
2.2.2.5. SULFONACIÓN DEL SEBS.....	50
2.2.2.5.1. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	51
2.2.2.5.1.1. CÁLCULOS PREVIOS.....	51
2.2.2.6. PREPARACIÓN DE SEBS.....	52
2.2.2.7. PREPARACIÓN DE SEBS HÍBRIDO .....	52
2.2.3. REFERENCIAS .....	53
2.3. TÉCNICAS EXPERIMENTALES .....	55
2.3.1. ANÁLISIS ELEMENTAL .....	55
2.3.1.1. CARGAS INORGÁNICAS.....	55
2.3.1.2. MEMBRANAS.....	55
2.3.2. CAPACIDAD DE INTERCAMBIO IÓNICO.....	55
2.3.2.1. CAPACIDAD DE INTERCAMBIO IÓNICO DE LAS CARGAS SULFONADAS.....	55
2.3.2.1.1. VALORACIÓN CON NaOH.....	55
2.3.2.1.2. VALORACIÓN CON KCl.....	55
2.3.2.2. CAPACIDAD DE INTERCAMBIO IÓNICO DE LAS MEMBRANAS .....	56
2.3.3. ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO .....	56
2.3.3.1. CARGAS .....	56
2.3.3.2. MEMBRANAS.....	56
2.3.4. ADSORCIÓN DE N <sub>2</sub> EN CONDICIONES ISOTERMAS .....	56
2.3.5. ABSORCIÓN DE AGUA .....	56
2.3.6. CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC).....	57
2.3.7. ANÁLISIS DINAMO-MECANICO (DMA).....	57
2.3.8. ESPECTROSCOPIA INFRARROJA POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR).....	57
2.3.9. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM).....	57
2.3.10. MEDIDA DE LA CONDUCTIVIDAD PROTÓNICA .....	57
2.3.10.1. ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIA.....	57
2.3.10.2. CONDUCTIVIDAD EN CORRIENTE CONTINUA.....	57
2.3.11. PERMEABILIDAD AL OXIGENO .....	58
2.3.12. POLARIZACIÓN EN MONOCELDA.....	60
2.3.12. REFERENCIAS .....	63
3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....	65
3.1. CARACTERIZACIÓN DE LAS CARGAS .....	65
3.1.1. ANÁLISIS ELEMENTAL .....	65
3.1.2. CAPACIDAD DE INTERCAMBIO IÓNICO.....	65
3.1.2.1. PRESENCIA DE SURFACTANTE EN LA SBA-15.....	67
3.1.3. SELECCIÓN DE CARGAS PARA LAS MEMBRANAS.....	67
3.1.4. ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO (TGA).....	68
3.1.4.1. SILICA GEL.....	68
3.1.4.2. SBA-15 .....	69
3.1.4.3. SEPIOLITA .....	70
3.1.5. ADSORCIÓN ISOTERMA DE NITRÓGENO.....	72
3.1.6. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM).....	74
3.1.7. REFERENCIAS .....	76

3.2. CARACTERIZACIÓN DE LAS MEMBRANAS NAFION Y NAFION HÍBRIDAS .....	77
3.2.1. CAPACIDAD DE INTERCAMBIO IÓNICO .....	77
3.2.2. ABSORCIÓN DE AGUA .....	77
3.2.3. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM) .....	77
3.2.4. ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO (TGA).....	80
3.2.5. CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC) .....	82
3.2.6. ANÁLISIS MECANO-DINÁMICO (DMA) .....	84
3.2.7. ESPECTROSCOPIA INFRARROJA POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR).....	86
3.2.8. MEDIDA DE LA CONDUCTIVIDAD PROTÓNICA .....	90
3.2.8.1 ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIA.....	90
3.2.9 PERMEABILIDAD AL OXIGENO .....	96
3.2.9.1. MEDIDA DE LA TRANSMISIBILIDAD Y PERMEABILIDAD APARENTE.....	98
3.2.10 REFERENCIAS .....	99
3.3 CARACTERIZACIÓN DE LAS MEMBRANAS sSEBS Y sSEBS HÍBRIDAS .....	101
3.3.1. ABSORCIÓN DE AGUA Y CAPACIDAD DE INTERCAMBIO IÓNICO .....	101
3.3.2. MICROSCOPIA ELÉCTRICA DE BARRIDO (SEM) .....	101
3.3.3 ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO (TGA).....	104
3.3.4. CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC) .....	106
3.3.5. ANÁLISIS MECANO-DINÁMICO (DMA) .....	107
3.3.6. ESPECTROSCOPIA INFRARROJA POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR).....	110
3.3.7. MEDIDA DE LA CONDUCTIVIDAD PROTÓNICA .....	113
3.3.7.1 ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIA.....	113
3.3.7.2 CORRIENTE CONTINUA .....	117
3.3.8. REFERENCIAS .....	118
4. ENSAYOS DE POLARIZACIÓN EN MONOCELDA .....	119
4.1. PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LOS ENSAMBLES MEMBRANA-ELECTROCATALIZADOR (MEA'S).....	119
4.2. MEDIDA DE LA CONDUCTIVIDAD DE LA MEA.....	121
4.3. CURVAS DE POLARIZACIÓN: TENSIÓN-INTENSIDAD Y POTENCIA-INTENSIDAD.....	125
4.4. EFECTO DE LA TEMPERATURA Y LA PRESIÓN SOBRE LAS MEA'S.....	131
4.5. AJUSTE DE LOS DATOS EXPERIMENTALES .....	135
4.6. REFERENCIAS .....	141
5. CONCLUSIONES .....	143
5.1. CARGAS .....	143
5.2. MEMBRANAS.....	144