



Relato Propicie: Armazenamento de Hidrogênio em Ligas de Alta Entropia

Giulia Fernandes da Silva | giulia.f2007@aluno.ifsc.edu.br¹
Karine Arend | karine.arend@ifsc.edu.br²

Edital de fomento do trabalho IFSC/GAB Nº 02/2024 | PROPICIE 22
Trabalho de Pesquisa
DT 4 - Inovação Tecnológica, Processos Produtivos e Futuro das Tecnologias

Resumo:

Este artigo apresenta as atividades desenvolvidas durante o estágio de pesquisa realizado por meio do programa PROPICIE 22, com foco no armazenamento de hidrogênio em ligas de alta entropia. O estudo foi conduzido na Université du Québec à Trois-Rivières (UQTR), no Canadá, em colaboração com pesquisadores brasileiros, visando investigar alternativas mais seguras e eficientes para o armazenamento de hidrogênio, considerado uma importante fonte de energia limpa. O objetivo da proposta foi analisar a capacidade de absorção de hidrogênio em ligas metálicas de alta entropia e avaliar alterações estruturais decorrentes desse processo. A metodologia envolveu a utilização de três amostras metálicas compostas por diferentes elementos químicos, submetidas a etapas de ativação térmica, absorção de hidrogênio sob pressão de 30 bar, análises PCT (Pressure–Composition–Temperature) e difração de raios X (XRD). Os procedimentos foram realizados em ambiente controlado, utilizando glovebox com atmosfera de argônio para evitar contaminações. Os resultados indicaram que as ligas apresentaram comportamentos distintos em relação à absorção de hidrogênio, além de modificações em suas estruturas microcristalinas após os testes. A pesquisa contribuiu para o aprofundamento dos estudos sobre materiais avançados para armazenamento de energia, além de proporcionar experiência prática em pesquisa científica aplicada e incentivar a continuidade das investigações na área.

Palavras-chave: alta entropia; ligas; armazenamento de energia; materiais avançados.

Introdução

As pesquisas recentes indicam que é preciso buscar novas fontes de energia para suprir a demanda do desenvolvimento crescente. Entre as diferentes possibilidades, o hidrogênio é a fonte de energia mais promissora. No entanto, pesquisas estão sendo realizadas para que a utilização deste combustível possa substituir combustíveis oriundos de fontes não renováveis como o petróleo (Bhatt, 2020). Um dos principais desafios no uso do hidrogênio como combustível está relacionado ao seu armazenamento,

¹ Estudante do Curso Técnico Integrado em Mecânica do IFSC Câmpus Joinville.

² Servidora da área de Cultura Geral do IFSC Câmpus Joinville.

especialmente porque, sob altas pressões, este composto pode comprometer as propriedades do material do recipiente (HUOT, 2016). Assim, o objetivo do projeto apresentado foi realizar tal processo com ligas de alta entropia e buscar parâmetros específicos relacionados à sua eficiência real.

Fundamentação teórica

Em menção à pesquisa, o hidrogênio destaca-se como um vetor energético promissor na transição para fontes mais limpas, devido à sua alta densidade energética e baixa emissão de poluentes. No entanto, seu armazenamento ainda representa um desafio, especialmente em métodos convencionais, como alta pressão e estado líquido, que envolvem riscos e elevado custo energético (Züttel, 2022).

Nesse contexto, o armazenamento em estado sólido por meio de hidretos metálicos surge como alternativa mais segura e eficiente. Entre esses materiais, as ligas de alta entropia (High Entropy Alloys – HEAs) têm recebido destaque por sua elevada entropia configuracional e estabilidade estrutural, resultante da combinação de múltiplos elementos em proporções semelhantes (Ye et al., 2021).

Estudos recentes indicam que as HEAs apresentam boa capacidade de absorção reversível de hidrogênio, além de resistência à degradação e estabilidade em ciclos repetidos (Sarkar et al., 2022). Sua composição química pode ser ajustada para otimizar propriedades, sendo comum o uso de elementos como Zr, Ti e Nb, que favorecem a formação de hidretos e a difusão do hidrogênio (Edalati et al., 2023).

Além disso, técnicas como difração de raios X (XRD) e análise PCT são essenciais para avaliar o comportamento desses materiais, permitindo a caracterização estrutural e da capacidade de armazenamento (Liu et al., 2021).

Dessa forma, as ligas de alta entropia configuram-se como uma alternativa promissora para o avanço das tecnologias de armazenamento de hidrogênio.

Este projeto foi uma iniciativa do edital de intercâmbio do IFSC Propicie, onde um dos projetos propostos era o que está sendo descrito neste artigo, originalmente nomeado “Hydrogen Storage in High Entropy Alloys”. A pesquisa foi realizada na UQTR (Université du Québec au Trois-Rivieres), onde a pesquisa relacionada ao hidrogênio é tópico importante e muito relevante, contando com um prédio dedicado unicamente ao tema.

A pesquisa foi realizada a partir de uma colaboração entre a UQTR e UNICAMP, na qual a universidade canadense conduz a análise de amostras metálicas enviadas por doutorandos da universidade brasileira, com o objetivo de realizar os procedimentos necessários.

Procedimentos metodológicos

As amostras da pesquisa são ligas metálicas contendo seis elementos químicos. Diversas amostras foram recebidas pela equipe do projeto, mas somente três delas foram utilizadas no período de três meses do projeto:

G1 - Zr₂₅ Co₂₅ Fe_{15.75} Nb_{32.5} Al_{0.5} Si_{1.25} (w/ commercial FeNb) - 1,942 g

G2 - Zr₂₄ Co₁₆ Fe_{18.9} Nb₃₉ Al_{0.6} Si_{1.5} (pure elements) - 3,170 g

G3 - Zr₂₄ Co₁₆ Fe_{18.9} Nb₃₉ Al_{0.6} Si_{1.5} (w/ commercial FeNb) - 3,103 g

O procedimento experimental teve início com a ativação das amostras, etapa que também pode ser considerada um tratamento térmico. Esta etapa é essencial, pois para a maioria das amostras, a absorção de hidrogênio não é eficiente sem ela. Tal etapa é realizada através do aquecimento do aparelho até 450°C e, assim que a temperatura é atingida, a amostra é exposta pelo período de uma hora.

Em seguida, foi conduzido o processo de absorção de hidrogênio, etapa central desta pesquisa. A absorção ocorreu à temperatura ambiente, sob pressão de 30 bar, conforme os parâmetros estabelecidos pelos pesquisadores.

Antes da segunda absorção, uma nova etapa de tratamento térmico foi feita, agora interpretada como limpeza, com temperatura de 450°C e exposição de uma hora. A segunda absorção seguiu os mesmos parâmetros da primeira.

Posteriormente, foi realizada a análise PCT (Pressure–Composition–Temperature), que consiste na medição da pressão, concentração e temperatura do sistema. Esta análise é utilizada para caracterizar a capacidade de armazenamento de hidrogênio em materiais. Esta etapa é a mais demorada do protocolo experimental, podendo durar até 24 horas para sua completa execução.

Em etapa posterior, todas as amostras foram submetidas à análise por difração de raios X (XRD) após cada etapa principal, a fim de identificar as estruturas microcristalinas resultantes e comprovar alterações no material devido ao hidrogênio em alta pressão.

Para coletar o material a ser analisado, o compartimento onde a amostra estava (sample holder) era cuidadosamente aberto dentro de uma *glovebox* (câmara fechada preenchida com gás argônio), a fim de evitar que o material reagisse com o oxigênio ou a umidade do ar. Esse procedimento garantiu a proteção contra contaminações e preservou as propriedades da amostra.

O procedimento descrito acima e, resumidamente registrado na Tabela 1, foi feito em todas as amostras, com exceção da amostra G1, que teve a limpeza entre o primeiro e o segundo PCT.

Quadro 1 – Flowchart Padronizado de Processos

Passo	Processo	Temperatura	Pressão	Tempo
1	Ativação	450°C	Vácuo dinâmico	3h
2	Absorção	Ambiente	30 bar	1h
3	Limpeza	450°C	Vácuo dinâmico	1h
4	Absorção	Ambiente	30 bar	1h
5	Limpeza	450°C	Vácuo dinâmico	1h
6	PCI	Ambiente	-	-
7	PCI	Ambiente	-	-

Fonte: elaborado pela autora a partir de relatórios via e-mail.

Resultados e discussões

Os resultados da análise de absorção de hidrogênio nas ligas metálicas analisadas indicam que a composição das ligas podem ter um comportamento diferente (Figuras 2, 3 e 4). A absorção de hidrogênio pode modificar as propriedades iniciais das ligas e os resultados da XDR mostram que houve alteração na estrutura microcristalina das amostras.

Figura 2 - XRD para amostra G1

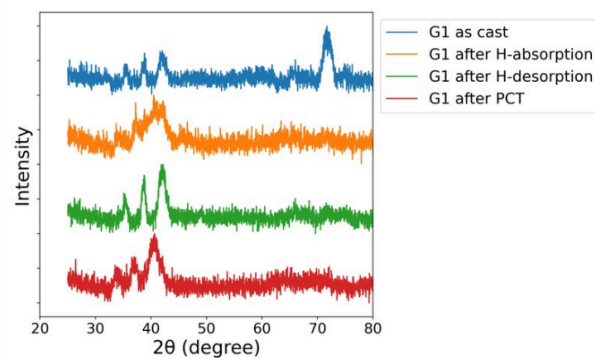


Figura 3 - XRD para amostra G2

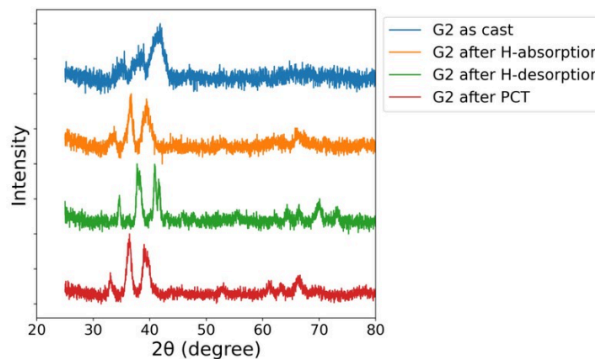
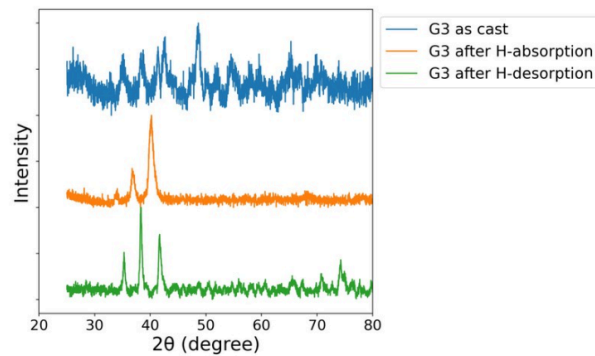


Figura 4 - XRD para amostra G3



A modificação das propriedades das ligas é um fator fundamental para sua aplicação e funcionalidade. Visando que o armazenamento do hidrogênio é o maior desafio em sua aplicação, tais mudanças, por mais sutis que sejam, apresentam diferenças entre as condições sob as quais tais materiais poderão ser submetidos. Ao se apresentar maior instabilidade, ou necessidade de condições específicas para manter a porcentagem de hidrogênio absorvido, os parâmetros deverão ser modificados e refinados a fim de que o processo tenha a efetividade máxima desejada.

Os conhecimentos absorvidos por tal pesquisa realizam um diálogo direto com os conteúdos abordados durante as aulas do Curso Técnico de Mecânica realizadas pela

aluna bolsista. Na disciplina de Ciência dos Materiais, foi introduzido o conceito de microestrutura cristalina, visto nos testes de difração de raio X, diretamente ligado com a microestrutura das amostras. Em Ensaios dos Materiais, o conceito de tratamentos térmicos foi introduzido, aplicado diretamente nos passos de ativação e limpeza, mais tarde aprofundado na disciplina de Tratamentos Térmicos e Termoquímicos. Tais testes foram diretamente relacionados à questões de composição química e condições de processo, fatores fundamentais para a mecânica, especialmente na aplicação industrial, foco do curso do IFSC Joinville. Com os conhecimentos obtidos através da realização dos procedimentos experimentais, a aluna obteve a oportunidade única de levar seus conhecimentos teóricos para a prática.

Considerações finais

A pesquisa foi desenvolvida com sucesso, tendo os resultados desejados obtidos e conclusões positivas na maioria dos casos. O procedimento foi rigoroso e, portanto, forneceu oportunidades de crescimento não só profissional, mas também pessoal para os envolvidos.

Um aspecto relevante desta atividade foi a oportunidade de uma aluna de curso técnico ter contato direto com pesquisa aplicada e de ponta, vivenciando etapas reais do desenvolvimento científico, desde a preparação e análise de amostras até a interpretação de resultados. Essa experiência contribuiu significativamente para sua formação, aproximando o ensino da prática de pesquisa e estimulando o pensamento crítico, a autonomia e o interesse pela continuidade na área científica e tecnológica, que se manifestou pela continuidade da pesquisa através de projeto de extensão.

Tais conhecimentos devem ser disseminados, de forma que estejam disponíveis para diversas pessoas da comunidade acadêmica. Esta ação trará a possibilidade de implantação de projetos similares no Instituto Federal de Santa Catarina, com a pesquisa mais profunda sobre o armazenamento de hidrogênio e a possibilidade de novas descobertas no ramo.

Após o encerramento das atividades na UQTR, a bolsista deu continuidade aos seus estudos relacionados ao hidrogênio através do desenvolvimento de Projetos de Extensão e eventos de disseminação científica. Dessa forma, os conhecimentos obtidos



através da pesquisa puderam ser melhor aproveitados e compartilhados com a comunidade acadêmica do IFSC Joinville.

Referência ao fomento recebido

Mobilidade estudantil realizada através do edital IFSC/GAB N° 02/2024, referente ao Propicie 22. Foi recebida a bolsa de auxílio financeiro disponibilizado nesta edição.

Referências

BHATT, Priyanka; HAZAN, Joseph; HUOT, Jacques. Hydrogen Storage Properties of Melt Spun Mg-Based Alloy through Electrochemical Method for Ni-MH Batteries. **Hidden Analytical**, Maio de 2020. doi: 10.1149/MA2020-02683435mtgabs

EDALATI, K. et al. Nanostructured high-entropy alloys for hydrogen storage. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2023.

HUOT, Jacques. Mg-based compounds for hydrogen and energy storage. **Springer Berlin Heidelberg**, Alemanha, 2016.

LIU, Y. et al. Hydrogen storage performance of refractory high-entropy alloys. *Acta Materialia*, 2021.

SARKAR, A. et al. High entropy alloys and their hydrogen storage properties. *Progress in Materials Science*, 2022.

ZÜTTEL, A. Hydrogen storage methods. *Naturwissenschaften*, 2022.

YE, Y. et al. High-entropy alloys for hydrogen storage: a review. *Journal of Materials Research and Technology*, 2021.