

## OBTENCION DE ALEACIONES Al-Mg DE MORFOLOGIA POROSA

### Obtainment of Porous Morphology Mg-Al Alloys

#### RESUMEN

Con el objetivo de determinar la posibilidad de usarla como contenedor de hidrógeno, se preparó una aleación Mg<sub>25</sub>Al % en peso con morfología porosa. La porosidad se indujo para aumentar el área superficial del material. La aleación se hidrogenó a 200 °C y 20 atmósferas por diferentes tiempos. Las técnicas de estudio fueron Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), Difracción de Rayos X (DRX) y Termogravimetría (TGA). La microestructura de la aleación está formada por las fases  $\delta+\gamma$ . Los difractogramas de R-X presentan picos desplazados hacia el origen, lo cual indica un aumento de volumen de la celda unitaria por posible efecto de la absorción de hidrógeno. Los termogramas de TGA de la aleación hidrogenada muestran una ganancia en peso, por posible retención de hidrógeno. El área superficial de la aleación porosa es 2.3 m<sup>2</sup>/gr.

**PALABRAS CLAVES:** Aleación aluminio-magnesio porosa, difracción de rayos X, hidrogenación, microscopía electrónica de barrido, termogravimetría.

#### ABSTRACT

*In connection with determine the possibility of use how hydrogen storage, a Mg<sub>25</sub> wt. % Al alloy with porous morphology was prepared. The porosity was induced in order to increase its superficial area. The alloy was hydrogenated to 200 °C and 20 atmospheres during several periods. Scanning electron microscopy (SEM), X-Ray diffraction (XRD) and Thermogravimetry Analysis (TGA) techniques were used in order to analyze the materials. The microstructure is founded by the  $\delta+\gamma$  phases. The X-Ray diffractograms shown peaks displaced to origin, which indicate a volume increase by possible effect of hydrogen absorption. The TGA thermograms of hydrogenated alloys shown a weight increase by possible hydrogen retention. The porous alloy has 2.3 m<sup>2</sup>/gr superficial area.*

**KEYWORDS:** *hydrogenation, porous magnesium-aluminium alloy, scanning electron microscopy, thermogravimetry, X-ray diffraction.*

#### LUIS ZAMORA

Ingeniero Siderúrgico, M. Sc.  
Investigador "C"

<sup>1</sup>Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, Dpto. Síntesis y Caracterización de Materiales

[lzr@nuclear.inin.mx](mailto:lzr@nuclear.inin.mx)

#### ALBERTO SANDOVAL<sup>1,2</sup>

Ciencia de Materiales, Ph. D.  
Investigador "D"

<sup>1</sup>Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, Dpto. Aceleradores

Profesor Titular "C"

<sup>2</sup>Instituto Politécnico Nacional, ESIME U. Culhuacan

[asj@nuclear.inin.mx](mailto:asj@nuclear.inin.mx)

#### JESUS BARRAGAN

Ingeniero Electromecánico,  
Pasante

Tesista

<sup>1</sup>Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, Dpto. Aceleradores

[jjsr\\_24@hotmail.com](mailto:jjsr_24@hotmail.com)

#### JOSE L. ITURBE

Químico; Ph. D.

Investigador "E"

<sup>1</sup>Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, Dpto. Química

[jlig@nuclear.inin.mx](mailto:jlig@nuclear.inin.mx)

## 1. INTRODUCCIÓN

Los combustibles fósiles, como el petróleo y el carbón, son materiales no renovables y en un futuro cercano se agotarán. La energía nuclear, es una buena opción de generación de energía, pero solo se aplica para producción de energía eléctrica a gran escala y requiere grandes instalaciones. Por esta razón, se están buscando energéticos alternos, que sustituyan a los hidrocarburos, para satisfacer la demanda futura de energía [1].

Uno de los combustibles con buenas perspectivas de uso es el hidrógeno, el cual es considerado como una fuente limpia e inagotable. Inclusive, en la actualidad ya existen

vehículos automotores que se mueven a base de quemar hidrógeno, el factor limitante es el contenedor, el cual actualmente es un recipiente con gas a presión. Las desventajas son su peso y la capacidad de recarga. Es por esto que se buscan alternativas para el diseño de celdas de combustible que puedan contener hidrogeno y lo liberen a bajas temperaturas [2].

Existen varios materiales que tienen buena capacidad de absorción de hidrógeno, entre ellos están los materiales con estructuras de carbón, por ejemplo, los fullerenos y los nanotubos [2].

Los metales con mas absorción de hidrógeno en forma atómica son los metales llamados "esponja". Existen 50

elementos metálicos en la tabla periódica con absorción de hidrógeno en gran cantidad y en la elección de materiales para almacenamiento de hidrógeno es muy prometedor el uso del Mg por su gran absorción [1,2].

Uno de los factores importantes para la absorción de hidrógeno, es el área superficial de contacto, es por ello que en este trabajo se presenta la técnica de preparación de aleaciones Al-Mg con consistencia porosa. El propósito es aumentar el área de contacto con el fin de incrementar la capacidad de absorción de hidrógeno para usar la aleación Mg-Al como contenedor de combustible.

## 2. CONTENIDO

### 2.1 EXPERIMENTACION

La aleación original y compacta se obtuvo de elementos Mg y Al de pureza 99.8 %, los cuales se fundieron en un horno de inducción de atmósfera controlada Leybold Herausi, en atmósfera de argón; la frecuencia de fundición fue de 4.5 KHz y potencia de 8 Kw. Las aleaciones porosas, con distinto tamaño de poro, se prepararon en un horno de atmósfera libre Carbolite. El material de aporte para generar los poros fue NaCl con distinto tamaño de partícula. La aleación compacta se fundió en crisol de grafito; en la misma cámara se introdujo una lingotera con el material de aporte con tamaño de partícula adecuado. La temperatura de vaciado fue de 600 °C, y de inmediato se agregó un fundente para evitar reacción de la aleación con el medio ambiente. Partes de materiales con distintos tamaños de poros se someten a hidrogenación a 200 °C y 20 atmósferas de hidrógeno durante 20 horas en un equipo micro-reactor Pressure Reactor PARR 4842.

La microestructura de los materiales se analizó con un Microscopio Electrónico de Barrido, Phillips XL30, los estudios de difracción de rayos-X se realizaron con un difractómetro Siemens D5000 con radiación  $K\alpha$  y filtro de Cu con un intervalo de  $0.3^\circ$ . Para el estudio por termogravimetría se usó un equipo TGA51 Thermogravimetric Analyzer. También se determinó el área superficial del material poroso.

## 2. CONTENIDO

### 2.1 EXPERIMENTACION

La aleación original y compacta se obtuvo de elementos Mg y Al de pureza 99.8 %, los cuales se fundieron en un horno de inducción de atmósfera controlada Leybold Herausi, en atmósfera de argón; la frecuencia de fundición fue de 4.5 KHz y potencia de 8 Kw. Las aleaciones porosas, con distinto tamaño de poro, se prepararon en un horno de atmósfera libre Carbolite. El material de aporte para generar los poros fue NaCl con distinto tamaño de partícula. La aleación compacta se fundió en crisol de grafito; en la misma cámara se introdujo una lingotera con el material de aporte con tamaño de partícula adecuado. La temperatura de vaciado fue de 600 °C, y de inmediato se agregó un fundente para

evitar reacción de la aleación con el medio ambiente. Partes de materiales con distintos tamaños de poros se someten a hidrogenación a 200 °C y 20 atmósferas de hidrógeno durante 20 horas en un equipo micro-reactor Pressure Reactor PARR 4842.

La microestructura de los materiales se analizó con un Microscopio Electrónico de Barrido, Phillips XL30, los estudios de difracción de rayos-X se realizaron con un difractómetro Siemens D5000 con radiación  $K\alpha$  y filtro de Cu con un intervalo de  $0.3^\circ$ . Para el estudio por termogravimetría se usó un equipo TGA51 Thermogravimetric Analyzer. También se determinó el área superficial del material poroso.

### 2.2 MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO

La aleación Mg<sub>25</sub>Al % en peso no hidrogenada esta formada por una matriz rica en Mg (fase  $\delta$ ), en la matriz se observan precipitados irregulares y una segunda fase ( $\gamma$ ), también irregular, ambos ricos en Al, Figura 1.

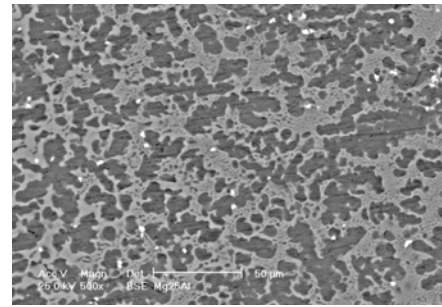


Figura 1. Microestructura de la aleación original.

Las zonas claras corresponden a la fase  $\gamma$  y las oscuras a la fase  $\delta$ .

En la figura 2 se presenta una imagen de la aleación Mg<sub>25</sub>Al % en peso porosa. La porosidad generada es uniforme con un tamaño promedio de poro de 0.14 mm. En la aleación también se observan microporos de tamaño promedio de 50  $\mu$ m, figura 3.



Figura 2. Microestructura de aleación Mg-Al porosa.

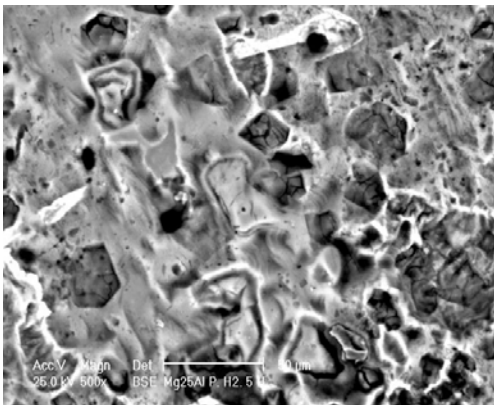


Figura 3. Microestructura de la aleación Mg-Al porosa.

**2.3 DIFRACCION DE RAYOS-X**

Los difractogramas de la aleación porosa sin hidrogenar, figura 4, presentan las reflexiones correspondientes a las fases y elementos de equilibrio en el sistema Mg-Al.

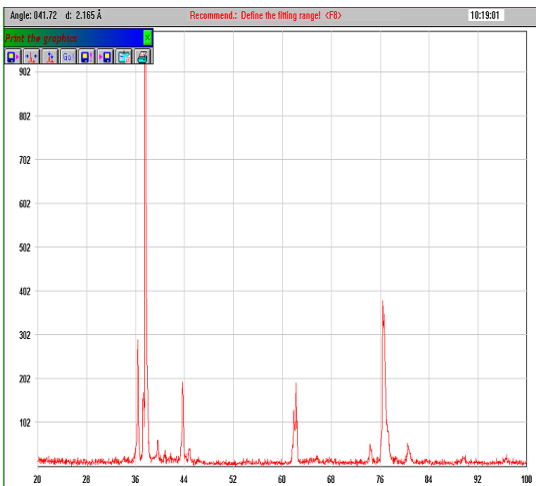


Figura 4. Difractograma de aleación no hidrogenada.

La figura 5 corresponde a un difractograma de una aleación hidrogenada. Se observan los picos de reflexión desplazados hacia el origen, lo cual indica un aumento en el volumen de la celdas unitarias, debido al efecto de la termohidrogenación.

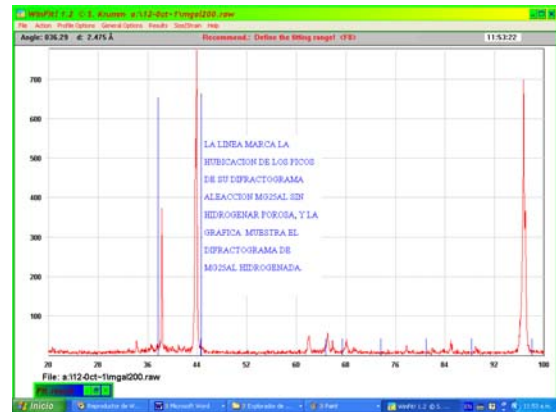


Figura 5. Difractogramas de aleación hidrogenada sobrepuesto al difractograma de la aleación no hidrogenada.

**2.4 ANALISIS POR TERMOGRAVIMETRIA (TGA)**

El resultado del análisis de la muestra Mg25Al % en peso de morfología porosa, se muestra en la figura 6. En el termograma se observa una pérdida de peso en la muestra que se sometió al proceso de hidrogenación durante 22 horas y una presión de 20 atmósferas. Esta pérdida inicia desde la temperatura ambiente hasta 400 °C, existen tres intervalos en la pérdida de peso y en consecuencia tres pendientes, una entre la temperatura ambiente y hasta 275 °C, indica que la liberación del material se llevó a cabo lentamente conforme aumentó la temperatura, posiblemente se deba a la presencia de humedad, al hidrógeno y gases que pudo haber absorbido de la atmósfera, la difusión de este material se realizó lentamente. Una segunda pendiente más pronunciada se registró entre 275 °C y 350 °C; en este intervalo de temperatura el contenido de gases presentes en el material se liberó más rápido. La acción de la temperatura favoreció a que los gases se difundieran en corto tiempo, y una última pendiente se obtuvo hasta los 400 °C, temperatura a la cual todo el gas contenido en la aleación fue liberada. La pérdida total fue de 2.94 % en peso y su equivalencia en masa de 0.48 mg, cada una de las pendientes libera posiblemente un tipo particular de material que haya sorbido el intermetálico durante el proceso de hidrogenación o bien que los haya atrapado de la atmósfera ya que la aleación estuvo expuesto al ambiente.

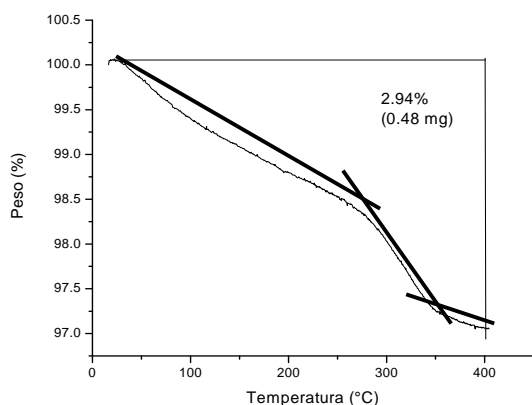


Figura 6. Termograma de aleación hidrogenada.

## 2.5 AREA SUPERFICIAL

El resultado de la determinación de área superficial con un sistema Micromeritics Gemini de la aleación Mg25Al % en peso porosa fue de 2.30 m<sup>2</sup>/gr.

## CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Los resultados indican la posibilidad de una aleación con capacidad de retención de hidrógeno.

El tamaño de poro se puede modificar en su diámetro en forma homogénea en la aleación, logrando un mayor contacto de superficie con el hidrogeno.

Se tratará de obtener una aleación con tamaño de poro micrométrico.

## REFERENCIAS

- [1] Elena David, "An overview of advanced materials for hydrogen storage", *Journal of Materials Processing Technology*, Vols. 162-163 (2005) 169-177.
- [2] Borislav Bogdanović\*, Manfred Schwickardi, "Ti-doped alkali metal aluminium hydrides as potential novel reversible hydrogen storage materials<sup>1</sup>", *Journal of alloys and compounds*, Vols. 253-254 (1997) 1-9.
- [3] Borislav Bogdanović \*\*, Richar A. Brand, Ankica Marjanović <sup>a</sup>, Manfred Schwickardi , Joachim Tölle, "Metal-doped sodium aluminium hydrides as potential new hydrogen storage materials", *Journal of alloys and compounds*, 302 (2000) 36-58.
- [4] L. Żaluski, A. Żaluska\*, J.O. Ström-Olsen, "Nanocrystalline metal hydrides", *Journal of alloys and compounds*, Vols. 253-254 (1997) 70-79.
- [5] M.-Q. Lü, H.-F. Zhang, Y.-L. Wang and W.-D. Wei, "Surface modification of V and its H absorption properties", *Journal of alloys and compounds*, Vol. 191 (1993) 319-324.
- [6] V.A. Goltsov, "Hydrogen treatment (processing) of

materials: current status and prospects", *Journal of alloys and compounds*, Vols. 293-295 (1999) 844-857.

- [7] H.K. Birnbaum<sup>a</sup>\*, C. Buckley<sup>a</sup>, F. Zeides<sup>a</sup>, E. Sirois, Rozenak, S. Spooner, J.S. Lin, "Hydrogen in aluminium", *Journal of alloys and compounds*, Vols. 253-254 (1997) 260-264.
- [8] Victor A. Goltsov\*, "The Phenomenon of Controllable Hydrogen Phase Naklep and the Prospects for its Use in Metal Science and Engineering", *Materials Science and Engineering*, Vol. 49 (1981) 109-125.