Compuestos poliméricos reforzados con fibra de *agave* y óxido de grafeno para placas bipolares en celdas de combustible

Alejandro Gomez-Sanchez, Felix N. Cruz-Ojeda, Gabriela Maldonado-Cruz, Rita T. Martínez-Salgado, Estefanía Vicente-Martínez, Heriberto Cruz-Martínez

Tecnológico Nacional de México, Instituto Tecnológico del Valle de Etla, Abasolo S/N, Barrio del Agua Buena, Oaxaca, Santiago Suchilquitongo, 68230, México

Resumen

Las celdas de combustible de membrana de intercambio protónico (PEMFCs, por sus siglas en inglés) han ganado considerable atención debido a sus capacidades de convertir la energía química contenida en el hidrógeno en energía eléctrica. Dentro de la celda, las placas bipolares constituyen un componente crítico, responsable de la distribución de los reactivos, la recolección de corriente y la estabilidad mecánica, representando el 60% de masa y el 30% del costo. Por ello, el desarrollo de materiales livianos, resistentes a la corrosión y de alto desempeño es esencial. Este estudio investiga nuevos compuestos basados en resina fotopolimérica tipo Acrilonitrilo Butadieno Estireno (ABS, por sus siglas en inglés) reforzados con fibras de *agave angustifolia* (FA) Haw y óxido de grafeno (OG), fabricados mediante manufactura aditiva. El compuesto formado por ABS (97.75%)-FA (2%)-OG (0.25%) exhibió mejores propiedades mecánicas comparado con el compuesto formado por solo ABS (98 %) + FA (2 %). De los materiales producidos, solo el material producido con 0.10 % en peso de OG cumplió con las propiedades de corrosión establecidos por el Departamento de Energía de los Estados Unidos (DOE, por sus siglas en inglés). Este estudio confirma la viabilidad de la manufactura aditiva para la fabricación de compuestos de ABS-FA-OG.

Abstract

Proton exchange membrane fuel cells (PEMFCs) have garnered considerable attention due to their ability to deliver high power densities by converting the H_2 chemical energy into electricity. Within the PEM stack, the bipolar plates are a critical component responsible for reactant distribution, current collection, and mechanical stability, accounting for over 60% of the total mass and 30% of the manufacturing cost. Thus, developing lightweight, corrosion-resistant, and high-performance materials is crucial for next-generation bipolar plates. This study investigates novel composites based on Acrylonitrile Butadiene Styrene (ABS)-type photopolymer resin reinforced with *agave angustifolia* Haw fibers (FA, by its Spanish acronym) and graphene oxide (OG, by its Spanish acronym), produced via additive manufacturing. The composite formed by ABS (97.5%)-FA (2%)-OG (0.25%) exhibited better mechanical properties compared to the composite formed by only ABS (98%)-FA (2%). Among the materials produced, only the composite containing 0.10 wt% OG met the corrosion requirements established by the U.S. Department of Energy (DOE). This study confirms the feasibility of additive manufacturing for the production of ABS-FA-OG composites.

Palabras Clave: Celdas de combustible; Placas bipolares; Compuestos polimérico, Fibras naturales, Óxido de grafeno
Keywords: Fuel cells; Bipolar plates; Polymer composites, Natural fibers, Graphene oxide

1. INTRODUCCIÓN

La demanda global de tecnologías energéticas sostenibles se ha acelerado debido a la creciente preocupación por el medio ambiente y el agotamiento de los recursos fósiles [1,2]. Entre los sistemas de conversión de energía limpia, las celdas de combustible de membrana de intercambio de protones (PEMFCs, por sus siglas en inglés) se han consolidado como dispositivos eficientes y de cero emisiones, capaces de convertir la energía química almacenada en el hidrógeno directamente en electricidad, con agua y calor como único subproducto [3–6]. Al operar a temperaturas relativamente bajas (80 °C), las PEMFCs ofrecen diseños compactos, arranque rápido y alta densidad de potencia. En esta tecnología, las placas bipolares son uno de los componentes más

ISSN: 2007-4786

críticos, representando más del 60 % de la masa total de la celda y casi el 30 % del costo de fabricación, su función principal es la distribución de reactivos, captación de corriente, gestión del agua, térmica y soporte estructural; por lo tanto, influye directamente en la eficiencia, la durabilidad y la compacidad del sistema [7,8]. Los materiales tradicionales para las placas bipolares, como el grafito y los metales, presentan importantes inconvenientes [9,10]. El grafito presenta una excelente resistencia a la corrosión, pero es frágil y su mecanizado resulta costoso [11,12], mientras que las placas metálicas ofrecen buena resistencia mecánica y buena conductividad eléctrica, pero son susceptibles a la corrosión en ambientes ácidos [13,14]. Por consiguiente, los compuestos poliméricos reforzados con rellenos conductores como carbon negro, grafito, nanotubos de carbono u óxido de grafeno (OG) han sido ampliamente investigados como alternativas debido a su resistencia a la corrosión [11,12]. Estos compuestos poliméricos pueden alcanzar el rendimiento eléctrico y químico requerido para el funcionamiento de las PEMFCs [15]. En particular, el OG mejora la adhesión interfacial y la resistencia mecánica [16,17]. Por lo tanto, este trabajo explora el desarrollo de compuestos de resina fotopolimérica tipo Acrilonitrilo Butadieno Estireno (ABS, por sus siglas en inglés) reforzados con fibras de *agave* (FA) *angustifolia* Haw y OG, procesados mediante fabricación aditiva por estereolitografía (SLA, por sus siglas en inglés).

2. MATERIALES Y MÉTODOS

Materiales

La matriz polimérica utilizada fue ABS adquirida de Anycubic. Se emplearon FA *angustifolia* Haw, obtenidas como subproducto de la industria de producción de mezcal en el estado de Oaxaca y el OG utilizado (Graphene oxide paste, non-exfoliated) fue adquirido de Merck Sigma-Aldrich.

Preparación de las FA

Las FA se obtuvieron como subproducto del bagazo generado en la producción de mezcal en Tlaculula, Oaxaca, México. Inicialmente, las FA fueron lavadas con agua destilada para eliminar azúcares, residuos de lignina e impurezas solubles. Posteriormente, fueron sometidas a un tratamiento alcalino con una solución acuosa de hidróxido de sodio (NaOH) al 5 % peso durante 1 hora a temperatura ambiente bajo agitación constante. Este tratamiento promueve la eliminación parcial de hemicelulosa, lignina y pectinas [18], incrementando la rugosidad superficial y exponiendo grupos hidroxilo (–OH) en la estructura de celulosa, lo que mejora la compatibilidad química e interacción interfacial con la matriz polimérica [19-22]. Después del tratamiento, las FA se enjuagaron repetidamente con agua destilada hasta alcanzar un pH neutro (~7), asegurando la completa eliminación de residuos alcalinos, y se secaron en horno a 60 °C durante 12 h. Finalmente, las FA secas fueron molidas hasta obtener un tamaño de partícula uniforme en un molino pulverizador eléctrico a 25000 rpm, optimizando su dispersión dentro de la matriz polimérica.

Producción de los compuestos de ABS-FA-OG

Para la formulación de los compuestos, se prepararon mezclas con un peso total de 75 g (100 %). El ABS se empleó como matriz principal, mientras que la FA se incorporó en una concentración fija del 2 % en peso, de acuerdo con estudios previos [23]. El contenido de OG se ajustó según las proporciones mostradas en la tabla 1, variando entre 0 y 1 % en peso. Posteriormente, cada mezcla se agitó mecánicamente en un baño ultrasónico (40 kHz) durante 30 min para promover una dispersión adecuada de la FA y el OG dentro de la matriz polimérica.

Tabla 1. Composición de los compuestos de ABS–FA–OG

Nombre de la muestra	Composición (% en peso)
ABS-FA	ABS (98 %) + FA (2 %)
ABS-FA-OG-1	ABS (97.90 %) + FA (2 %) + OG (0.10 %)
ABS-FA-OG-2	ABS (97.75 %) + FA (2 %) + OG (0.25 %)
ABS-FA-OG-3	ABS (97.50 %) + FA (2 %) + OG (0.50 %)
ABS-FA-OG-4	ABS (97.00 %) + FA(2 %) + OG (1.00 %)

La fabricación se realizó mediante SLA, una técnica de manufactura aditiva de alta resolución basada en la fotopolimerización capa por capa. Las piezas se imprimieron en una impresora Photon Mono M5 de resina con una resolución de 12K (11520 x 5120 píxeles) y una resolución de píxel de 19 micras, una velocidad de impresión de hasta 105 mm/h y temperatura de resina de 25 °C. Tras la impresión, las muestras se lavaron con alcohol isopropílico durante 30 min para eliminar residuos no curados y posteriormente se curaron bajo luz UV (405 nm) a temperatura ambiente para completar la polimerización y mejorar la estabilidad mecánica [24,25].

Caracterización de los compuestos de ABS-FA-OG

Para evaluar el material, se realizaron ensayos mecánicos y pruebas electroquímicas. Las propiedades mecánicas se midieron mediante ensayos de tracción bajo la norma ASTM D638 y de flexión bajo la norma ASTM D790 [26,27], empleando una máquina universal de 500 N (modelo CMSUTM-05L), donde se determinaron la resistencia a la tracción y a la flexión a velocidades de 5 mm min^{-1} y 1.5 mm min^{-1}, respectivamente, con al menos nueve réplicas para garantizar la fiabilidad estadística. Paralelamente, se investigó el comportamiento electroquímico con pruebas de corrosión potenciostática en una celda de tres electrodos, utilizando un potenciostato/galvanostato (Metrohm Autolab AUTO89174) en una solución acuosa de H_2SO_4 a 0.5 M como electrolito para simular un ambiente ácido. Los electrodos de trabajo eran los compuestos de ABS-FA-OG y las curvas de polarización se obtuvieron por escaneo a 1 mV s^{-1}, permitiendo la determinación de potencial de corrosión y densidad de corriente de corrosión mediante la extrapolación de Tafel, lo que en conjunto permitió evaluar el efecto del refuerzo y la estabilidad bajo condiciones ácidas [28,29]. Finalmente, Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR, por sus siglas en inglés) fue utilizado para investigar la estructura molecular de los compuestos.

3. RESULTADOS

La incorporación de OG al compuesto formado por ABS-FA mejoró sustancialmente sus propiedades mecánicas (Figura 1a y 1b). La resistencia a la tensión (Figura 1a) y a la flexión (Figura 1b) aumentó considerablemente con 0.25 % de peso de OG. Sin embargo, a concentraciones superiores a 0.5 % en peso, ambas propiedades disminuyeron ligeramente, debido a la aglomeración de láminas de OG que actúan como puntos de concentración de esfuerzos. La composición óptima fue con ABS (97.75%)-FA (2%)-OG (0.25%), ya que logró un equilibrio sobresaliente entre rigidez, resistencia y procesabilidad, superando los objetivos mecánicos establecidos por el Departamento de Energía de los Estados Unidos (DOE, por sus siglas en inglés) para placas bipolares.

ISSN: 2007-4786

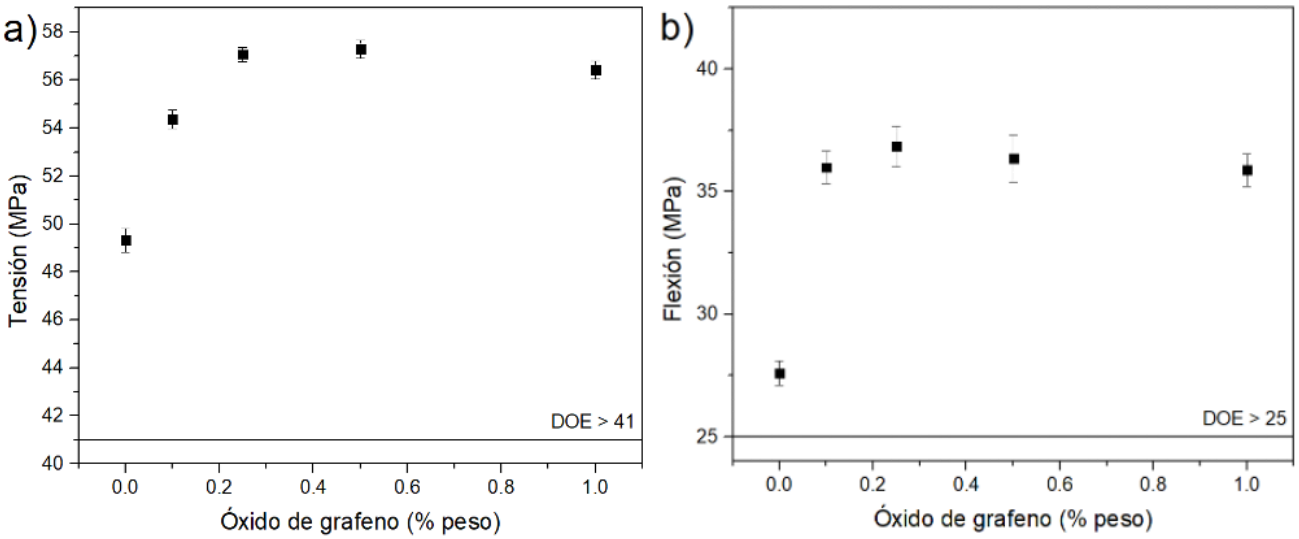


Figura 1. Propiedades mecánicas de ABS-FA-OG a) tensión y b) flexión variando concentraciones de OG

La incorporación de OG modificó sustancialmente el comportamiento electroquímico de los compuestos (Figura 2). Para concentraciones < 0.25 % en peso, la densidad de corriente se mantuvo por debajo del límite del DOE (< 1 μA·cm^{-2}), mientras que para contenidos mayores (0.25–1 % en peso) se rebasó el límite establecido por el DOE.

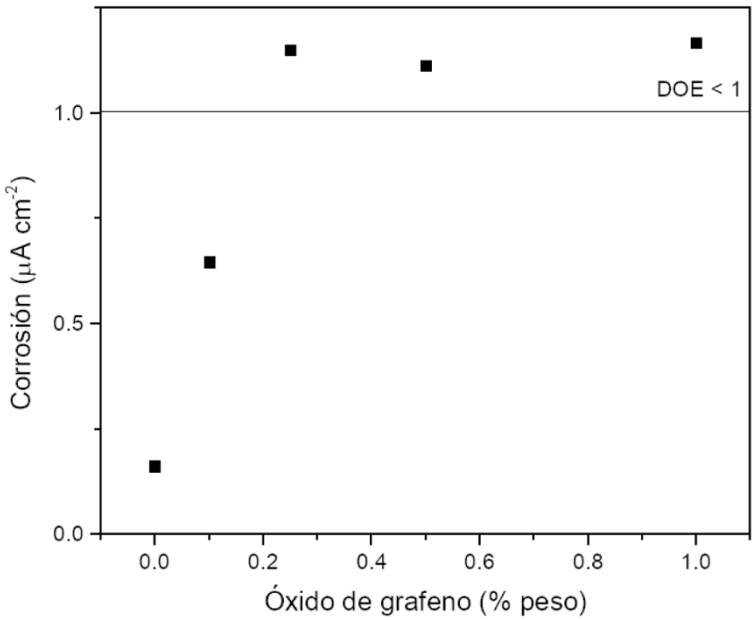


Figura 2. Índice de corrosión de ABS-FA-OG variando concentraciones de OG

Los espectros FTIR de los compuestos muestran las bandas características de la matriz polimérica fotocurada y evidencian la interacción con los refuerzos (Figura 3). Se observa una banda ancha alrededor de 3339 cm^{-1}, asociada al estiramiento O–H, atribuible tanto a los grupos hidroxilo residuales del ABS como a los presentes en la FA y el OG [30]. Las señales de estiramiento C–H se identificaron en 2934 y 2864 cm^{-1} [31]. El espectro presenta una banda intensa y definida en ~1720 cm^{-1}, característica de las vibraciones de estiramiento del grupo

carbonilo (C=O) presente en los enlaces éster de la red de acrilato de la resina [32,33]. Las bandas en la región de 1634 y 1533 cm^{-1} se asocian a las vibraciones de los anillos aromáticos y posibles grupos amida/uretano del ABS [32]. El cambio más significativo se detectó en la banda situada en 1228 cm^{-1} en el material sin OG, atribuida al estiramiento C–O–C de los grupos éster y éter de la matriz [32,33]. Esta banda se desplazó hacia ~1232 cm^{-1} en los compuestos con OG. Este corrimiento hacia números de onda mayores indica un aumento en la rigidez del enlace y en la polaridad local, asociado a interacciones específicas entre los grupos oxigenados del OG (hidroxilos, epóxidos y carboxilos) y los grupos C-O-C presentes tanto en el ABS como en la FA [34]. Esto evidencia una mejor compatibilización e interacción interfacial dentro del compuesto al incorporar OG.

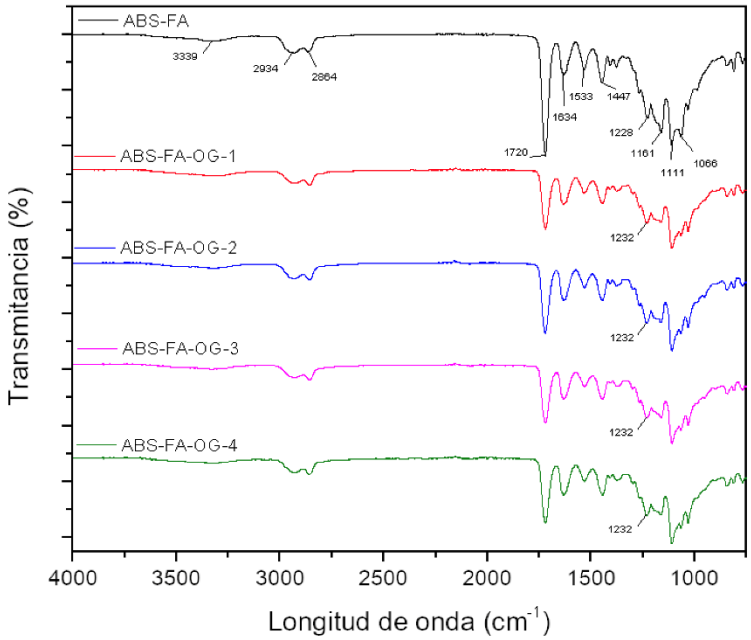


Figura 3. Espectros de infrarrojo FTIR de ABS-FA-OG variando concentraciones de OG

4. DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

La adición de OG aumenta la resistencia a la tracción y a la flexión respecto al compuesto base (ABS-FA), alcanzando valores máximos con 0.25–0.5 % en peso de OG. Este comportamiento se atribuye a dos mecanismos, mejor transferencia de carga por la presencia de láminas de OG bien dispersas que actúan como refuerzo, y mejora de la adhesión interfacial entre la FA y el ABS debida a puentes de hidrógeno entre los grupos oxigenados del OG y los grupos –OH del ABS-FA [30]. El análisis FTIR confirma la interacción química entre la matriz fotopolimerizada y los refuerzos. Si bien la estructura base de la resina se mantiene estable, el desplazamiento de la banda C–O–C / C–O de 1228 a 1232 cm^{-1} indica la formación de interacciones interfaciales [34]. Este fenómeno se atribuye a la formación de puentes de hidrógeno entre los grupos oxigenados del óxido de grafeno (grupos hidroxilo, epoxi y carboxilo) y los grupos carbonilo (C=O) y éter (C–O–C) abundantes en la red del polímero acrílico, contribuyendo al aumento de rigidez reportado en los ensayos mecánicos. No obstante, la incorporación de OG tiene un efecto adverso sobre la resistencia a la corrosión de los materiales producidos. Las densidades de corriente superan el objetivo establecido por el DOE (< 1 $\mu A \cdot cm^{-2}$) para concentraciones > 0.25 % en peso de OG. Además, a concentraciones altas de OG puede aparecer segregación (tanto de OG como de FA), lo que explica por qué la mejora mecánica no aumenta indefinidamente y en algunos casos declina. Este estudio confirma la viabilidad de la SLA como técnica de manufactura aditiva para la

fabricación de compuestos de ABS-FA-OG. El compuesto formado por ABS (97.75%)-FA (2%)-OG (0.25%) proporcionó un desempeño mecánico superior, manteniendo una resistencia a la corrosión cercana a los límites establecidos por el DOE. Para mejorar las formulaciones propuestas es necesario optimizar la dispersión, aplicar modificaciones superficiales de OG para limitar la conectividad iónica, realizar ensayos de corrosión a largo plazo, caracterizar conductividad superficial por técnicas de cuatro puntas, y validar de los mejores materiales producidos en este estudio en una monocelda de PEMFCs bajo condiciones de operación. También es recomendable estudiar menores fracciones de OG funcionalizado y alternativas (nanotubos de carbono, grafeno reducido) y evaluar el efecto del proceso SLA en la orientación/dispersión de los refuerzos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el apoyo otorgado por el Tecnológico Nacional de México a través del proyecto "Humedales artificiales asistidos electroquímicamente como una tecnología emergente para el tratamiento de aguas residuales", con clave 22639.25-P.

REFERENCIAS

[1] Höök, M., & Tang, X. (2013). Depletion of fossil fuels and anthropogenic climate change—A review. Energy policy, 52, 797-809.
[2] Liew, W. H., Hassim, M. H., & Ng, D. K. (2014). Review of evolution, technology and sustainability assessments of biofuel production. Journal of Cleaner Production, 71, 11-29.
[3] Abdin, Z., Zafaranloo, A., Rafiee, A., Mérida, W., Lipiński, W., & Khalilpour, K. R. (2020). Hydrogen as an energy vector. Renewable and sustainable energy reviews, 120, 109620.
[4] Nazir, H., Muthuswamy, N., Louis, C., Jose, S., Prakash, J., Buan, M. E., ... & Kannan, A. M. (2020). Is the H2 economy realizable in the foreseeable future? Part II: H2 storage, transportation, and distribution. International journal of hydrogen energy, 45(41), 20693-20708.
[5] Das, V., Padmanaban, S., Venkitusamy, K., Selvamuthukumaran, R., Blaabjerg, F., & Siano, P. (2017). Recent advances and challenges of fuel cell based power system architectures and control–A review. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 73, 10-18.
[6] Cruz-Martínez, H., Rojas-Chávez, H., Matadamas-Ortiz, P. T., Ortiz-Herrera, J. C., López-Chávez, E., Solorza-Feria, O., & Medina, D. I. (2021). Current progress of Pt-based ORR electrocatalysts for PEMFCs: An integrated view combining theory and experiment. Materials Today Physics, 19, 100406.
[7] Hermann, A., Chaudhuri, T., & Spagnol, P. (2005). Bipolar plates for PEM fuel cells: A review. International journal of hydrogen Energy, 30(12), 1297-1302.
[8] Tang, A., Crisci, L., Bonville, L., & Jankovic, J. (2021). An overview of bipolar plates in proton exchange membrane fuel cells. Journal of Renewable and Sustainable Energy, 13(2), 022701.
[9] de Oliveira, M. C. L., Ett, G., & Antunes, R. A. (2012). Materials selection for bipolar plates for polymer electrolyte membrane fuel cells using the Ashby approach. Journal of power sources, 206, 3-13.
[10] Alo, O. A., Otunniyi, I. O., Pienaar, H., & Iyuke, S. E. (2017). Materials for bipolar plates in polymer electrolyte membrane fuel cell: performance criteria and current benchmarks. Procedia Manufacturing, 7, 395-401.
[11] Gomez-Sanchez, A., Franco-Luján, V. A., Alfaro-López, H. M., Hernández-Sánchez, L., Cruz-Martínez, H., & Medina, D. I. (2024). Carbon material-reinforced polymer composites for bipolar plates in polymer electrolyte membrane fuel cells. Polymers, 16(5), 671.
[12] Antunes, R. A., De Oliveira, M. C., Ett, G., & Ett, V. (2011). Carbon materials in composite bipolar plates for polymer electrolyte membrane fuel cells: A review of the main challenges to improve electrical performance. Journal of Power Sources, 196(6), 2945-2961.
[13] Tawfik, H., Hung, Y., & Mahajan, D. (2007). Metal bipolar plates for PEM fuel cell—A review. Journal of power sources, 163(2), 755-767.
[14] Antunes, R. A., Oliveira, M. C. L., Ett, G., & Ett, V. (2010). Corrosion of metal bipolar plates for PEM fuel cells: A review. International journal of hydrogen energy, 35(8), 3632-3647.
[15] Boyaci San, F. G., & Tekin, G. (2013). A review of thermoplastic composites for bipolar plate applications. International journal of energy research, 37(4), 283-309.

[16] Okonkwo, P. C., Emori, W., Uzoma, P. C., Mansir, I. B., Radwan, A. B., Ige, O. O., & Abdullah, A. M. (2022). A review of bipolar plates materials and graphene coating degradation mechanism in proton exchange membrane fuel cell. International Journal of Energy Research, 46(4), 3766-3781.
[17] Iwan, A., Malinowski, M., & Pasciak, G. (2015). Polymer fuel cell components modified by graphene: Electrodes, electrolytes and bipolar plates. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 49, 954-967.
[18] Saucedo-Luna, J., Castro-Montoya, A. J., Martinez-Pacheco, M. M., Sosa-Aguirre, C. R., & Campos-Garcia, J. (2011). Efficient chemical and enzymatic saccharification of the lignocellulosic residue from Agave tequilana bagasse to produce ethanol by Pichia caribbica. Journal of Industrial Microbiology and Biotechnology, 38(6), 725-732.
[19] Annandarajah, C., Li, P., Michel, M., Chen, Y., Jamshidi, R., Kiziltas, A., ... & Montazami, R. (2018). Study of agave fiber-reinforced biocomposite films. Materials, 12(1), 99.
[20] Huerta-Cardoso, O., Durazo-Cardenas, I., Longhurst, P., Simms, N. J., & Encinas-Oropesa, A. (2020). Fabrication of agave tequilana bagasse/PLA composite and preliminary mechanical properties assessment. Industrial Crops and Products, 152, 112523.
[21] Langhorst, A. E., Burkholder, J., Long, J., Thomas, R., Kiziltas, A., & Mielewski, D. (2018). Blue-agave fiber-reinforced polypropylene composites for automotive applications. BioResources, 13(1), 820-835.
[22] Cisneros-López, E. O., Pérez-Fonseca, A. A., González-García, Y., Ramírez-Arreola, D. E., González-Núñez, R., Rodrigue, D., & Robledo-Ortíz, J. R. (2018). Polylactic acid–agave fiber biocomposites produced by rotational molding: A comparative study with compression molding. Advances in Polymer Technology, 37(7), 2528-2540.
[23] Gomez-Sanchez, A., Robledo-Taboada, L. H., Franco-Luján, V. A., Martínez-Salgado, R. T., & Cruz-Martínez, H. (2025). Compuestos poliméricos reforzados con fibras obtenidas de bagazo de agave Angustifolia Haw como materiales para placas bipolares. *REVISTA IPSUMTEC*, *8*(1), 128-134.
[24] Riccio, C., Civera, M., Grimaldo Ruiz, O., Pedullà, P., Rodriguez Reinoso, M., Tommasi, G., ... & Surace, C. (2021). Effects of curing on photosensitive resins in SLA additive manufacturing. Applied Mechanics, 2(4).
[25] Kim, Y. J., & Kim, H. N. (2024). A study on effects of curing and machining conditions in post-processing of SLA additive manufactured polymer. Journal of Manufacturing Processes, 119, 511-519.
[26] Anand Kumar, S., & Shivraj Narayan, Y. (2018). Tensile testing and evaluation of 3D-printed PLA specimens as per ASTM D638 type IV standard. In Innovative Design, Analysis and Development Practices in Aerospace and Automotive Engineering (I-DAD 2018) Volume 2 (pp. 79-95). Singapore: Springer Singapore.
[27] Theobald, C. D. (2001). Analysis of ASTM D790-72 and its application to reinforced plastic structural members. The University of Mississippi.
[28] Hamzah, M., Taufany, F., Purniawan, A., Hidayat, A. S., & Qadariyah, L. (2025, April). Corrosion testing of graphite-ebonite bipolar plate for proton exchange membrane fuel cell by electrochemical impedance spectroscopy. In AIP Conference Proceedings (Vol. 3166, No. 1, p. 020015). AIP Publishing LLC.
[29] 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.
[30] Florek, P., Król, M., Jeleń, P., & Mozgawa, W. (2021). Carbon fiber reinforced polymer composites doped with graphene oxide in light of spectroscopic studies. Materials, 14(8), 1835.
[31] Runka, T. (2017). Spectroscopic properties of polymer composites. Physical Sciences Reviews, 2(8), 20170025.
[32] Kwaśny, M., Polkowski, J., & Bombalska, A. (2022). A study on the photopolymerization kinetics of selected dental resins using Fourier Infrared Spectroscopy (FTIR). Materials, 15(17), 5850.
[33] Florek, P., Król, M., Jeleń, P., & Mozgawa, W. (2021). Carbon fiber reinforced polymer composites doped with graphene oxide in light of spectroscopic studies. Materials, 14(8), 1835.
[34] El Oudiani, A., Msahli, S., & Sakli, F. (2017). In-depth study of agave fiber structure using Fourier transform infrared spectroscopy. Carbohydrate polymers, 164, 242-248.

Correo de autor de correspondencia: ***heriberto.cm@itvalletla.edu.mx***