

# ANAIIS

## EICTI 2017

6° Encontro de  
Iniciação Científica

2° Encontro de Iniciação  
ao Desenvolvimento  
Tecnológico e Inovação

4 a 6 de outubro de 2017

Universidade Federal da Integração Latino-Americana (UNILA)  
Av. Tarquínio Joslin dos Santos, nº 1000  
Foz do Iguaçu, Paraná – Brasil



Realização:



Apoio:



# **ESTUDO E CARACTERIZAÇÃO DE PÓS METÁLICOS SINTERIZADOS VIA VOLTAMETRIA CÍCLICA PARA APLICAÇÃO EM BATERIAS.**

**SOARES, Julia Safranski**

Estudante do Curso de Engenharia de Materiais, bolsista ITI-FPTI-ILATIT–UNILA.  
E-mail: julia.soares@aluno.unila.edu.br

**SALGADO, José Ricardo Cezar**

Docente do curso de Química Licenciatura – ILACVN – UNILA.  
E-mail: jose.salgado@unila.edu.br

**REIMBRECHT, Eduardo Gonçalves**

Docente do curso de Engenharia de Materiais – ILATIT – UNILA.  
E-mail: eduardo.goncalves@unila.edu.br

**NIKKUNI, Flávio Ryoichi**

Pesquisador – Projeto Baterias – FPTI.  
E-mail: flavio.rn@pti.org.br

## **1 INTRODUÇÃO**

A preocupação com o crescimento contínuo da população mundial e o consumo desenfreado de recursos naturais em prol da acumulação de capital, são alguns fatores que tem estimulado o desenvolvimento de pesquisas em torno de novas fontes de energia e de estratégias sustentáveis. Com a melhora na distribuição da utilização de fontes energéticas renováveis e não renováveis, ocorre à necessidade de avanço na tecnologia de armazenamento de energia, para o nivelamento da natureza intermitente das fontes de energia renováveis.

Uma das formas de armazenamento de energia mais utilizada são as baterias de íons de lítio, aplicadas em equipamentos eletrônicos e diversos equipamentos portáteis, por apresentarem grande vantagem quanto a sua densidade de energia. Porém, o sódio é um material de baixo custo e de grande abundância se comparado com o lítio, fazendo com que as baterias de sódio sejam mais viáveis economicamente, e que são consideradas por Li et al. (2016) um dos mais atraentes sistemas estacionários de armazenamento de energia elétrica. Para isso, o desenvolvimento e estudo de novos materiais eletrólitos e eletródicos são preeminentes.

Em meio a este contexto, o projeto em desenvolvimento volta-se para a obtenção de eletrodos com baixa resistividade elétrica e alta área superficial permitindo minimizar a perda de potência. Para tanto técnicas de metalurgia do pó serão utilizadas de modo a obter eletrodos porosos.

## **2 METODOLOGIA**

Para o desenvolvimento dos estudos de materiais para eletrodo, foi realizado um levantamento bibliográfico das técnicas de sinterização; posteriormente foi avaliada a porosidade desejada e por fim foi calculada a granulometria de partida para a obtenção da porosidade alvo. Com os dados adquiridos anteriormente, foram realizados testes com diversas rampas de aquecimento e temperatura e escolheu-se os melhores parâmetros de sinterização.

Os materiais sinterizados foram avaliados com relação ao desempenho por voltametria cíclica, que foi realizada em célula de três eletrodos, utilizando grafite como contra eletrodo, eletrodo reversível de hidrogênio como eletrodo de referência e o material sinterizado como eletrodo de trabalho. As experiências foram realizadas em solução aquosa de KOH 0,5M, a temperatura ambiente e com auxílio de potenciostato. Além da voltametria cíclica outros testes de caracterização eletroquímica serão utilizados, tais como cronoamperometria, cronopotenciometria e espectroscopia de impedância eletroquímica.

A morfologia destes materiais foi caracterizada por Difractometria de Raios X, medição de porosidade por densidade e cálculo de retração da amostra, além disso, as amostras serão caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura.

## **3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA**

Segundo Newman e Tiedemann (1975) a grande compacidade de um eletrodo poroso tem a predisposição de reduzir a queda de potencial ôhmico, diminuído assim a distância que a corrente deve fluir. Por este fato, a utilização de eletrodos porosos pode reduzir as perdas de potência em baterias e células a combustível. Tracey (1983) diz que, uma das principais utilizações dos pós de níquel carbonila é para a preparação de níquel poroso, para fabricação de eletrodos para baterias alcalinas e células a combustível entre outros. O autor evidenciou que a

partir da sinterização de pós de níquel carbonila é possível obter estruturas com alta porcentagem de porosidade.

De acordo com Chiaverini (1992) a sinterização é a operação fundamental da metalurgia do pó, que consiste no aquecimento do material a verde, a temperaturas elevadas, porém abaixo do ponto de fusão deste, sobre condições controladas de tempo, temperatura e meio ambiente. O estágio inicial deste processo é o transporte de material, que ocorre por fluxo de difusão, que faz crescer o contato entre as partículas, resultando em uma ligação inicial entre elas, formando então “necks”. Ainda segundo Chiaverini (1992), devido à formação dos “necks”, a estrutura tem como característica poros interligados entre si e que estes quando ligados a superfície, confere ao elemento sinterizado uma elevada da superfície específica.

A área eletroquimicamente ativa de um material é a área acessível ao eletrólito em que pode ocorrer à transferência de elétrons, já a área de superfície geométrica é uma projeção bidimensional da superfície do eletrodo (GRDEÑ; ALSABET; JERKIEWICZ, 2012). Ainda segundo Grdeñ *et al*, (2012) é possível medir a área ativa de eletrodos a base de níquel com grande superfície específica, utilizando a carga de formação de  $\alpha$ -Ni(OH)<sub>2</sub>. As cargas de formação de oxi hidróxidos de níquel podem ser obtidas via Voltametria Cíclica, técnica eletroanalítica que pode ser utilizada para o estudo de espécies eletroativas.

## 4 RESULTADOS

Após a pesquisa bibliográfica, o material foi sinterizado utilizando-se várias rampas de aquecimento. Após este processo, os elementos resultantes das diferentes rampas foram avaliados quanto à porosidade. Os melhores resultados dentre as rampas foram testados eletroquimicamente via voltametria cíclica.

**(b)**

Figura 1. VC (a) amostra sinterizada (b) placa de níquel em KOH 0,5 M, vs ERH T = 25° C  
e v =20 mV/ s, 1,1 ≤ E ≤ 1,53 V

Com as voltametrias acima, pode-se tirar que há uma relação linear entre a corrente de pico e a velocidade de varredura, demonstrando o caráter reversível da reação e possível reprodutibilidade do teste. Na voltametria (a) foi posto em teste uma massa de 0,1 g do elemento sinterizado a velocidade de varredura de 20mV/s,

gerando uma corrente de 1,2 mA; na voltametria (b) uma placa de níquel de 0,625 cm<sup>2</sup> posta em teste à mesma taxa de varredura, gerou uma corrente de 0,45 mA. Comparando-se as duas voltametrias, concluiu-se que a amostra sinterizada testada nas mesmas condições que a placa de níquel gerou uma corrente de pico quase 3x maior.

## 5 CONCLUSÕES

A partir da sinterização de pós metálicos foi possível obter elementos de baixa massa, que provavelmente possuem grande área superficial ativa comprovada através de um teste reprodutível. Outros testes ainda serão realizados a fim de avaliar a porosidade, área superficial e aplicabilidade em eletrodos de sistemas de sais fundidos.

## 6 PRINCIPAIS REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CHIAVERINI, Vicente. **Metalurgia do pó: Técnicas e produtos**. 3. ed. São Paulo: Édite Serviços Gráficos e Editora Ltda, 1992. 352 p.

GRDEń, Michał; ALSABET, Mohammad; JERKIEWICZ, Gregory. Surface Science and Electrochemical Analysis of Nickel Foams. **Acs Applied Materials & Interfaces**, [s.l.], v. 4, n. 6, p.3012-3021, 27 jun. 2012. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/am300380m>.

LI, Guosheng et al. Advanced intermediate temperature sodium–nickel chloride batteries with ultra-high energy density. **Nature Communications**, [s.l.], v. 7, p.10683, 11 fev. 2016. Springer Nature. <http://dx.doi.org/10.1038/ncomms10683>.

NEWMAN, John; TIEDEMANN, William. Porous-Electrode Theory with Battery Applications. **AIChE Journal**. [s.l.], p. 25-41. jan. 1975.

TRACEY, V. A.. Sintering of Porous Nickel. **Powder Metallurgy**, [s.l.], v. 26, n. 2, p.89-92, jan. 1983. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1179/pom.1983.26.2.89>.