

# Obtenção do composto TiFe por moagem de alta energia com vistas ao armazenamento de Hidrogênio

Railson Bolsoni Falcão e Ricardo Mendes Leal Neto  
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN

## INTRODUÇÃO

A humanidade, na sua busca incessante por energia, começou a perceber, notoriamente a partir do século XX, a importância de obtê-la de uma forma sustentável, a partir de recursos renováveis. Neste cenário, há um consenso de que no futuro haverá uma economia energética baseada na exploração do hidrogênio. O hidrogênio pode ser armazenado de diversas maneiras, no entanto o armazenado em meio sólido, como no intermetálico TiFe, é a maneira mais segura e de maior capacidade armazenadora em volume. Este intermetálico pode ser obtido através do processo de moagem de alta energia.

## OBJETIVO

O objetivo do presente trabalho foi investigar a influência do tempo de moagem e do tipo de ACP na moagem de alta energia de misturas de pós de Ti e Fe, tendo em vista a obtenção do composto intermetálico TiFe.

## METODOLOGIA

Cada amostra foi preparada com uma mistura de pós de Ti e de Fe na proporção estequiométrica do composto TiFe. A essa mistura foi adicionado um determinado tipo de ACP. A amostra foi pesada e colocada em um recipiente de moagem, junto com 72 bolas de aço de 7 mm de diâmetro. O conjunto, ainda aberto, foi colocado dentro de uma caixa de luvas com argônio, onde passou por um processo de três purgas. O conjunto, já fechado, foi retirado da caixa de luvas e levado para o moinho, onde foram feitas as moagens.

As moagens foram feitas de forma contínua ou pausada. No caso das moagens pausadas o moinho foi pausado a cada 30 minutos, por aproximadamente 2 minutos.

Após a moagem, quando havia forte aderência de uma parcela do pó moído no recipiente, retirava-se o pó solto com o auxílio de um pincel. Para a retirada da parcela aderida

adotou-se um procedimento de limpeza padrão utilizado pelo laboratório. As parcelas de pó (aderida e solta), depois de pesadas, foram mantidas separadas para a caracterização (MEV e difração de raios X).

## RESULTADOS

Após as moagens verificou-se, dependendo da condição de processo, a formação de um depósito de material moído, fortemente aderido no recipiente de moagem. Na Tabela 1 estão apresentados os percentuais da massa das misturas que não ficaram aderidos no conjunto (M), em função da condição de moagem.

TABELA 1. Discriminação das condições de processamento em função do tipo e massa relativa de ACP, tempo (T) e forma de moagem

Condição	ACP	ACP (%)	T(h)	Forma de moagem	M (%)
AE1%2hP	Ac.Esteárico	1	2	Pausada	4
E1%2hP	Etanol	1	2	Pausada	5
AE2%2hP	Ac.Esteárico	2	2	Pausada	5
E2%2hP	Etanol	2	2	Pausada	20
E2%2hC	Etanol	2	2	Contínua	12
E4%2hC	Etanol	4	2	Contínua	90
E4%3hC	Etanol	4	3	Contínua	11
AE4%3hC	Ac.Esteárico	4	3	Contínua	10
E2%1hC	Etanol	2	1	Contínua	96

Na Tabela 1 observa-se que, para uma massa fixa de ACP, a massa da amostra não aderida no conjunto diminui com o tempo de moagem. Também se observa que, para um tempo de moagem fixo, a massa da amostra não aderida aumenta com o aumento da massa do ACP. Quanto ao tipo de ACP adicionado nas amostras, se observa na Tabela 1 que o tipo de ACP não fez diferença em várias condições de moagem, mas quando houve diferença, o etanol foi mais eficiente na condição pausada

(E2%2hP). Com os dados da difração de raios X das amostras foram obtidos espectros de difração apresentados na Figura 1, onde foi feita uma distinção entre as amostras aderidas e não aderidas, acrescentando-se a letra R (de resíduo) à condição de moagem, quando a amostra foi proveniente de material aderido no conjunto de moagem.

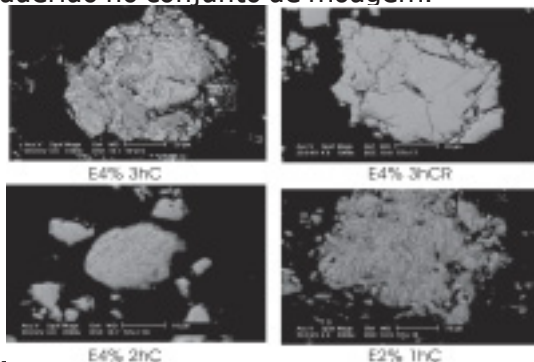


Figura 1. Espectros de difração das amostras moídas em diferentes condições

Comparando o espectro de difração da mistura simples de pós de titânio e de ferro com os demais espectros, nota-se o alargamento dos picos de difração das amostras moídas, resultante do encruamento. O alargamento foi tanto maior quanto maior foi o tempo de moagem, independentemente do tipo e quantidade de ACP utilizado. Ainda observa-se que os picos de difração dos espectros das amostras não aderidas estão mais alargados que os das amostras aderidas, moídas na mesma condição, o que pode ser constatado mediante comparação dos espectros das amostras moídas nas condições E4%3hC e E4%3hCR e nas condições AE4%3hC e AE4%3hCR, quando se utilizou etanol e ácido esteárico, respectivamente. Este aspecto resulta do fato de que o material, uma vez aderido, deixou de participar da moagem.

Na Figura 2 são apresentadas micrografias eletrônicas de varredura (elétrons retroespalhados) de amostras moídas em diversas condições.

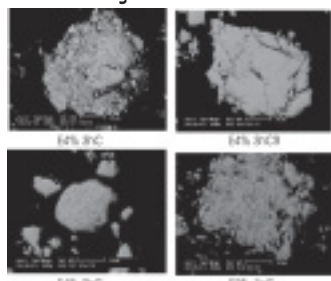


Figura 2. Micrografias das amostras moídas em diferentes condições

Quando se analisa condições de moagem onde se utilizou um maior tempo de processamento (3h), como nas condições E4%3hC e AE4%3hC, não se observam partículas lamelares, ao contrário da condição E4%2hC,

com tempo menor de moagem (2h), onde não se verificou a presença de partículas homogêneas. Já nas amostras aderidas após 3h de moagem, nas condições E4%3hCR e AE4%3hCR, notam-se partículas lamelares devido a menor participação na moagem a partir da aderência. Em nenhuma das condições de moagem se observou a formação do composto TiFe, mesmo nas condições onde se obteve a maior quantidade de partículas homogêneas (moagens de 3h), conforme indicam os dados de difração de raios X da Figura 1. Constata-se a partir dos espectros de difração que a homogeneidade de tais partículas é resultante, em boa medida, da formação uma solução sólida substitucional, uma vez que o pico de difração mais intenso do titânio apresentou após a moagem de 3 horas uma acentuada queda em relação ao pico mais intenso do ferro. Essa queda também foi notada em amostras com partículas lamelares, porém de forma menos acentuada.

## CONCLUSÕES

Na moagem de alta energia, constatou-se uma tendência grande de aderência dos pós de Ti e de Fe no conjunto de moagem, não reportada anteriormente na literatura consultada. Verificou-se que a parcela de amostra que não fica aderida no conjunto aumenta com a massa de ACP adicionada e diminui com o tempo de moagem. Já os dois tipos de ACP adicionados às amostras proporcionaram resultados semelhantes em várias condições de moagem, mas quando houve diferença, o etanol foi mais eficiente, o que ocorreu na condição E2%2hP. Verificou-se também um aumento de partículas homogêneas e do encruamento com o tempo de moagem, mas não com o tipo de ACP adicionado. Na porção das amostras aderidas, entretanto, estes efeitos foram menos acentuados, o que é mais uma consequência negativa da aderência (heterogeneidade da amostra).

Não houve formação do composto TiFe em nenhuma condição estudada. Tal formação talvez pudesse ser obtida com um maior tempo de moagem, o que ficou impossibilitado devido aos problemas de aderência.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] DELOGU, F.; COCCO, G., Compositional effects on the mechanochemical synthesis of Fe-Ti and Cu-Ti amorphous alloys by mechanical alloying. *J. Alloys Comp.*, n. 352, p.92-98, 2003.

## APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNEN/PROBIC