

INSTITUTO TECNOLÓGICO DE COSTA RICA
ESCUELA DE CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

“Análisis de la capacidad de almacenamiento de hidrógeno y propiedades en sistemas Ti-Al-Fe al variar su composición.”

Proyecto de graduación para optar por el título de Ingeniero en Materiales con grado académico de Licenciatura

Realizado por: Emilia Mercedes Marín Cordero

Profesor Guía: M.Sc. Alfredo Rodríguez Rojas

Profesor Asesor: Dr. Jacques Huot

Junio, 2024

Carrera acreditada por la Agencia de Acreditación de programas de Ingeniería y de Arquitectura

RESUMEN

Emilia Marín Cordero, junio de 2024. Análisis de la capacidad de almacenamiento de hidrógeno y propiedades en sistemas de Ti-Al-Fe variando su composición. Asesor: Dr. Jacques Huot.

Este proyecto ha sido desarrollado en colaboración con el Centro de Investigación en Metalurgia de Quebec (CMQ) y la Universidad de Quebec en Trois-Rivières (UQTR), ambos ubicados en Trois-Rivières, Canadá. El objetivo fue disminuir la temperatura de desorción del hidrógeno variando la composición en sistemas de Ti-Al-Fe. El porcentaje de aleación se modificó para obtener un total de cinco sistemas de aleaciones: Ti₁₀Al₂Fe, Ti₁₅Al₁₅Fe, Ti₁₅Al₂₅Fe, Ti₂₀Al₁₀Fe y Ti₃₀Al₁₅Fe. Estas aleaciones se caracterizaron utilizando XRD y SEM/EDS.

Se determinó que las aleaciones activadas después de ser fundidas por arco eléctrico exhiben una fase primaria compuesta principalmente de titanio y una fase secundaria compuesta principalmente de hierro, ambas con celdas unitarias cúbicas centradas en el cuerpo (BCC).

Las aleaciones Ti₁₅Al₂₅Fe y Ti₂₀Al₁₀Fe fueron las únicas que se activaron después de ser calentadas a 400°C durante una hora. La aleación Ti₂₀Al₁₀Fe mostró un tiempo de activación más corto y un mayor porcentaje de absorción (8.4 min y 2.4% en peso), mientras que la aleación Ti₁₅Al₂₅Fe mostró un tiempo de activación más largo y un menor porcentaje de absorción (34.2 min y 1.8% en peso). Finalmente, se analizaron las curvas de desorción de estas aleaciones, y se dedujo que en el proceso de desorción dinámica, el hidrógeno no se desorbió de las muestras, ya que no hubo una disminución en el porcentaje de hidrógeno. Para obtener una mejor comprensión del comportamiento de las aleaciones, estas se analizaron utilizando el método de Rietveld con el programa TOPAS. Este proceso implica comparar los patrones de difracción medidos con los calculados, refinar el modelo de la estructura cristalina y determinar la composición de cada muestra cuantitativamente. Por último, se examinó el proceso de desorción de las muestras, y no se observó una reducción significativa en el porcentaje de hidrógeno absorbido en comparación con la activación para cada muestra.

ABSTRACT

Emilia Marín Cordero, June 2024. Analysis of hydrogen storage capacity and properties in Ti-Al-Fe systems by varying their composition. Advisor: Dr. Jacques Huot.

This project has been developed in collaboration with the Quebec Metallurgy Research Center (CMQ) and the University of Quebec in Trois-Rivières (UQTR), both located in Trois-Rivières, Canada. The aim was to decrease the hydrogen desorption temperature by varying the composition in Ti-Al-Fe systems. The alloy percentage was varied to obtain five alloy systems in total: Ti10Al2Fe, Ti15Al15Fe, Ti15Al25Fe, Ti20Al10Fe, and Ti30Al15Fe. These alloys were characterized using XRD and SEM/EDS.

It was determined that the alloys activated after being melted by electric arc exhibit a primary phase mostly composed of titanium and a secondary phase primarily composed of iron, with both phases having BCC unit cells.

The Ti15Al25Fe and Ti20Al10Fe alloys were the only ones to activate after heating at 400°C for one hour. The Ti20Al10Fe alloy exhibited a shorter activation time and a higher absorption percentage (8.4 min and 2.4 wt.%), while the Ti15Al25Fe alloy showed a longer activation time and a lower absorption percentage (34.2 min and 1.8 wt.%). Finally, the desorption curves of these alloys were analyzed, and it was inferred that in the dynamic desorption process, hydrogen was not desorbed from the samples, as there was no decrease in the hydrogen percentage. To gain a better understanding of the alloys' behavior, they were analyzed using the Rietveld method with the TOPAS program. This process involves comparing measured diffraction patterns with calculated ones, refining the model of the crystal structure, and determining the composition of each sample quantitatively. Lastly, the desorption process of the samples was examined, and no significant reduction in the percentage of absorbed hydrogen was observed compared to the activation for each sample.

ACTA DE ENTREGA DEL INFORME FINAL DE LA PRÁCTICA DIRIGIDA

Se certifica que se ha recibido el Informe Final de la Práctica Dirigida, realizada por la estudiante Emilia Mercedes Marín Cordero, carné 2018154155, la cual se titula: Análisis de la capacidad de almacenamiento de hidrógeno y propiedades en sistemas Ti-Al-Fe al variar su composición y que se realizó en el Instituto Tecnológico de Costa Rica en el I Semestre de 2024.

La Práctica Dirigida es un requisito académico del Programa de Bachiller en Ingeniería en Materiales de la Escuela de Ciencia e Ingeniería en Materiales del Instituto Tecnológico de Costa Rica.

Este documento ha sido declarado:

Públicos

Confidenciales

M.Sc. Alfredo Rodríguez Rojas
Profesor Guía



Emilia Mercedes Cordero Marín
Estudiante

Msc. Adrián Quesada Martínez
Profesor Lector

Dr. Jorge Cubero Sesín
Profesor Lector

Ricardo Esquivel Isern
Director Escuela de Ciencia e Ingeniería de los Materiales

Cartago, 06 de Junio de 2024

CONSTANCIA DE DEFENSA PÚBLICA DEL PROYECTO FINAL DE GRADUACIÓN

El presente Proyecto Final de Graduación titulado “Análisis de la capacidad de almacenamiento de hidrógeno y propiedades en sistemas Ti-Al-Fe al variar su composición.” y realizado en el Instituto Tecnológico de Costa Rica, durante el I Semestre de 2024, ha sido defendido, ante el Tribunal Examinador integrado por los profesores Msc. Alfredo Rodríguez Rojas, Adrián Msc. Quesada Martínez, Dr. Jorge Cubero Sesín; como requisito para optar al grado de Licenciatura en Ingeniería en Materiales de la Escuela de Ciencia e Ingeniería de los Materiales, del Instituto Tecnológico de Costa Rica.

Este documento y su defensa ante el Tribunal Examinador han sido declarados:

Públicos

Confidenciales

Msc. Alfredo Rodríguez Rojas
Profesor Guía



Emilia Mercedes Cordero Marín
Estudiante

Msc. Adrián Quesada Martínez
Profesor Lector

Dr. Jorge Cubero Sesín
Profesor Lector

Ricardo Esquivel Isern
Director Escuela de Ciencia e
Ingeniería de los Materiales

Cartago, 06 de Junio de 2024

“There are people in your life that help you become the person you end up being, and you can be grateful for them, even if they were never meant to be in your life forever.”

- Diane Nguyen

AGRADECIMIENTOS

Quiero expresar mi más sincero agradecimiento a mi madre, mi padre y a Allen por su constante apoyo a lo largo de mi carrera. Su motivación ha sido fundamental para que yo siga adelante. A mis amigos, por ofrecerme nuevas perspectivas y contribuir a mi crecimiento personal. A mi profesor guía, el M.Sc. Alfredo Rodríguez Rojas, y a mi profesor asesor, el Dr. Jacques Huot, por la oportunidad de participar en investigaciones de alto nivel, su constante apoyo e interés en mi desarrollo profesional. Mención especial a la beca Emerging Leaders in the Americas Program (ELAP) por financiar mi proyecto y mi estadía en Canadá.

A todos infinitas gracias 😊

DEDICATORIA

A mi madre, por darme mucho más amor del que recibió, por sus constantes oraciones y por enseñarme a ser feliz y agradecida. A mis tías, por llenarme siempre de ilusión y orgullo. A mi pareja por darme su amor incondicional y apoyo.

ÍNDICE GENERAL

I.	INTRODUCCIÓN	14
A.	Identificación de la empresa o institución:	14
B.	Justificación del Estudio	14
C.	Impacto Socioambiental	15
D.	Objetivos del estudio	16
E.	Alcances y limitaciones del estudio.....	16
II.	MARCO TEÓRICO	17
A.	Situación actual	17
B.	Hidrógeno empleado como energía renovable	20
C.	Diversas tecnologías de almacenamiento de hidrógeno	20
D.	Hidruros metálicos.....	23
a)	Absorción de hidrógeno en metales	24
b)	Termodinámica en el sistema metal-hidrógeno	25
c)	Laminación en frío.....	26
d)	Aplicaciones	27
e)	Problemas	27
E.	Aleaciones de Ti-Al-Fe.....	28
III.	METODOLOGÍA.....	30
A.	Descripción de la muestra.....	30
B.	Preparación de la muestra.....	31
a)	Fusión de arco eléctrico	32
C.	Preparación de la muestra en el aparato de Sievert	34
a)	Pulverización.	34
b)	Proceso de laminación en frío	34
c)	Recocido	35
D.	Técnicas de caracterización	35
a)	Hidrogenación	35
b)	Difracción de rayos X (XRD).....	37
c)	Microscopio electrónico de barrido (SEM)/ Dispersión de energía de rayos X (EDS).....	37
IV.	RESULTADOS Y ANÁLISIS	39

A.	Introducción.....	39
B.	Almacenamiento de hidrógeno en sistemas de aleación de Ti-Al-Fe.....	39
C.	Análisis de difracción de rayos x en aleaciones de Ti-Al-Fe	41
a)	Patrones de difracción de rayos X aleaciones de $Ti_{10}Al_{20}Fe$	42
b)	Patrones de difracción de rayos X aleaciones de $Ti_{15}Al_{25}Fe$	45
D.	Microscopio electrónico de barrido (SEM) y dispersión de energía de rayos X (EDS).	49
E.	Análisis de composición de fases mediante Image J.....	52
V.	CONCLUSIONES.....	54
VI.	RECOMENDACIONES	55
VII.	BIBLIOGRAFÍA.....	56

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Aleaciones empleadas.	30
Tabla 2. Puntos de fusión y ebullición Ti, Al y Fe [24].	31
Tabla 3. Cálculos de masa para aleaciones Ti-Al-Fe con una masa total de 3g.	32
Tabla 4. Parámetros para aleación de $Ti_{10}Al_{20}Fe$ previo y posterior a hidrogenación.	44
Tabla 5. Parámetros para aleación de $Ti_{15}Al_{25}Fe$ previo y posterior a hidrogenación.	48
Tabla 6. Cálculo del wt% H en la aleación vs el reportado por el aparato de Sievert.	48
Tabla 7. Porcentaje de composición química de matriz y fases secundarias del análisis EDS en aleaciones de Ti-Al-Fe (± 0.1 en todos los valores).	52

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Emisiones mundiales de CO ₂ de 1995 a 2023 [5].	18
Figura 2. Ciclo de vida del hidrógeno derivado de una fuente energía renovable. Fuente: Elaboración propia.	19
Figura 3. Métodos típicos de almacenamiento de hidrógeno [8].	21
Figura 4. Comparación de los volúmenes de 1 kg de H ₂ en varios métodos y materiales [8].	23
Figura 5. Esquema de proceso de hidrogenación en aleaciones metálicas [14].	24
Figura 6. (a) Gráfico de isotermas de presión-composición de la transición de fase de metal a hidruro metálico. (b) Gráfico de Van't Hoff relacionado con la transición de fase de metal a hidruro metálico. La entalpía y la entropía de formación y descomposición del hidruro se obtienen a partir de la pendiente y la intersección, respectivamente. También se muestra una representación esquemática de la fase α (izquierda) y la fase β (derecha) del hidruro metálico [16].	26
Figura 7. Diagrama de fase del sistema ternario de aleación Ti-Fe-Al [22].	29
Figura 8. Elementos empleados para la síntesis de muestras. Fuente: elaboración propia	30
Figura 9. Máquina de arco de fusión con electrodo de tungsteno. Fuente: elaboración propia	33
Figura 10. Proceso de fundición por fusión de arco eléctrico en muestras de Ti-Al-Fe, (a) muestra pesada, (b) muestra fundida, (c) muestra oxidada y (c) muestra correcta. Fuente: elaboración propia	33
Figura 11. (a) cámara de vacío aparato de Sievert y (b) Mortero de acero inoxidable para pulverizar muestras. Fuente: elaboración propia.	34
Figura 12. Equipo empleado para laminación en frío, (a) láminas, (b) máquina laminadora y (c) muestra en lámina. Fuente: elaboración propia.	35
Figura 13. Complementos de equipo de Sievert. Fuente: elaboración propia.	36
Figura 14. Sistema Sievert para proceso de hidruración [19].	36
Figura 15. Montaje en portamuestras de aleaciones Ti-Al-Fe en equipo XRD. Fuente: elaboración propia	37
Figura 16. Máquinas y equipo empleado para preparación de muestras para SEM, (a) Struers LaboPress-3, (b) epoxi y polvo fenólico termoestable, (c) lijas y (d) Pulidora EcoMet 250. Fuente: elaboración propia.	38
Figura 17. Preparación y montaje para muestras de SEM. Fuente: elaboración propia.	39
Figura 18. Comparación de activación para aleaciones de Ti-Al-Fe. Fuente: Elaboración propia.	40

Figura 19. Perfiles de difracción para aleaciones de Ti-Al-Fe. Fuente: Elaboración propia.....	41
Figura 20. Perfiles de difracción para aleaciones de Ti ₁₀ Al ₂₀ Fe. Fuente: Elaboración propia.....	43
Figura 21. Diagrama esquemático de evolución de fase en los procesos de hidrogenación de la muestra, atmosfera de hidrógeno-argón (HA) y argón puro (PA), y la muestra de fundición normal [28]......	44
Figura 23. Imágenes de SEM (Electrones retrodispersados) con magnificación de 500X para aleaciones después de fundidas: a) Ti ₁₀ Al ₂₀ Fe, b)Ti ₁₅ Al ₂₅ Fe, c) Ti ₂₀ Al ₁₀ Fe, d) Ti ₁₅ Al ₁₅ Fe y e) Ti ₃₀ Al ₁₅ Fe. Fuente: Elaboración propia.....	50
Figura 24. Imágenes de SEM (Electrones retrodispersados) con magnificación de 1500X para aleaciones después de fundidas: a) Ti ₁₀ Al ₂₀ Fe, b)Ti ₁₅ Al ₂₅ Fe, c) Ti ₂₀ Al ₁₀ Fe, d) Ti ₁₅ Al ₁₅ Fe y e) Ti ₃₀ Al ₁₅ Fe. Fuente: Elaboración propia.....	51
Figura 25. Cálculo de la fracción de fases en la microestructura de Ti ₁₀ Al ₂₀ Fe, utilizando Image J.....	53
Figura 26. Cálculo de la fracción de fases en la microestructura de Ti ₁₅ Al ₂₅ Fe, utilizando Image J.....	53

I. INTRODUCCIÓN

A. Identificación de la empresa o institución:

El proyecto se realizó en el Instituto de Investigación del Hidrógeno (IRH) de la UQTR, en colaboración con el CMQ. Se centró en el estudio de las aleaciones de Ti-Al-Fe y su posible aplicación en sistemas energéticos sostenibles basados en desorción de hidrógeno. Este proyecto se realizó en conjunto con el IRH y el CMQ con la intención de avanzar en la investigación y el desarrollo de tecnologías que promuevan la sostenibilidad y la competitividad en la industria metalúrgica.

B. Justificación del Estudio

El aumento continuo de la población mundial y el incremento de los estándares de vida son las dos principales razones detrás de la creciente demanda mundial de energía. Actualmente, esta demanda energética se cubre en gran medida con combustibles fósiles que se sabe presentan algunas desventajas significativas, por ejemplo: sus reservas limitadas, la distribución no homogénea de estas reservas, el aumento de precios con incertidumbres políticas o con el consumo rápido de las reservas de fácil acceso y las emisiones de gases de efecto invernadero, los cuales son el principal contribuyente a la crisis climática global [1].

El hidrógeno es un candidato potencial para reemplazar el uso de combustibles fósiles en futuros sistemas energéticos. Este proporciona una mejor seguridad energética y control de precios, al aprovechar los recursos energéticos y los materiales renovables. Además, el hidrógeno puede ayudar a resolver algunos de los importantes problemas medioambientales y sociales causados por el uso excesivo de combustibles fósiles, como el cambio climático y la contaminación atmosférica local. Por estas razones, las actividades de investigación, desarrollo y demostración son muy demandadas en el campo de los sistemas energéticos limpios y sostenibles [1].

Se ha estudiado el hidrógeno como alternativa energética, pues la generación de electricidad a partir de hidrógeno mediante una pila de combustible no causa contaminación local porque el único subproducto es agua pura. Así como lo ventajosa que es su alta densidad energética específica, que puede proporcionar tres veces más energía que la combustión de

gasolina por unidad de masa. Además, el hidrógeno puede producirse localmente, lo que reduce la dependencia de los países de proveedores de energía externos [2].

C. Impacto Socioambiental

El Instituto de Investigación de Hidrógeno de la UQTR se dedica a investigar y desarrollar materiales para la transición hacia un sistema energético más sostenible. El grupo, liderado por el Dr. Huot, se especializa en el almacenamiento de hidrógeno en hidruros metálicos, explorando una variedad de aleaciones y técnicas de síntesis. Colaboran activamente con instituciones internacionales y se centran en mejorar la competitividad de los hidruros metálicos como medio de almacenamiento de hidrógeno. Además, abordan temas como la fragilización por hidrógeno y los materiales empleados en pilas.

El Centro Metalúrgico de Quebec (CMQ) y el Instituto de Investigación de Hidrógeno de la UQTR comparten un enfoque en la investigación y desarrollo tecnológico aplicado. Mientras que el CMQ se especializa en materiales metálicos y procesos metalúrgicos para respaldar la competitividad de la industria metalúrgica. El Instituto de Investigación de Hidrógeno se centra en la investigación del almacenamiento de hidrógeno en hidruros metálicos para contribuir a un sistema energético más sostenible con bajas emisiones de carbono.

Los combustibles fósiles representan aproximadamente el 80% del consumo energético mundial, pero su disponibilidad está disminuyendo rápidamente. Se proyecta que la población mundial alcanzará 10 mil millones de personas en el año 2050, lo que influirá significativamente en la demanda de energía. Aunque han sido fundamentales para el crecimiento económico, los combustibles fósiles tienen un impacto negativo en el medio ambiente al producir contaminantes climáticos, principalmente dióxido de carbono. El cambio climático y la disminución de los combustibles fósiles han llevado a los investigadores a explorar fuentes de energía respetuosas con el medio ambiente [3].

D. Objetivos del estudio

Objetivo General:

Analizar cómo la variación en el porcentaje de aleación influye en las propiedades de hidrogenación de los sistemas de aleación Ti-Al-Fe, así como el impacto del hidrógeno en la estructura de la aleación.

Objetivos específicos:

- Investigar las diferentes fases que se producen en los sistemas de Ti-Al-Fe con distintas mezclas de aleaciones usando fusión por arco eléctrico.
- Caracterizar el efecto de la variación de las concentraciones de elementos en aleaciones de Ti-Al-Fe, refinamiento de grano y su capacidad de almacenamiento de hidrógeno.
- Analizar si las aleaciones de Ti-Al-Fe tienen la capacidad de desorber hidrógeno a temperatura y presión ambiental.

E. Alcances y limitaciones del estudio

El proyecto se centra en investigar y mejorar las propiedades de almacenamiento de hidrógeno en aleaciones de Ti-Al-Fe, en conjunto con el IRH y el CMQ. Estas aleaciones son prometedoras debido a su capacidad para absorber hidrógeno a temperatura ambiente, lo que las hace ideales para su uso como medio de almacenamiento de energía.

Los alcances del proyecto incluyen la exploración de diferentes concentraciones de aleación para mejorar las propiedades de almacenamiento de hidrógeno del sistema de aleación ternario Ti-Al-Fe. Es importante destacar que este proyecto representa una de las primeras investigaciones que experimenta con aplicaciones de hidrogenación en aleaciones de Ti-Al-Fe. Este enfoque innovador tiene el potencial de mejorar significativamente las propiedades de almacenamiento de hidrógeno de estas aleaciones, lo que podría tener un impacto positivo en el desarrollo de tecnologías de almacenamiento de energía más eficientes y sostenibles.

Las limitaciones del proyecto incluyen el desafío de mejorar la capacidad de absorción de hidrógeno de las aleaciones Ti-Al-Fe, que actualmente es baja. También, una vez que las

muestras están sintetizadas mediante fusión por arco eléctrico, se deben desarrollar las siguientes etapas con la mayor brevedad posible con el fin de evitar variaciones en los datos recopilados. En muchos casos existían retrasos con el desarrollo del experimento debido a fugas en el aparato de Sievert, escasez de juntas para sellar la cámara donde se disponía la muestra para el ensayo, equipo dañado y carencia de equipo respecto a la demanda de estudiantes realizando experimentos.

II. MARCO TEÓRICO

A. Situación actual

Los problemas ambientales asociados con la producción y consumo de energía incluyen contaminación del aire, cambio climático, contaminación del agua, contaminación térmica y eliminación de desechos sólidos. La quema de combustibles fósiles es la principal fuente de emisión de contaminantes atmosféricos y gases de efecto invernadero, contribuyendo a la contaminación del aire urbano y al cambio climático. Además, diversos problemas de contaminación del agua están relacionados con la industria energética, como derrames de petróleo y contaminación por minería de carbón, que pueden afectar tanto a cuerpos de agua superficiales como subterráneos. La minería de carbón también genera grandes cantidades de residuos sólidos, lo que agrava aún más los impactos ambientales negativos asociados con la producción y uso de este tipo de energía [4].

Durante las últimas dos décadas, se ha observado un constante aumento en las emisiones globales de dióxido de carbono (CO_2). A principios del siglo XXI, estas emisiones se situaban en aproximadamente 23.500 millones de toneladas métricas, como se muestra en la figura 1, cifra que para el año 2019 había alcanzado un máximo histórico de 37.000 millones. Sin embargo, durante el año 2020 se registró una reducción de alrededor de 2.000 millones de toneladas métricas, marcando así una excepción en este período. La única otra disminución significativa se produjo en 2009, en medio de la recesión económica mundial [5].

Este descenso atípico evidencia la necesidad de buscar alternativas más sostenibles y respetuosas con el medio ambiente en la generación de energía. De acuerdo con las proyecciones para el año 2023, se ha registrado un leve aumento en las emisiones con

respecto al año anterior, así como un incremento de aproximadamente 2.500 millones de toneladas con respecto al año 2020 [5].

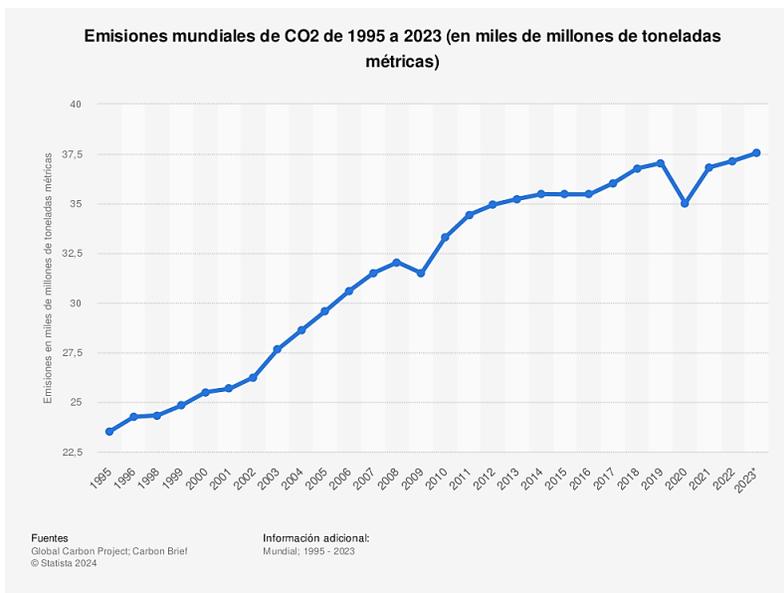


Figura 1. Emisiones mundiales de CO₂ de 1995 a 2023 [5].

Para alcanzar el objetivo de reducir las emisiones de CO₂ a nivel mundial, es imperativo buscar fuentes de energía más limpias y sostenibles que puedan servir como alternativas viables a los combustibles fósiles [6].

La continua e intensificada descarbonización de los sistemas energéticos es crucial para lograr la neutralidad climática en un futuro próximo. Durante este desarrollo, es probable que el hidrógeno generado a partir de fuentes renovables de energía se convierta en un importante portador secundario de energía. En este contexto, es necesario responder a la pregunta de cómo se puede almacenar el hidrógeno para un caso de aplicación específico de manera eficiente en términos de energía, seguridad y rentabilidad [6].

Actualmente, existen varias opciones de almacenamiento de hidrógeno en diferentes fases de desarrollo tecnológico; el almacenamiento a presión "clásico", el almacenamiento de hidrógeno líquido criogénico y un almacenamiento en derivados como amoníaco o portadores líquidos de hidrógeno orgánico, así como en hidruros metálicos. Los tipos de almacenamiento de hidrógeno más comunes hasta la fecha son el criogénico y a presión, requieren grandes cantidades de energía para el almacenamiento (especialmente criogénico,

implica un alto nivel de presión y una baja temperatura). Particularmente en el caso de las soluciones criogénicas, se requiere un suministro constante de energía. En la figura 2 se presenta un esquema del ciclo de vida del hidrógeno producido a partir de fuentes de energía renovable.

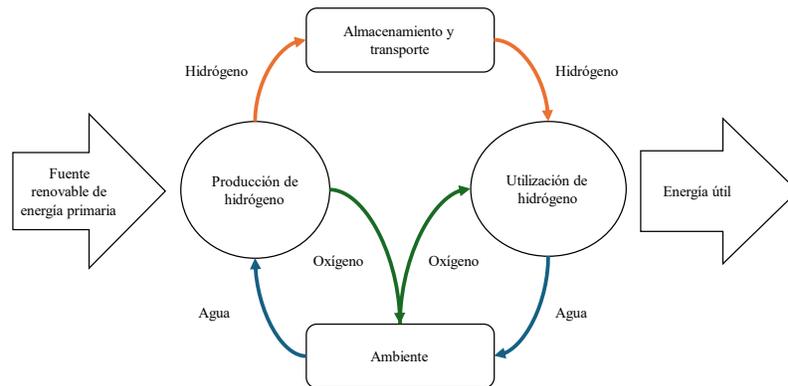


Figura 2. Ciclo de vida del hidrógeno derivado de una fuente energía renovable.

Fuente: Elaboración propia.

Los hidruros metálicos pueden realizar fácilmente un almacenamiento de hidrógeno a largo plazo sin una demanda continua de energía; solo requieren energía térmica para la descarga de almacenamiento. Por lo tanto, esto podría ser ventajoso para ciertos casos de aplicación específicos [7].

Desde la década de 1960, se ha realizado investigación en el campo de los hidruros metálicos. Hasta ahora, las principales líneas de investigación se centran en la identificación y combinación óptima de posibles materiales de almacenamiento (por ejemplo, compuestos de hidruro reactivos) para lograr la mayor densidad de almacenamiento de energía gravimétrica posible. Además, solo hay unos pocos ejemplos específicos de aplicaciones para hidruros metálicos como dispositivos de almacenamiento de energía realmente prometedores en la literatura; es decir, hay conocimientos limitados disponibles relacionados con las áreas de aplicación más relevantes para los hidruros metálicos dentro de los diversos sectores energéticos para el almacenamiento de energía orientado a la demanda [7].

B. Hidrógeno empleado como energía renovable

El hidrógeno, el noveno elemento más abundante en la corteza terrestre ($1,4 \text{ g}\cdot\text{kg}^{-1}$) y el segundo elemento más abundante en los mares ($109 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$), ha sido ampliamente aceptado como un portador de energía limpia, ya que puede ser producido a partir del agua y se producirá agua por la combustión de hidrógeno o celdas de combustible [8].

El empleo de hidrógeno como energía renovable se propuso hace más de 4 décadas como una solución a los problemas globales de agotamiento de combustibles fósiles y problemas ambientales [6], [8]. El hidrógeno es un portador de energía ideal debido a las siguientes razones:

- Es el elemento más abundante en el universo (compone más del 90% de todos los átomos).
- Es compatible con el medio ambiente. El vapor de agua es el único subproducto que resulta de la combustión de hidrógeno, a diferencia de los combustibles fósiles que generan dióxido de carbono.
- Como combustible de elección, tiene una alta energía química por unidad de masa ($39,4 \text{ kWh/kg}$) en comparación con otros combustibles. Por ejemplo, su densidad de energía es tres veces mayor que la de los hidrocarburos líquidos ($13,1 \text{ kWh/kg}$).
- Es una fuente de energía renovable, al combinarse con oxígeno, se forma agua y se libera energía a medida que el vapor de agua se libera en la atmósfera.

C. Diversas tecnologías de almacenamiento de hidrógeno

El hidrógeno puede ser almacenado en forma gaseosa (hidrógeno comprimido), líquida (hidrógeno licuado, portadores líquidos de hidrógeno) y sólida (hidruros sólidos y materiales nanoporosos). En la figura 3, se ejemplifican algunos métodos típicos de almacenamiento de hidrógeno.



Figura 3. Métodos típicos de almacenamiento de hidrógeno [8].

El hidrógeno comprimido a alta presión es la tecnología más desarrollada y conveniente, aunque sufre de propiedades no ideales, lo que resulta en un volumen mucho mayor que el de un gas ideal. Este puede ser almacenado en cilindros de alta presión, clasificados como Tipos I, II, III y IV. El Tipo IV, con revestimiento polimérico completamente envuelto con un compuesto de fibra-resina, es el más ligero, ofreciendo oportunidades para el almacenamiento a bordo en vehículos de pila de combustible [8].

El hidrógeno también puede ser almacenado a temperaturas criogénicas (21,2 K) como hidrógeno licuado en tanques criogénicos, reduciendo su volumen a 1/800 en comparación con el gas de hidrógeno en condiciones estándar. Sin embargo, la energía necesaria para la refrigeración y compresión aumenta los costos de suministro de hidrógeno. La integración del proceso de licuefacción de hidrógeno con el gas natural licuado ofrece oportunidades para mejorar la eficiencia de la licuefacción. Además, el desarrollo de la refrigeración magnética es otra corriente principal para mejorar la eficiencia de la licuefacción. A pesar de los sistemas de aislamiento térmico sofisticados, las pérdidas por evaporación no pueden evitarse debido al flujo de calor del entorno [8].

Los portadores líquidos de hidrógeno incluyen hidruros orgánicos líquidos, amoníaco, ácido fórmico, metanol, entre otros. Los hidruros orgánicos líquidos y el amoníaco no liberan CO_2 durante la deshidrogenación, mientras que el ácido fórmico y el metanol poseen un alto potencial en sistemas de reciclaje de carbono como sistemas de captura, utilización y almacenamiento de dióxido de carbono. Los portadores líquidos de hidrógeno orgánico

utilizan compuestos orgánicos insaturados para almacenar hidrógeno a temperatura ambiente. Por ejemplo, el tolueno absorbe hidrógeno para formar metilciclohexano, que puede volver a ser tolueno después de liberar hidrógeno para su reutilización [8], [9].

El hidrógeno también puede ser almacenado en materiales sólidos, clasificados en materiales de fisorción con alta superficie y en hidruros intersticiales y no intersticiales. Los materiales de fisorción adsorben hidrógeno molecular mediante fuerzas de Van der Waals, con una energía de adsorción generalmente por debajo de 10 kJ/mol de H₂. Se han investigado numerosos materiales nanoporosos de alta superficie, principalmente carbono y marcos orgánicos metálicos. En contraste con la adsorción física de hidrógeno molecular en la superficie del material, el hidrógeno forma enlaces químicos metálicos, covalentes o iónicos con elementos vecinos en hidruros intersticiales y no intersticiales, mejorando la capacidad volumétrica [8], [9]. De estos se pueden destacar:

1. El sistema LaNi₅H₆ es un método de almacenamiento de hidrógeno que involucra la disociación y recombinación de átomos de hidrógeno en una matriz metálica de LaNi. Este sistema permite una absorción y desorción rápida del hidrógeno, con poca histéresis y a baja presión, lo que lo hace prometedor para aplicaciones móviles. Sin embargo, su densidad de masa de hidrógeno es solo del 2%, insuficiente para aplicaciones móviles que requieren del 4 al 5% [10].
2. El MgH₂ es un material prometedor para almacenar hidrógeno, destacando por su alta capacidad, reversibilidad y precio accesible. A pesar de su capacidad de almacenamiento del 7.6% en peso y abundantes recursos, aún enfrenta desafíos en su termodinámica y cinética para aplicaciones prácticas. La estabilidad termodinámica limita su deshidrogenación a 300-400°C bajo presión atmosférica, y el Mg elemental requiere temperaturas aún más altas (300-400 °C) y presiones superiores a 3 MPa para formar MgH₂ [11].
3. El borohidruro de magnesio, Mg(BH₄)₂, un prometedor material de almacenamiento de hidrógeno. Destaca por su alta densidad de hidrógeno tanto gravimétrica (14.8% en peso) como volumétrica (112 g/L), y por su favorable entalpía de descomposición de aproximadamente 40 kJ/mol de H₂. En la deshidrogenación, Mg(BH₄)₂ tiende a formar el intermediario estable [B₁₂H₁₂]²⁻, lo que dificulta su rehidrogenación[12].

La **figura 4** muestra la comparación de la capacidad volumétrica de estos métodos de almacenamiento de hidrógeno.

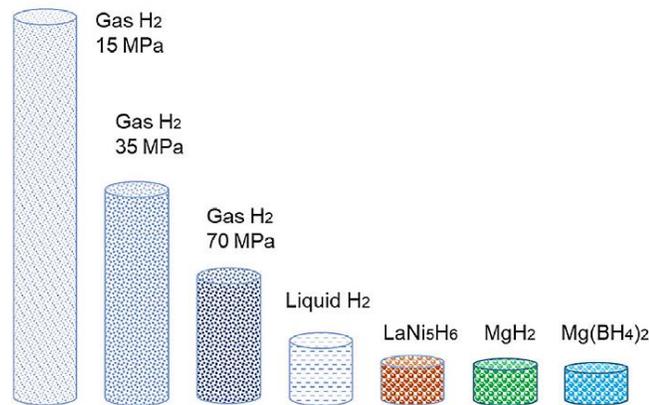


Figura 4. Comparación de los volúmenes de 1 kg de H₂ en varios métodos y materiales [8].

D. Hidruros metálicos

Los hidruros metálicos están compuestos por átomos de metal que constituyen una red de anfitrión y átomos de hidrógeno. El metal y el hidrógeno suelen formar dos tipos diferentes de hidruros, la fase α en la que solo se absorbe algo de hidrógeno y la fase β en la que se forma completamente el hidruro. El almacenamiento de hidrógeno en los hidruros metálicos depende de diferentes parámetros y consta de varios pasos. Los metales difieren en la capacidad para disociar el hidrógeno, respecto a la estructura superficial, morfología y pureza [7]. Se requiere un material óptimo de almacenamiento de hidrógeno que tenga las siguientes propiedades:

- Alta capacidad de absorción de hidrógeno por masa.
- Cantidad de energía disponible por unidad de volumen.
- Baja temperatura de disociación.
- Presión de disociación moderada.
- Baja entalpía de formación para minimizar la energía necesaria para la liberación de hidrógeno.
- Baja disipación de calor durante la formación exotérmica del hidruro.
- Alta estabilidad contra O₂ y humedad para una vida útil larga.

Existen dos tipos de hidruros metálicos:

- Hidruros metálicos elementales, son los más simples químicamente y están formados por un solo elemento metálico que se une al hidrógeno. Ejemplos incluyen el hidruro de magnesio y el hidruro de aluminio [7]. A pesar de tener diferentes capacidades de almacenamiento y temperaturas de desorción, ambos muestran prometedoras posibilidades con aditivos para mejorar su rendimiento.
- Hidruros metálicos intermetálicos, formados por al menos dos metales como socios de unión para el hidrógeno, ofrecen capacidades de almacenamiento generalmente inferiores, pero a temperaturas de operación más bajas, haciéndolos adecuados para aplicaciones con fuentes de calor residual de baja temperatura [7].

a) Absorción de hidrógeno en metales

Cuando una molécula de hidrógeno entra en contacto con una superficie sólida, se disocia en dos átomos de hidrógeno que se difunden en el sólido y forman un enlace químico con el material sólido, lo que se conoce como quimisorción. Los materiales de almacenamiento de hidrógeno clásicamente unidos químicamente son los hidruros metálicos [13]. La mayoría de los metales y aleaciones reaccionan de manera reversible con el hidrógeno para formar hidruros, como se muestra en el esquema de la figura 5. El hidrógeno forma hidruros metálicos con algunos metales y aleaciones, lo que permite un almacenamiento en estado sólido bajo temperatura y presión moderadas, lo que les otorga la importante ventaja de seguridad sobre los métodos de almacenamiento gaseoso y líquido [14].

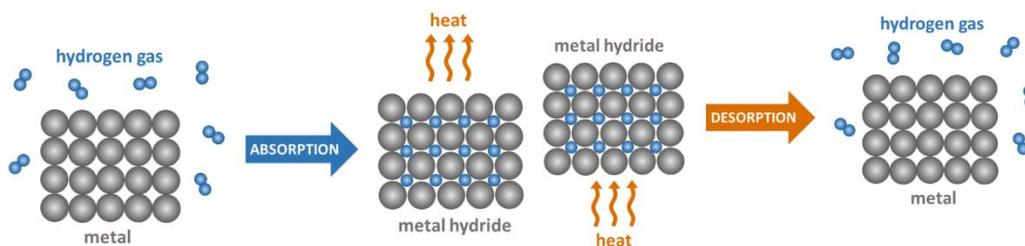
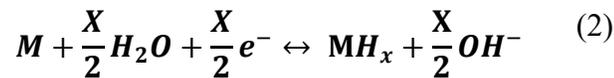


Figura 5. Esquema de proceso de hidrogenación en aleaciones metálicas [14].

Los hidruros metálicos tienen una densidad de almacenamiento de hidrógeno más alta (6.5 átomos de H/cm³ para MgH₂) que el gas de hidrógeno (0.99 átomos de H/cm³) o el hidrógeno

líquido (4.2 átomos de H/cm³). Por lo tanto, el almacenamiento de hidruros metálicos es un método seguro y eficiente en términos de volumen para aplicaciones en vehículos [13].

Existen dos formas posibles de hidrurar un metal: quimisorción disociativa directa y división electroquímica del agua [13]. Estas reacciones se presentan en las ecuaciones 1 y 2:



Donde M representa el metal.

Para liberar el hidrógeno, en muchos casos es necesario suministrar calor. Además del enfoque termoquímico más comúnmente estudiado, existen otras metodologías como la hidrogenación electroquímica. Esta última implica la acumulación de hidrógeno en los electrodos de una batería a través de la descomposición de un electrolito alcalino, que puede formar hidruros metálicos en los electrodos de la batería, mostrando prometedoras capacidades de almacenamiento. Se clasifican los hidruros metálicos en tres categorías: elemental, intermetálico y complejo [15].

b) Termodinámica en el sistema metal-hidrógeno

Las isothermas de presión-composición describen las propiedades termodinámicas del sistema metal-hidrógeno a partir de hidrógeno gaseoso. Como se muestra en la figura 6, a baja concentración de hidrógeno, se forma una solución sólida de hidrógeno en la red del metal, conocida como fase alfa (α). A medida que aumenta la presión de hidrógeno, se forma una fase de hidruro (β) debido a la interacción H-H significativa causada por la expansión de la red. La región donde coexisten las fases α y β muestra una fase de estabilidad. A medida que aumenta la temperatura, la presión de la fase de estabilidad aumenta, reduciendo así la longitud de la fase estable. Por encima de la temperatura crítica T_c , la fase α se transforma continuamente en una fase β . La longitud y la pendiente de la fase estable en las isothermas son indicadores importantes de la capacidad de almacenamiento de hidrógeno reversible del hidruro metálico [6].

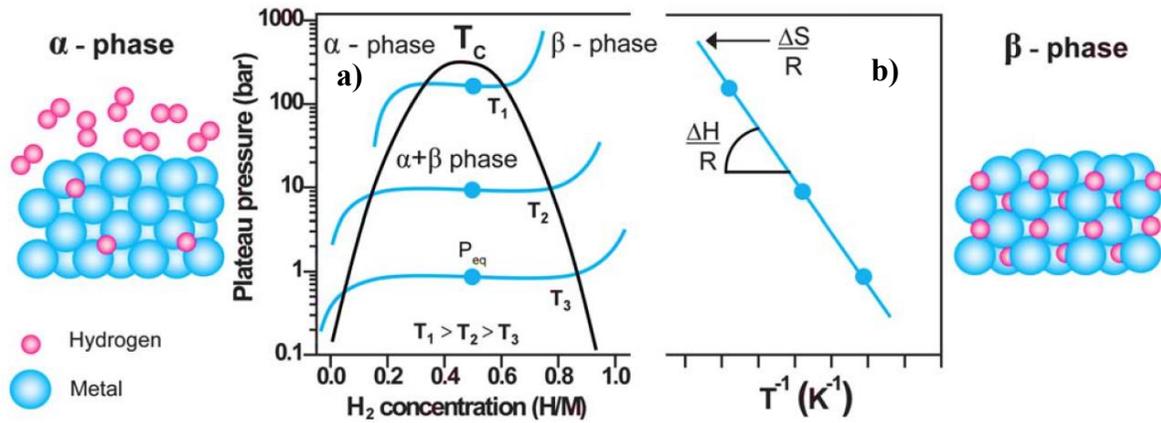


Figura 6. (a) Gráfico de isotermas de presión-composición de la transición de fase de metal a hidruro metálico. (b) Gráfico de Van't Hoff relacionado con la transición de fase de metal a hidruro metálico. La entalpía y la entropía de formación y descomposición del hidruro se obtienen a partir de la pendiente y la intersección, respectivamente. También se muestra una representación esquemática de la fase α (izquierda) y la fase β (derecha) del hidruro metálico [16].

La presión de equilibrio como función de la temperatura se describe mediante la ecuación 3 correspondiente a Van't Hoff:

$$\ln \frac{P(H_2)}{P^0} = \frac{\Delta H}{RT} - \frac{\Delta S}{R} \quad (3)$$

Donde $P(H_2)$ es la presión de equilibrio, P^0 es la presión estándar, ΔH es el cambio de entalpía, ΔS es el cambio de entropía, T es la temperatura absoluta, y R es la constante de los gases ideales. El gráfico de Van't Hoff, que representa $\ln P$ vs $1/T$, se utiliza para evaluar la estabilidad del hidruro metálico a diferentes temperaturas [6].

c) Laminación en frío

El laminado en frío es un proceso mediante el cual el metal se pasa a través de rodillos a temperaturas por debajo de las temperaturas de recristalización. El metal se comprime y se exprime, aumentando la resistencia a la tracción y la dureza del metal [17].

En aplicaciones de hidrogenación este se emplea para mejorar las propiedades de almacenamiento de hidrógeno, particularmente la cinética, de los hidruros metálicos. Según

reportes, el laminado en frío generalmente mejora la cinética de hidrogenación, mejora la primera hidrogenación y también puede cambiar la microestructura al inducir textura [17].

d) Aplicaciones

Los hidruros metálicos son candidatos prometedores para muchas aplicaciones estacionarias y móviles de almacenamiento de hidrógeno. El uso más común de los hidruros metálicos es como material de ánodo en baterías recargables de níquel-metal hidruro (Ni-MH) comerciales. Los hidruros metálicos tienen una amplia gama de aplicaciones, como compresión de hidrógeno, detectores de fuego para aviones, separación de isótopos, procesos de hidrogenación-desproporción-deshidrogenación-recombinación para la síntesis de materiales magnéticos como $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ y captadores de hidrógeno para paquetes microelectrónicos [13]. La investigación y el desarrollo están dirigidos hacia dos aplicaciones: baterías y almacenamiento de hidrógeno. Las principales ventajas de almacenar hidrógeno en hidruros metálicos son las altas densidades volumétricas de hidrógeno (a veces más altas que en el hidrógeno líquido) y la posibilidad de absorber y desorber hidrógeno con un pequeño cambio en la presión de hidrógeno [13].

e) Problemas

Un problema muy importante para las aplicaciones prácticas de los hidruros metálicos es el hecho de que la superficie de los metales generalmente está cubierta con óxidos de varios espesores, dependiendo del proceso de formación de cada metal en particular. Esto probablemente suceda en todos los medios industriales de producción de hidruros metálicos. Esta capa de óxido actúa como una barrera de hidrógeno y debe romperse para que el hidrógeno gaseoso pueda acceder al metal desnudo, por lo que una manera de contrarrestar este problema es exponer el material a temperaturas cercanas a 400°C durante 1 hora [13]. Para aplicaciones prácticas, la activación es un factor importante a tener en cuenta al diseñar el sistema de tanques. Llenar el tanque con hidruros metálicos activados es difícil ya que las aleaciones activadas suelen ser más sensibles a la contaminación del aire que los hidruros metálicos no activados [13], [15].

E. Aleaciones de Ti-Al-Fe

La elección nace a partir del estudio de las propiedades de almacenamiento de hidrógeno de FeTi han sido estudiadas extensamente. FeTi es un compuesto de almacenamiento de hidrógeno bien conocido con una capacidad total de almacenamiento de hidrógeno de alrededor del 1.90% en peso con elementos económicos. La capacidad de hidrógeno de FeTi puede ser de hasta un 1.90% en peso mediante la adición de un 1% en peso de Pd como catalizador. Sin embargo, debido a la formación de una capa de óxido de titanio, la activación del material es difícil. Se requiere tanto alta presión como temperatura para lograr una absorción/desorción reproducible de la cantidad máxima de hidrógeno en el compuesto [13], [15].

La aleación de hierro con titanio produce el compuesto intermetálico FeTi, que ha sido examinado muchas veces debido a su cinética moderada con una presión de hidrógeno en equilibrio relativamente alta (~ 4.5 atm) y también es termodinámicamente adecuado para el almacenamiento de hidrógeno porque puede absorber y liberar hidrógeno a temperatura ambiente [18]. Desafortunadamente, su capacidad de absorción de hidrógeno es muy baja (1-1,9 % wt). Por otro lado, el aluminio es conocido como uno de los metales ligeros que puede promoverse como agente sustituto que puede mejorar la superficie que interactúa con el hidrógeno. Distintas publicaciones, sugieren que al alear aluminio con una aleación Fe-Ti se mejora la capacidad de absorción de hidrógeno [18], [19].

FeTi tiene una estructura de tipo CsCl que corresponde al grupo espacial $Pm-3m$ con un parámetro de red de 2.9789 Å. FeTi reacciona fácilmente para formar $FeTiH_{\sim 1}$ (fase β) y $FeTiH_{\sim 2}$ (fase γ) con estructuras tetragonal y cúbica, estructuras ortorrómbicas y monoclinicas, y estructura ortorrómbica con diferentes parámetros de celda [19].

Anteriormente se ha reportado que la fase β aparece al agregar pequeñas cantidades de elementos aleantes al sistema binario Ti-Al [20]. Aunque la existencia de la fase ordenada β_2 ha sido sugerida por Kainuma et al. [21], la evidencia experimental de la fase B2 no ha sido reportada en el sistema binario Ti-Al.

Se ha propuesto la existencia de una fase B2 metaestable en la región de la fase β . Sin embargo, demostrar directamente la presencia de esta fase en el sistema binario Ti-Al

mediante experimentación es complicado, dado que se espera que la fase B2 aparezca solo a temperaturas muy elevadas, por encima de los 1100°C. Además, conservar esta fase ordenada mediante temple es difícil, ya que el temple no puede evitar la transformación estructural masiva o martensítica de cúbica centrada en el cuerpo (bcc) a hexagonal compacta (hcp) [22].

Por otro lado, dado que la existencia de la fase B2 ha sido reportada en algunos sistemas ternarios como los sistemas Ti-Al-Fe, se puede esperar que una extrapolación desde los sistemas ternarios al sistema binario pueda definir la región de estabilidad para la fase B2 en las aleaciones binarias. Como se muestra en la figura 6, estos resultados sugieren que la frontera crítica de transición de ordenamiento A2/B2 en la región de fase única β del sistema Ti-Al-Fe también se encuentra en el rango de concentración entre 20 y 25 at% de Al [22].

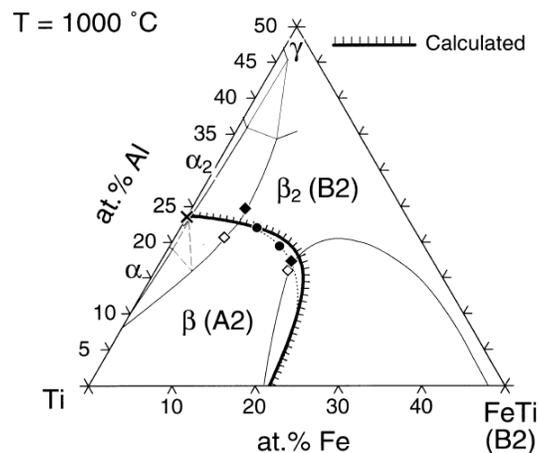


Figura 7. Diagrama de fase del sistema ternario de aleación Ti-Fe-Al [22]

En resumen, reportes anteriores muestran que la adición de aluminio a la aleación Fe-Ti puede mejorar significativamente su capacidad de absorción de hidrógeno. Aunque la existencia de la fase B2 en el sistema binario Ti-Al ha sido difícil de demostrar experimentalmente debido a las altas temperaturas requeridas, se ha observado en sistemas ternarios como Ti-Al-Fe. Esto sugiere que la frontera crítica de transición de ordenamiento A2/B2 en la región de fase única β del sistema Ti-Al-Fe se encuentra en el rango de concentración entre 20 y 25 at% de Al. Estos hallazgos abren nuevas perspectivas para el diseño y la optimización de aleaciones para el almacenamiento de hidrógeno, destacando la importancia de explorar las propiedades de sistemas ternarios para comprender mejor el comportamiento de las aleaciones binarias.

III.METODOLOGÍA

En este capítulo se describirán la preparación de muestras, el proceso de hidrogenación y las técnicas de caracterización utilizadas para llevar a cabo la investigación.

A. Descripción de la muestra

En este proyecto se utilizaron tres conjuntos de materiales: titanio en esponja (pureza del 99.95%), aluminio a granel (pureza de 98,9%) y fragmentos irregulares de hierro (con pureza de 99.99%), los componentes mencionados se adjuntan en la figura 8.



Figura 8. Elementos empleados para la síntesis de muestras.

Fuente: elaboración propia

Las aleaciones de Ti-Al-Fe se realizaron de una masa aproximada de 3 g y con forma de esfera. En total se sintetizaron 5 muestras de Ti-Al-Fe siguiendo el diagrama de fases de la figura 7, estas se enlistan en la tabla 1:

Tabla 1. Aleaciones empleadas.

Aleación	Composición
1	Ti15Al15Fe
2	Ti20Al10Fe
3	Ti30Al15Fe
4	Ti10Al20Fe
5	Ti15Al25Fe

Fuente: Elaboración propia.

B. Preparación de la muestra

Para la síntesis de la muestra se calcula el porcentaje en masa a partir de la composición atómica de cada aleación, se calculó el porcentaje en peso (wt.%) para cada elemento en cada aleación del tipo $A_xB_yC_m \dots Z_n$, de acuerdo con las ecuaciones 4, 5 y 6 [23]:

$$\text{wt. \%}(A) = \left[\frac{\text{uma}_A}{(\text{uma}_A \cdot x) + (\text{uma}_B \cdot y) + (\text{uma}_C \cdot m) + \dots + (\text{uma}_Z \cdot n)} \right] \cdot 100 \quad (4)$$

$$\text{wt. \%}(B) = \left[\frac{\text{uma}_B}{(\text{uma}_A \cdot x) + (\text{uma}_B \cdot y) + (\text{uma}_C \cdot m) + \dots + (\text{uma}_Z \cdot n)} \right] \cdot 100 \quad (5)$$

$$\text{wt. \%}(C) = \left[\frac{\text{uma}_C}{(\text{uma}_A \cdot x) + (\text{uma}_B \cdot y) + (\text{uma}_C \cdot m) + \dots + (\text{uma}_Z \cdot n)} \right] \cdot 100 \quad (6)$$

A partir de estas ecuaciones se determinan los valores de masa correspondiente a cada aleación, cabe mencionar que los puntos de fusión y ebullición de cada elemento no presentan una diferencia exuberante (Tabla 2) que pueda causar que alguno de los metales pase a estado gaseoso, por lo que se pueden fundir sin la necesidad de aumentar la masa.

Tabla 2. Puntos de fusión y ebullición Ti, Al y Fe [24].

Elemento	Fusión (°C)	Ebullición (°C)
Ti	1668	3287
Al	660.32	2519
Fe	1538	2861

Fuente: Elaboración propia

En la tabla 3 se adjuntan los valores correspondientes a los cálculos de masa para cada sistema de aleación, para así realizar el pesaje de cada elemento empleando una balanza analítica y papel para pesar.

Tabla 3. Cálculos de masa para aleaciones Ti-Al-Fe con una masa total de 3g.

Aleación	Elemento	Composición (at%)	Masa (g)
Ti15Al15Fe	Ti	70	2,189
	Al	15	0,264
	Fe	15	0,547
Ti20Al10Fe	Ti	70	2,260
	Al	20	0,364
	Fe	10	0,376
Ti30Al15Fe	Ti	55	1,846
	Al	30	0,567
	Fe	15	0,587
Ti10Al20Fe	Ti	70	2,122
	Al	10	0,364
	Fe	20	0,376
Ti15Al25Fe	Ti	60	1,844
	Al	15	0,260
	Fe	25	0,896

Fuente: Elaboración propia

a) Fusión de arco eléctrico

Después de pesar las muestras, se procede a realizar la fusión por arco eléctrico, bajo una atmosfera de argón de 10 KPa y empleando una corriente de 80 A con un electrodo de tungsteno (figura 9). Se debe hacer una limpieza exhaustiva con isopropanol de la cámara, crisol y entradas argón en el equipo, para eliminar cualquier residuo que pueda fusionarse con la muestra y alterar los resultados esperados.



Figura 9. Máquina de arco de fusión con electrodo de tungsteno.

Fuente: elaboración propia

Una vez se asegura que el equipo esté limpio, se deposita el material en el crisol, se cierra la cámara de manera hermética para evitar cualquier entrada de oxígeno que pueda oxidar la muestra durante la fusión. Seguidamente se realiza una purga creando vacío e ingresando argón hasta 15 KPa en 4 ocasiones para eliminar cualquier rastro de oxígeno, es importante que una vez se termine de purgar el equipo la aguja que indica la presión debe estar estable, en caso contrario se presentarían fugas, esto para evitar muestras oxidadas como la presente en la figura 10c. Se funde 3 veces cada muestra, intermediando cada fusión dándole vuelta a la muestra, esto con el fin de obtener una esfera homogénea.

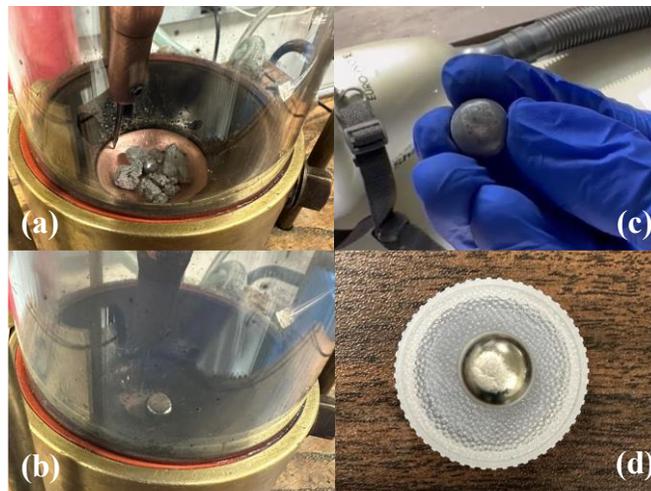


Figura 10. Proceso de fundición por fusión de arco eléctrico en muestras de Ti-Al-Fe, (a) muestra pesada, (b) muestra fundida, (c) muestra oxidada y (c) muestra correcta.

Fuente: elaboración propia

C. Preparación de la muestra en el aparato de Sievert

Para montar la muestra y realizar la hidrogenación correspondiente se debe seguir una serie de pasos esenciales descritos a continuación.

a) Pulverización.

Seguidamente se toma la esfera y se tritura con un mortero de acero inoxidable, esto con la intención de que pueda colocarse dentro de la cámara de vacío del aparato de Sievert, como se muestra en la figura 11.



Figura 11. (a) cámara de vacío aparato de Sievert y (b) Mortero de acero inoxidable para pulverizar muestras. Fuente: elaboración propia

b) Proceso de laminación en frío

Como se mencionaba anteriormente, el procedimiento de laminación en frío implica pasar el metal a través de rodillos (figura 12) a temperaturas por debajo de su punto de recristalización, lo que comprime y exprime el metal, aumentando su resistencia y dureza. En el caso de aplicaciones de hidrogenación, este proceso se utiliza para mejorar las propiedades de almacenamiento de hidrógeno, especialmente la cinética, en hidruros metálicos. Se ha observado que la laminación en frío puede mejorar la cinética de hidrogenación, así como la primera hidrogenación, y también puede modificar la microestructura del metal al inducir textura. Por lo tanto, al emplear láminas de acero inoxidable para compactar muestras pulverizadas, se aumenta el área de exposición, lo que mejora la cinética de activación de la muestra y, en última instancia, su desempeño en el proceso de hidrogenación.



Figura 12. Equipo empleado para laminación en frío, (a) láminas, (b) máquina laminadora y (c) muestra en lámina. Fuente: elaboración propia

c) Recocido

Posterior a la laminación en frío, se procede a pesar el material laminado dentro del portamuestras del aparato de Sievert mediante una balanza analítica, generalmente se emplea una masa entre 600-900 mg. Seguidamente, se monta el portamuestras en el aparato y se sube el horno del equipo ajustándolo a una temperatura de 400°C para eliminar la formación de capas de pasivación del material que pueden interferir con la cinética de activación de la muestra [25]. Mientras se calienta la muestra, el equipo debe estar realizando un vacío continuo para evitar que ingrese aire al sistema y vuelva a activar la capa de capacitación.

D. Técnicas de caracterización

a) Hidrogenación

El experimento de hidruración se llevó a cabo en un sistema Sievert, el sistema que consta de una bomba molecular turbo, una bomba de vacío rotativa y varios componentes para fines de alto vacío. Se dispone de 500-600 gramos de polvo laminado de aleaciones de Ti-Al-Fe. El proceso de hidruración se realizó a temperatura ambiente y a 4000 KPa. Normalmente, el tiempo para los procesos iniciales comienza con 24 horas, pero el tiempo necesario para la activación y estabilización varía según la aleación. La figura 13 presenta parte del equipo empleado para el funcionamiento del aparato de Sievert.



Figura 13. Complementos de equipo de Sievert. Fuente: elaboración propia

En la figura 14 se muestra el sistema de un aparato de Sievert. Después de que la muestra se expuso a vacío continuo, el gas de hidrógeno se hace pasar por el sistema. La absorción de hidrógeno se observa midiendo la diferencia de presión entre la condición cuando la válvula 1 está cerrada, lo que significa que no hay hidrógeno en la cámara de la muestra, y la condición cuando la válvula 1 está abierta, lo que significa que el hidrógeno está en contacto con la muestra [19]. La presión medida en el manómetro 1 disminuirá gradualmente, lo que indica que la muestra está absorbiendo hidrógeno. Este proceso continúa hasta que la presión medida por el manómetro ya no disminuya más, lo que indica que la muestra ya no absorbe más hidrógeno.

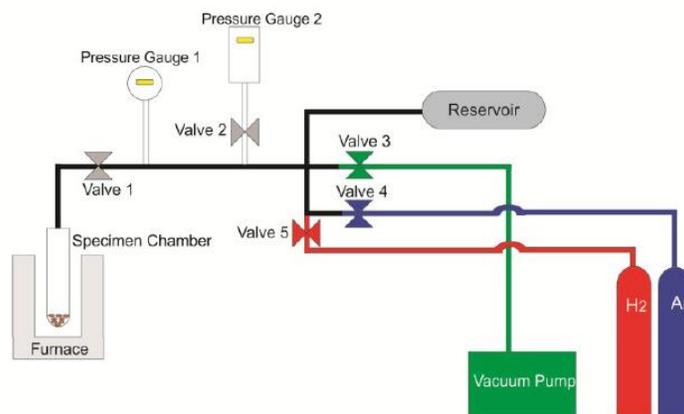


Figura 14. Sistema Sievert para proceso de hidruración [19].

b) Difracción de rayos X (XRD)

Las muestras de Ti-Al-Fe caracterizadas mediante Difracción de Rayos-X (XRD) fueron reducidas a polvo con un mortero y pistilo limpios. Seguidamente, se toman portamuestras circulares y con tres pequeñas bolas de plastilina se asegura un portaobjetos circular de vidrio. La superficie del portaobjetos se recubrió con vaselina, sobre la cual se dispuso el polvo de muestra utilizando una espátula de acero inoxidable limpia y se etiqueta según corresponda cada muestra (figura 15).

Después de eliminar cualquier exceso de material, se aseguró que el portaobjetos estuviera nivelado adecuadamente. Una vez que todas las muestras estuvieron listas para el análisis por XRD, se utilizó el equipo D8 FOCUS de difracción de rayos-X de la marca Bruker con el software Diffrac Plus XRD Commander, proporcionado por la empresa Bruker, para obtener los perfiles de difracción.

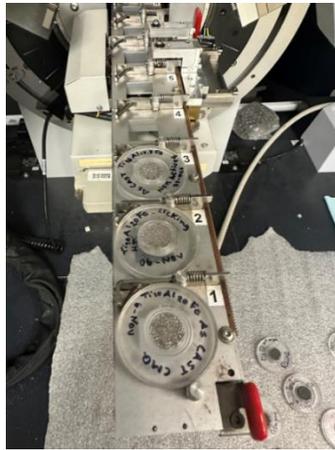


Figura 15. Montaje en portamuestras de aleaciones Ti-Al-Fe en equipo XRD.

Fuente: elaboración propia

c) Microscopio electrónico de barrido (SEM)/ Dispersión de energía de rayos X (EDS)

Las muestras destinadas a SEM y EDS, se montan en una resina para la cual se emplea una mezcla de 2:1 de epoxi y polvo fenólico termoestable. Se usa una máquina Struers LaboPress-3 para curar la mezcla, aproximadamente dura 15 minutos (tiempo determinado por la máquina) y obtener una pastilla de resina que facilite pulir la muestra.

Una vez se obtuvo la muestra, se procede a pulir hasta llegar a un acabado espejo en una pulidora marca Buehler modelo EcoMet 250, empleando lijas de 240 a las 600 y después pasando a paños desde las 9–0.5 μm utilizando suspensiones de diamante y silica (figura 16). Por último, se realiza un baño ultrasónico durante 15 minutos para eliminar cualquier residuo que quede en la superficie de la muestra.



Figura 16. Máquinas y equipo empleado para preparación de muestras para SEM, (a) Struers LaboPress-3, (b) epoxi y polvo fenólico termoestable, (c) lijas y (d) Pulidora EcoMet 250. Fuente: elaboración propia

Después de obtener la muestra con un acabado espejo, en el laboratorio de microscopia se realiza la preparación de un puente conductor para conectar la muestra a tierra. Esto se logró mediante la aplicación de una tira de cinta de cobre alrededor de la pastilla (ver Figura 17), que permitió su conexión al portamuestras. Este portamuestras, a su vez, se conectó a tierra utilizando el equipo Hitachi VP-SEM SU3500. Este equipo también permite el análisis de dispersión de energía de rayos X (EDS o espectroscopía de rayos X por dispersión de energía) para estudiar la composición química en las aleaciones.

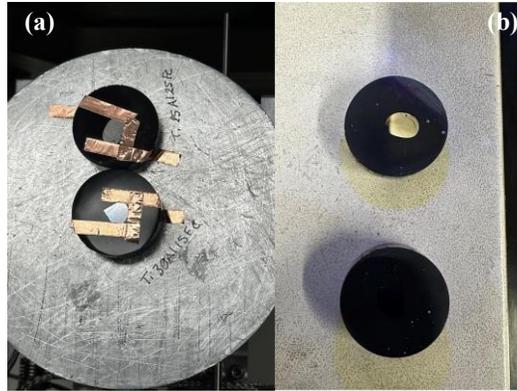


Figura 17. Preparación y montaje para muestras de SEM.

Fuente: elaboración propia.

IV. RESULTADOS Y ANÁLISIS

A. Introducción

Se investigó la absorción de hidrógeno en cinco aleaciones de Ti-Al-Fe bajo condiciones uniformes de temperatura y presión. Solo dos aleaciones, Ti10Al20Fe y Ti15Al25Fe, mostraron activación. Se identificaron fases y se cuantificó su presencia mediante análisis de difracción de rayos X (XRD). En Ti10Al20Fe, se formó un di-hidruro de titanio (TiH₂) tras la absorción de hidrógeno, mientras que en Ti15Al25Fe se presentó la estabilización de fase por absorción de hidrógeno. Los análisis revelaron cambios en los parámetros de las fases antes y después de la hidrogenación, indicando la influencia del hidrógeno en la estructura de las aleaciones. Además, se observaron fases secundarias e intermetálicos en las aleaciones mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), corroborando los hallazgos de XRD y ampliando la comprensión de las transformaciones estructurales inducidas por la absorción de hidrógeno en las aleaciones de Ti-Al-Fe.

B. Almacenamiento de hidrógeno en sistemas de aleación de Ti-Al-Fe

Como se mencionó anteriormente, se utilizaron aparatos de Sievert para llevar a cabo la absorción de hidrógeno, como se muestra en la figura 18, se llevó a cabo la hidrogenación de cinco sistemas de aleación de Ti-Al-Fe. Estas aleaciones estuvieron bajo las mismas

condiciones de preparación y exposición durante el experimento: temperatura ambiente y bajo una presión de 4000 KPa.

Es importante destacar que, de las 5 aleaciones investigadas, únicamente Ti10Al20Fe y Ti15Al25Fe mostraron activación. En el caso de Ti10Al20Fe, tiene un breve tiempo de incubación de aproximadamente 2 minutos, presentando una activación en "dos etapas", donde la primera activación ocurrió aproximadamente 48 minutos después del inicio con una absorción de 1,46 (wt%) de hidrógeno, y la segunda activación tuvo lugar a las 2 horas con una absorción de 2,4 (wt%) de hidrógeno, culminando en un 2,5 (wt%) de hidrógeno a las 6 horas. El primer plateau se manifestó a baja presión y corresponde a la creación de un mono-hidruro. El segundo plateau surgió a presiones más elevadas, y se da la transformación de un mono-hidruro en un di-hidruro [26].

Por otro lado, Ti15Al25Fe presentó un tiempo de incubación de 18 minutos, absorbiendo un total de 2 (wt%) de hidrógeno a las 6 horas, con una activación de una sola etapa.

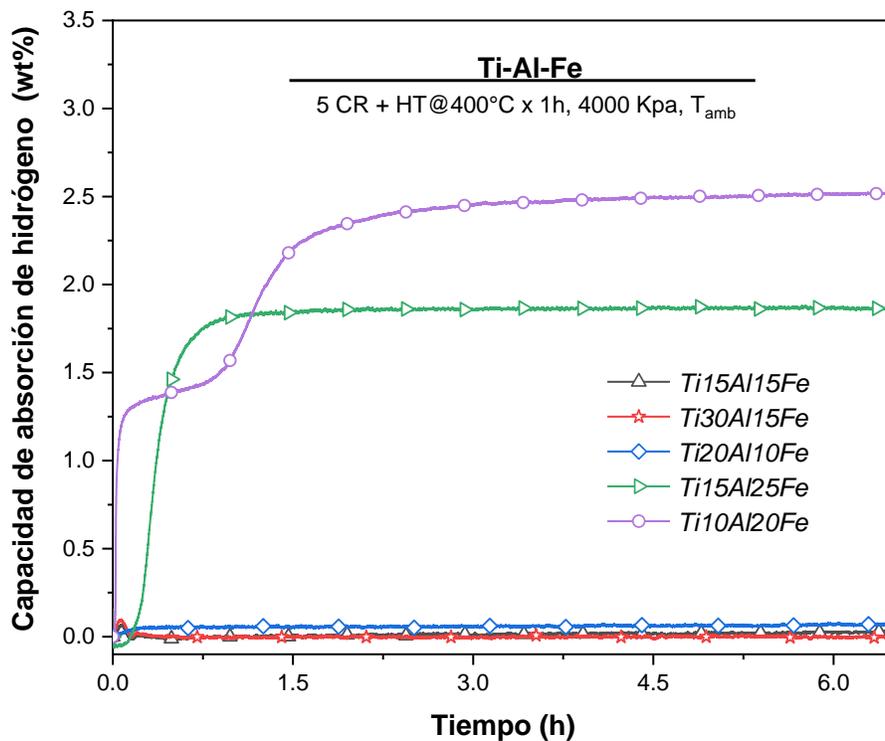


Figura 18. Comparación de activación para aleaciones de Ti-Al-Fe.

Fuente: Elaboración propia.

C. Análisis de difracción de rayos x en aleaciones de Ti-Al-Fe

Los patrones de difracción de rayos x, para aleaciones de Ti-Al-Fe posterior a su fundición por arco eléctrico, se muestra en la figura 19. Se observan dos estructuras cúbicas centrada en el cuerpo (BCC), con dos tipos de grupo espacial Im-3m. Para las 5 muestras recopiladas en el gráfico, solo las aleaciones de $Ti_{10}Al_{20}Fe$ y $Ti_{15}Al_{25}Fe$ presentan una señal aproximadamente a $41.95 (2\theta)$, esta señal corresponde a el espacio grupal Im-3m de la **BCC-2**.

Al realizar un análisis cuantitativo mediante Rietveld empleando el software TOPAS, se reporta que el 75% de las señales corresponde a Im-3m **BCC-1**, mientras que un 25% corresponde al Im-3m de **BCC-2**. En caso contrario, para la aleación de $Ti_{10}Al_{20}Fe$, un 96% corresponde a Im-3m de BCC-2 y un 4% a una fase secundaria no identificada, es complejo poder asignarle un grupo a esta fase ya que el pico presente es de baja intensidad y solo se presenta uno. A partir, de esta observación se decidió dar enfoque solo en las aleaciones que absorbieron hidrógeno.

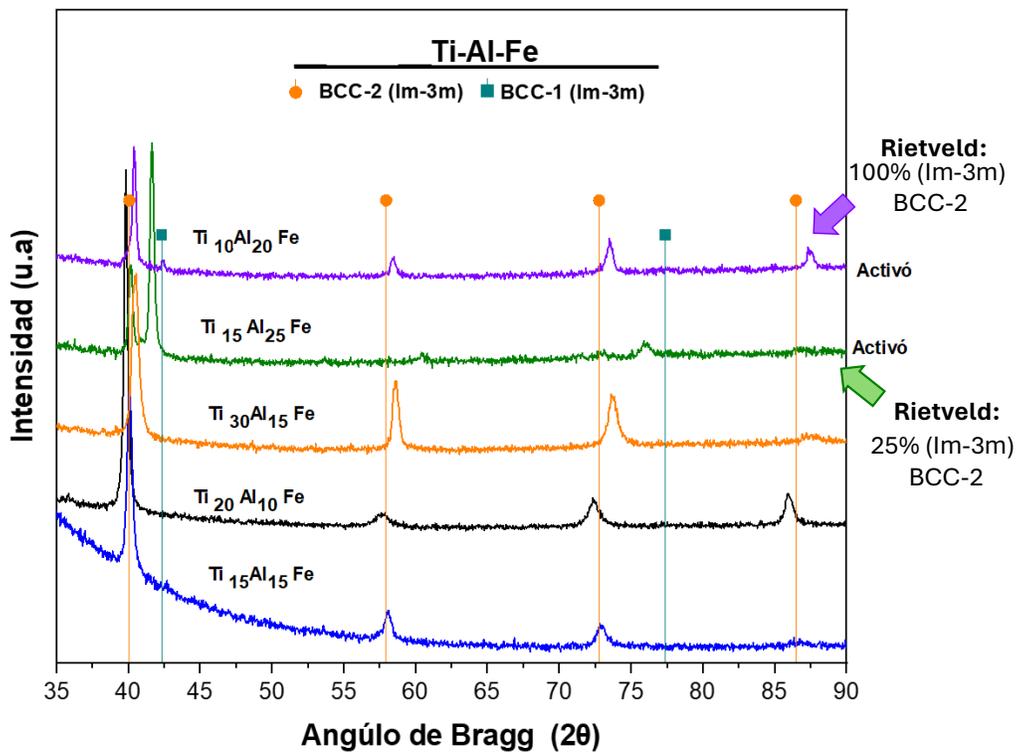


Figura 19. Perfiles de difracción para aleaciones de Ti-Al-Fe.

Fuente: Elaboración propia.

a) Patrones de difracción de rayos X aleaciones de $Ti_{10}Al_{20}Fe$

Al analizar los patrones de difracción para la aleación $Ti_{10}Al_{20}Fe$, primero se debe de destacar que su absorción de hidrogeno se reportó en dos “etapas”. Se mencionaba anteriormente, que esto se puede dar debido a:

1. La formación de un di-hidruro, al comparar los picos presentes en la aleación previo a la absorción y posterior a esta, es notario el ensanchamiento y presencia de nuevos picos.
2. Dado que se presentan dos fases, este escalonamiento puede deberse a las diferentes cinéticas de reacción de cada una. Una de las fases absorbe hidrógeno primero y, tras ciertas condiciones, le sigue la segunda fase.

Al realizar el análisis de Rietveld mediante TOPAS se destaca que el nuevo patrón está formado un 100% por una estructura del tipo BCT (figura 20) con un grupo espacial tetragonal ($I4/mmm$), el cual parece es un hidruro muy estable por lo que es complejo lograr que este desorba en condiciones ambientales o aplicables en la industria.

Al comparar los patrones de las muestras previo a la fundición, al aplicar laminación en frío 5 veces y aplicar un tratamiento térmico a $400^{\circ}C$ durante una hora para eliminar la capa de pasivación. Se observa un ensanchamiento en las señales debido al refinamiento del tamaño del grano y la introducción de tensión reticular, por el proceso de laminación en frío [27].

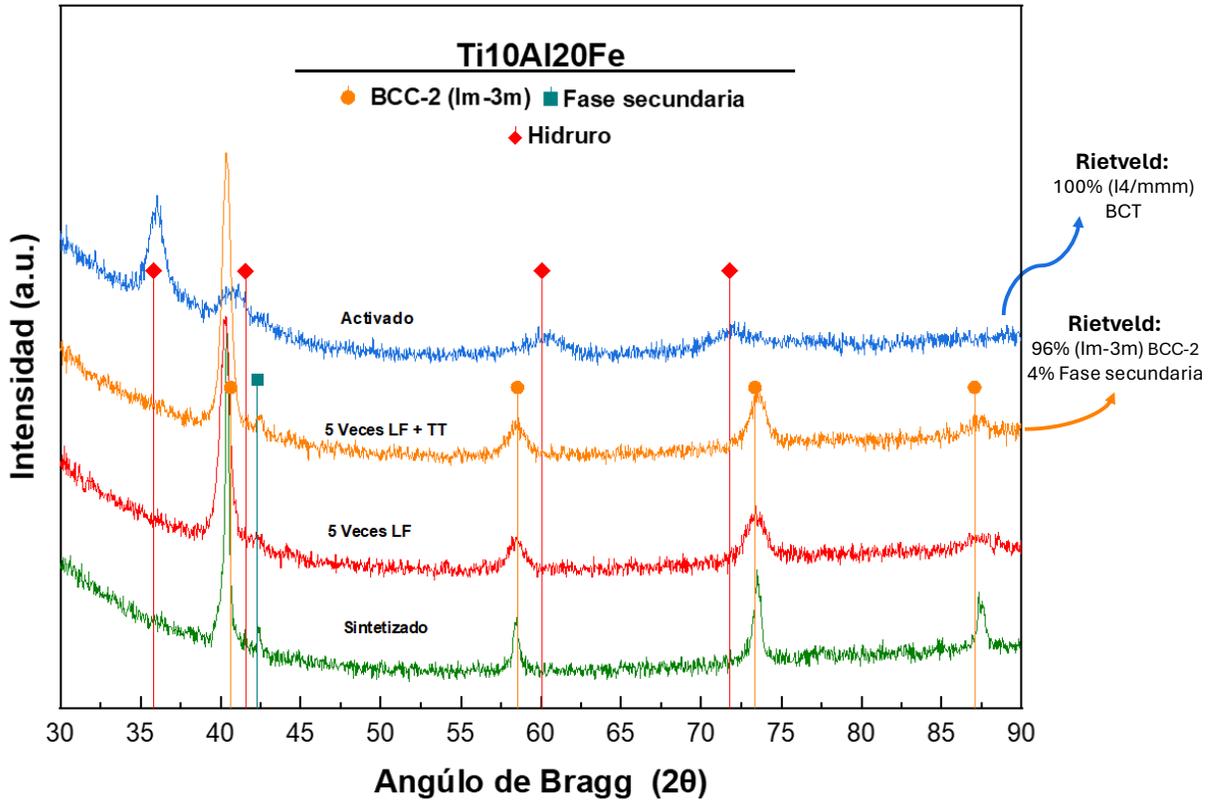


Figura 20. Perfiles de difracción para aleaciones de Ti10Al20Fe.

Fuente: Elaboración propia.

Cabe mencionar, que la fase hidrogenada corresponde a una fase BCT con grupo espacial I4/mmm. Donde la precipitación de la fase BCT a partir de la fase BCC depende fuertemente de los defectos internos iniciales, como vacancias, dislocaciones y límites de grano, que se introducen durante la hidrogenación. Esta implica una deshidrogenación incompleta como se presenta en la figura 21, por lo que es recomendable aplicar métodos de refinamiento para contrastar los posibles defectos dentro de la red de la aleación [28].

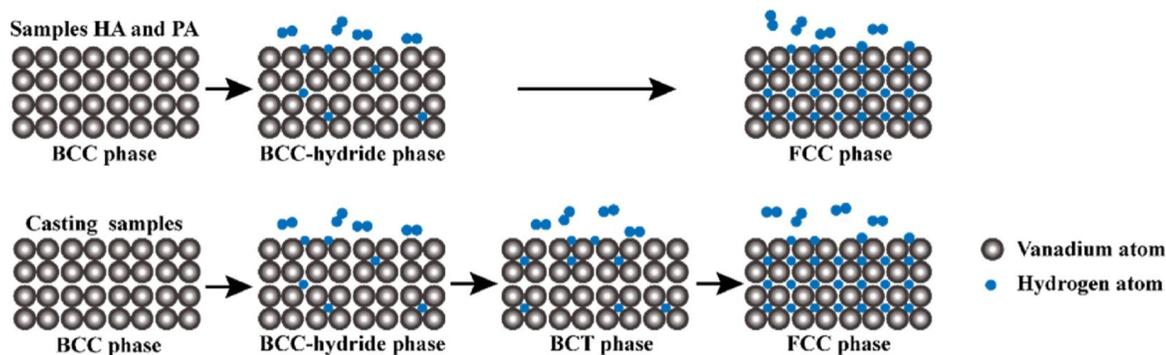


Figura 21. Diagrama esquemático de evolución de fase en los procesos de hidrogenación de la muestra, atmosfera de hidrógeno-argón (HA) y argón puro (PA), y la muestra de fundición normal [28].

Tabla 4. Parámetros para aleación de $Ti_{10}Al_{20}Fe$ previo y posterior a hidrogenación.

Fase	Dato	Previo	Fase	Posterior
BCC-2	Volumen de celda (\AA^3)	31.40816	BCT	41.76506
BCC-2	Tamaño cristalino (nm)	25.952	BCT	8.141
BCC-2	Parámetro de red (\AA)	3.1551074	BCT	3.1357992

Fuente: Elaboración propia.

En la tabla 4, se muestra la recopilación de parámetros para la aleación de $Ti_{10}Al_{20}Fe$ previo y posterior a la hidrogenación. En esta es evidente un aumento del volumen y disminución en el parámetro de red, estos se deben a la transformación de fase BCC- BCT, donde las estructuras tetragonales centradas en el cuerpo (BCT) es intermedia entre la cúbica centrada en el cuerpo (BCC) y la cúbica centrada en las caras (FCC) a lo largo de la vía de Bain (deformación de Bain). En esta vía, una celda unitaria BCC sufre una distorsión tetragonal al aumentar un parámetro de red (c) y contraer los otros dos ($a = b$) [29].

La estructura FCC se obtiene cuando se alcanza la condición $c = \sqrt{2}a$. Aunque la BCT es intermedia entre BCC y FCC, las transiciones $BCC \leftrightarrow FCC$ pueden o no implicar una BCT estable. En el último caso, la energía libre del estado BCT será mayor que la de BCC y/o FCC a lo largo de la vía determinada por el parámetro de control. La formación de

superredes de nanopartículas BCT, menos simétricas que BCC y FCC, se atribuye a una ruptura de la simetría de las interacciones entre las nanopartículas en el sistema [29].

Observando el comportamiento de la aleación, es evidente que no desorbió hidrógeno a temperatura ambiente, lo que implica que no cumple con algunos de los objetivos establecidos en el proyecto.

b) Patrones de difracción de rayos X aleaciones de $Ti_{15}Al_{25}Fe$

Para la aleación de $Ti_{15}Al_{25}Fe$, se presenta una absorción en un solo paso. Al comparar la muestra posterior a la fundición respecto al aplicar laminación en frío y un calentamiento a $400^{\circ}C$ durante 1 hora, es notable el ensanchamiento y disminución de intensidad en los picos. Esto sucede durante el laminado en frío, ya que el metal experimenta un cambio estructural permanente debido al estrés mecánico. Las intensidades máximas de difracción de rayos X (XRD) reflejan la cristalinidad del material, siendo proporcionales a esta. Un mayor grado de cristalinidad se refleja en intensidades de pico más altas, mientras que un menor grado se muestra en intensidades más bajas [27].

Por otro lado, al analizar la muestra sintetizada (figura 22) se obtienen dos tipos de fase BCC ambas con grupo espacial $Im-3m$, donde la fase **BCC-2** representa un 25% del patrón, mientras que la fase **BCC-1** representa un 75%.

Cabe mencionar, que se ha reportado que los límites críticos de la transición de ordenamiento continuo A2/B2 son influenciados por el contenido de Al, Fe o Cr [30]. La relación de equilibrio entre las fases α_2 y β , y entre β y FeTi (B_2), se ve afectada por esta transición. En el estado "ordenado", los sitios de la red se agrupan en subredes ocupadas predominantemente por un tipo de átomo, mientras que en el estado "desordenado" no hay agrupación, con los constituyentes ocupando las subredes al azar [31], [32]. Las aleaciones ordenadas presentan una simetría más baja que las desordenadas y exhiben reflexiones de Bragg adicionales en sus patrones de difracción, conocidas como "reflexiones de superred". Sin embargo, no es setero afirmar que las fases presentes se están comportado como orden

desorden, ya que no se han reportado anteriormente lo que se necesita de un análisis más preciso para poder confirmar este comportamiento.

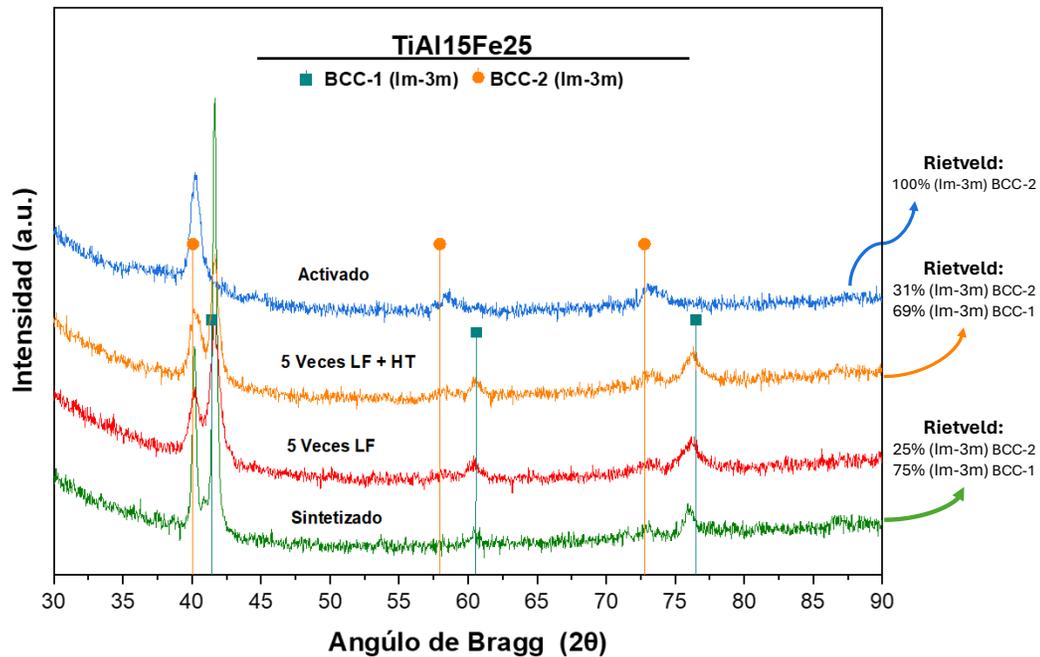


Figura 22. Perfiles de difracción para aleaciones de Ti₁₅Al₂₅Fe.

Fuente: Elaboración propia.

Como se muestra en la figura 22, hay una notable diferencia entre el patrón anaranjado, correspondiente a 5 veces laminado en frío con un tratamiento térmico a 400°C por una hora, y el patrón azul (muestra que absorbió hidrógeno). A diferencia de la aleación de Ti₁₀Al₂₀Fe, donde el hidruro formado se identifica como un di-hidruro de titanio, en este caso se ve como la fase **BCC-2** “desaparece” y predomina la **BCC-1**. Se plantean dos hipótesis sobre el porqué se da este comportamiento:

1. **Se generó una desorción incompleta:** Ambas fases absorbieron hidrógeno, y solo una de estas desorbió el hidrógeno (BCC-2), por lo que solo se reporta la BCC-1. Al terminar el experimento y retirar el espécimen del portamuestras del aparato de Sieverts, este cambia sus condiciones de una atmosfera inerte de argón a estar expuesto a condiciones ambientales, por lo que pudo haber liberado el hidrógeno en este lapso.

2. Estabilización de fase por absorción de hidrógeno: Al añadir hidrógeno a la aleación, este ocupa sitios intersticiales o sustituir átomos en la red cristalina del metal, formando así una solución sólida de hidrógeno. Estas ocurren cuando átomos de diferentes elementos se dispersan homogéneamente dentro de la red cristalina de un metal, influyendo en la estabilización de una fase. Esto explicaría por qué solo se precipita una fase, o en todo caso sí las fases se están interponiendo.

Es importante destacar un detalle observado en la figura 22: en las señales correspondientes al gráfico naranja, no solo se aprecia un ensanchamiento de los picos debido a los defectos introducidos en la estructura, como se mencionó anteriormente, sino también un cambio significativo en las fases. La fase **BCC-2** aumenta al 31%, mientras que la fase **BCC-1** disminuye al 69%. Esto indica que ya estaba ocurriendo una pequeña transformación de fase desde antes de la hidrogenación.

Para confirmar estas hipótesis se recomienda utilizar un difractómetro de rayos X “sycrotron”. Esta emplea un método para determinar la estructura dirigiendo un haz de rayos X a la muestra y detectando las posiciones e intensidades de los rayos X difractados como un patrón de manchas en una placa fotográfica. Brindando información estructural directa sobre la disposición de los átomos en la red cristalina del metal, y con ello determinar si ambas fases coexisten. Para poder confirmar o negar, que hubo una desorción de hidrogeno en la aleación se debe realizar una curva presión-composición temperatura (PCT), esta presenta las características termodinámicas de las aleaciones de almacenamiento de hidrógeno, que consisten en la capacidad de almacenamiento de hidrógeno, la temperatura y la presión de equilibrio en la hidruración y deshidratación, dando resultados con mayor precisión.

En la tabla 5, se recopilan los parámetros para la aleación Ti₁₅Al₂₅Fe, donde se denota un ligero aumento en el volumen de celda y una variación en el tamaño de cristal, como se comentaba anteriormente, estas variaciones se generan por la introducción de defectos a la red cristalina.

Tabla 5. Parámetros para aleación de Ti₁₅Al₂₅Fe previo y posterior a hidrogenación.

Fase	Dato	Previo	Posterior
BCC-1	Volumen de	28.83650	
BCC-2	celda (Å ³)	31.9813	31.35442
BCC-1	Tamaño	29.952	
BCC-2	cristalino (nm)	25.686	7.858
BCC-1	Parámetro de	3.0667960	
BCC-2	red (Å)	3.1745377	3.153307

Fuente: Elaboración propia.

En la tabla 6, se muestra una serie de cálculos básicos para determinar si existe una posible deshidrogenación en la aleación, para ellos se topan los datos recopilados en la tabla 5 tomados del refinamiento de fase mediante Rietlved empelando en software de TOPAS. Con esto, se puede observar que la diferencia de volumen entre la fase inicial respecto a la final es de 0.86, estimando de manera teórica que la aleación absorbió un 1.04 wt% H, pero en el aparato se reportó 2 wt% H. Esto quiere decir que hay un 0.96 wt% H “ausente” que se atribuye a la desorción de la muestra, al retirarla del aparato de Sievert al exponerla a condiciones ambientales.

Tabla 6. Cálculo del wt% H en la aleación vs el reportado por el aparato de Sievert

Aleación	Fase	Volumen Final (Å ³)	Volumen Inicial (Å ³)	DeltaV (Å ³)	Volumen de H (Å ³)	Contenido de H	Masa de la celda	Hidrógeno absorbido en la muestra (wt.%)	Hidrógeno medido absorbido (wt.%)	Hidrógeno desorbido (wt.%)
Ti ₁₅ Al ₂₅ Fe	BCC	31,31	28,85	2,46	2,5	1,0	94,99	1,04	2	0,96

Fuente: Elaboración propia.

D. Microscopio electrónico de barrido (SEM) y dispersión de energía de rayos X (EDS).

En la figura 23, se presenta una recopilación de imágenes de aleaciones de Ti-Al-Fe con una magnificación de 500X posterior a su fundición. En estas se destaca la presencia de una fase secundaria o intermetálico en las figuras a, b y d. En la figura d, se presenta poca presencia de una fase secundaria, poco distribuida e inconstante. Por otro lado, en la figura a se presenta tanto la presencia de una fase secundaria como de un intermetálico en menor proporción. En la imagen d, se presenta una gran variación visual respecto las aleaciones anteriores donde se presenta una mayor distribución de fases secundarias, “aumentando” la presencia de una fase clara. En el caso de las figuras, c y e, se observan “monofases” sin aspectos importantes a resaltar.

Se reportan imágenes de SEM de electrones retrodispersados (BSE) debido a su sensibilidad a las variaciones en el número atómico de los elementos. Este método revela un contraste significativo entre elementos de distintos números atómicos, lo que facilita la identificación de materiales y fases en la muestra. Además, posibilita la observación detallada de la estructura y composición de los materiales, permitiendo la diferenciación de fases secundarias en las aleaciones estudiadas. Esta distinción es crucial para evaluar cómo varía el comportamiento de la aleación con cambios en su composición.

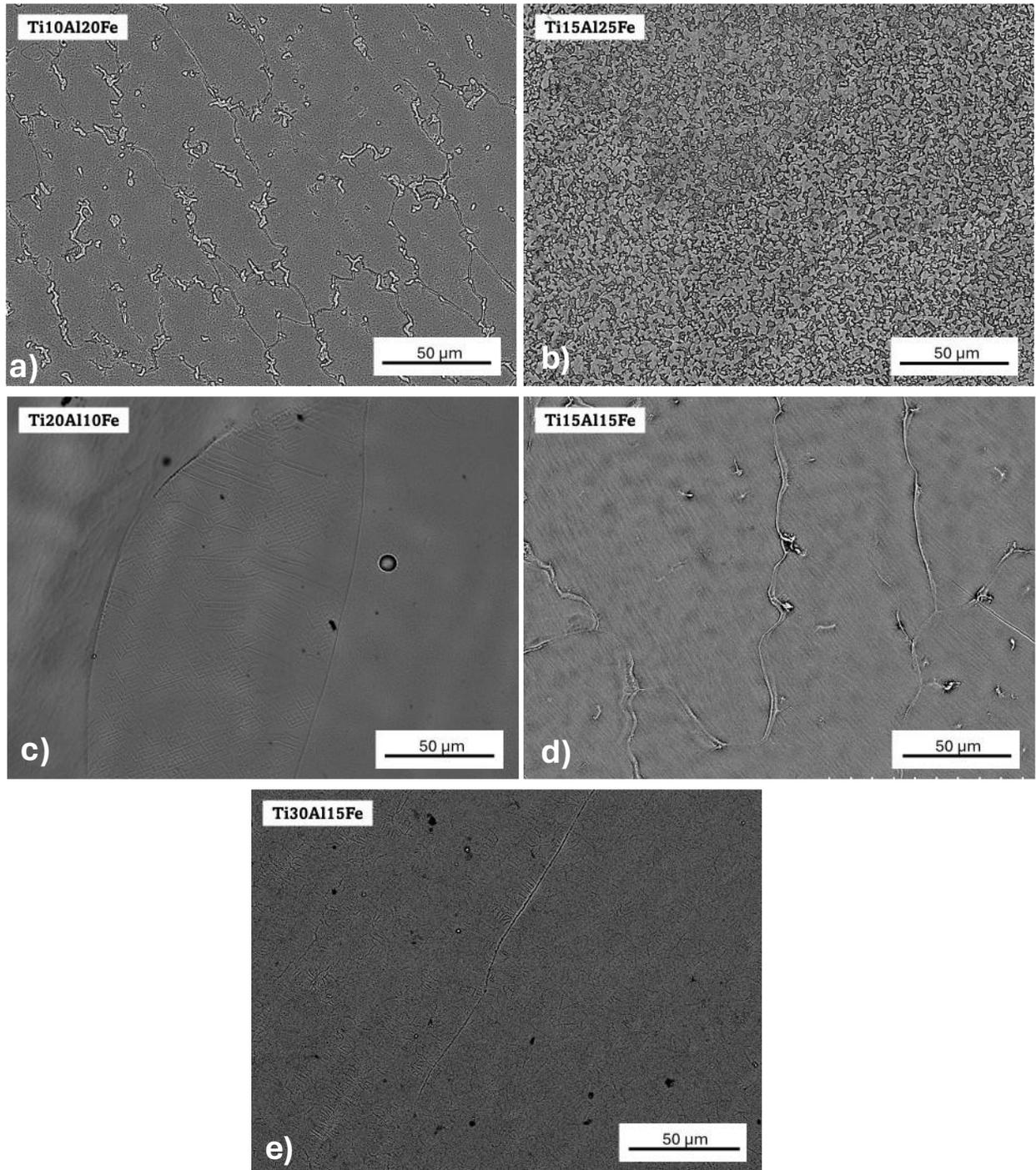


Figura 23. Imágenes de SEM (Electrones retrodispersados) con magnificación de 500X para aleaciones después de fundidas: a) Ti10Al20Fe, b)Ti15Al25Fe, c) Ti20Al10Fe, d) Ti15Al15Fe y e) Ti30Al15Fe. Fuente: Elaboración propia.

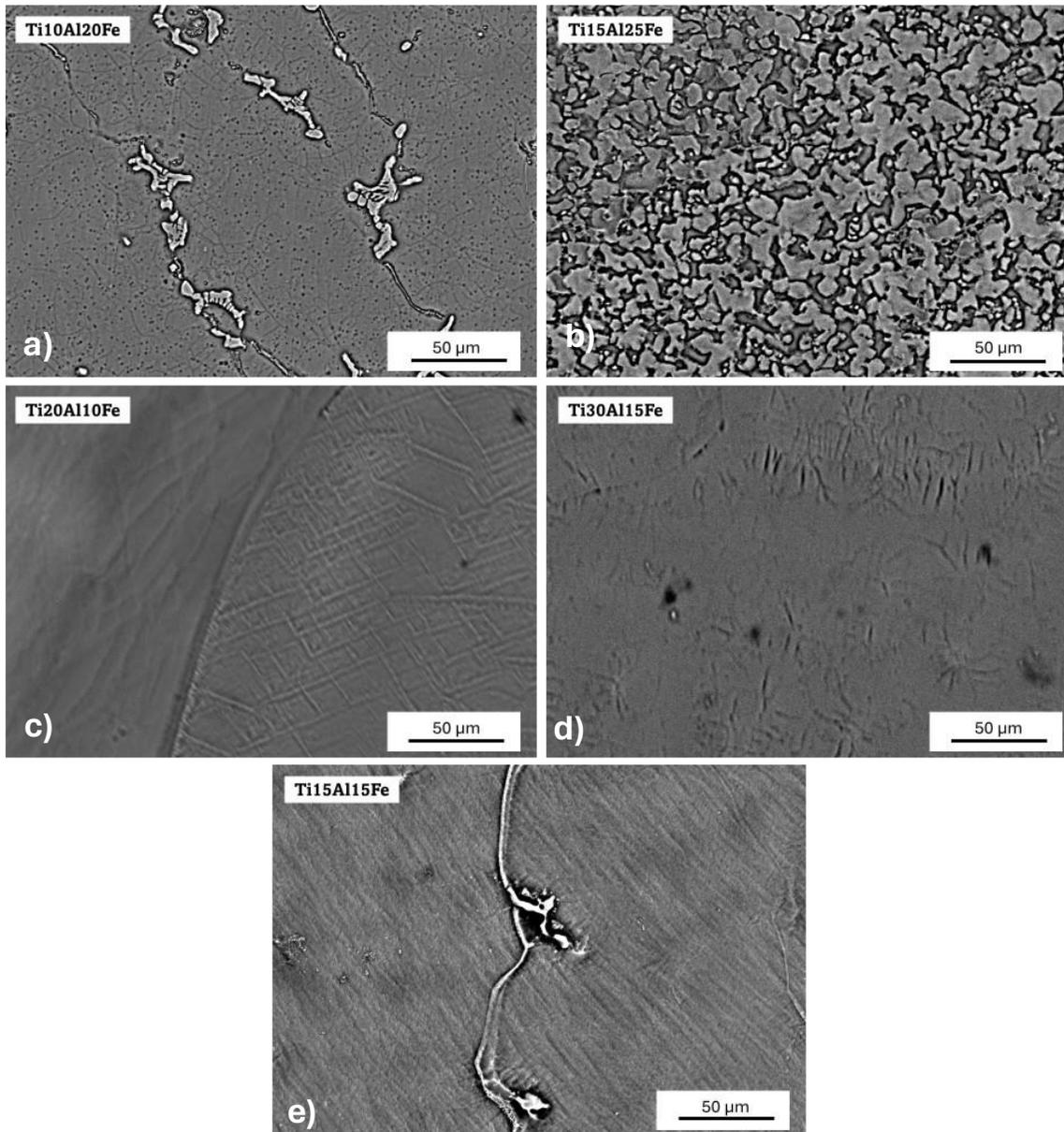


Figura 24. Imágenes de SEM (Electrones retrodispersados) con magnificación de 1500X para aleaciones después de fundidas: a) Ti10Al20Fe, b) Ti15Al25Fe, c) Ti20Al10Fe, d) Ti15Al15Fe y e) Ti30Al15Fe. Fuente: Elaboración propia.

La Tabla 7 presenta los resultados obtenidos mediante la dispersión de energía de rayos X (EDS). Al comparar estos resultados con la Figura 24, la cual ofrece una magnificación mayor (1500X), se destaca en la imagen 24a la presencia de un intermetálico y una fase secundaria. Se observa que la fase clara y oscura tienen una composición aproximada de $Ti_{57}Al_9Fe_{34}$ y $Ti_{71}Al_{13}Fe_{16}$, respectivamente. Además, en la Figura 24b se

identifica la presencia de otra fase secundaria, donde la fase clara y oscura tienen una composición de $Ti_{54}Al_{14}Fe_{32}$ y $Ti_{70}Al_{14}Fe_{16}$, respectivamente. Estos resultados concuerdan con las fases reportadas en los análisis de difracción de rayos X mostrados en la figura 19, donde aquellas aleaciones que no presentan segunda fase en los XRD se presentan como monofásicas en las imágenes del SEM. En este caso, se podría suponer que las fases que se precipitan en la imagen 24a y 24b tienen misma composición (las variaciones se dan por la dispersión de datos al realizar la tabla 7), además. Por lo que podría plantearse que la fase clara representaría la señal de la **BCC-1** y la fase oscura la señal de la fase **BCC-2**.

Tabla 7. Porcentaje de composición química de matriz y fases secundarias del análisis EDS en aleaciones de Ti-Al-Fe (± 0.1 en todos los valores).

Composición	Región	Promedio de la composición (% at)		
		Ti	Al	Fe
Ti10Al20Fe	Fase clara	57,43	8,93	33,63
	Fase oscura	71,1	13,0	15,9
Ti15Al25Fe	Fase clara	54,30	13,65	32,08
	Fase oscura	69,78	13,92	16,32
Ti20Al10Fe	Fase clara	-	-	-
	Fase oscura	69,96	19,86	10,17
Ti30Al15Fe	Fase clara	-	-	-
	Fase oscura	54,29	27,51	18,21
Ti15Al15Fe	Fase clara	69,3	11,7	19,0
	Fase oscura	70,7	14,7	14,6

Fuente: Elaboración propia.

E. Análisis de composición de fases mediante Image J.

Para tener una cuantificación de fases presentes en las aleaciones de Ti10Al20Fe y Ti15Al25Fe, se realizó un cálculo de fracción de fases utilizando las imágenes de BSE en el programa de procesamiento digital de imagen Image J. En la figura 25 se muestra que para la aleación de Ti10Al20Fe un 5.44% de las fases representa la fase clara no identificada que se reportó en el análisis de XRD de la figura 20. Por otro lado se reporta que un 52% de las fases corresponde a la fase clara (BCC-1) en la aleación de Ti15Al25Fe.

A pesar de que la fase secundaria en la aleación de Ti10Al20Fe, no se puede identificar por su baja intensidad en el XRD, no se puede descartar su importancia ya que representa un 5.44% de fase y puede ser un factor clave en la activación de esta aleación.

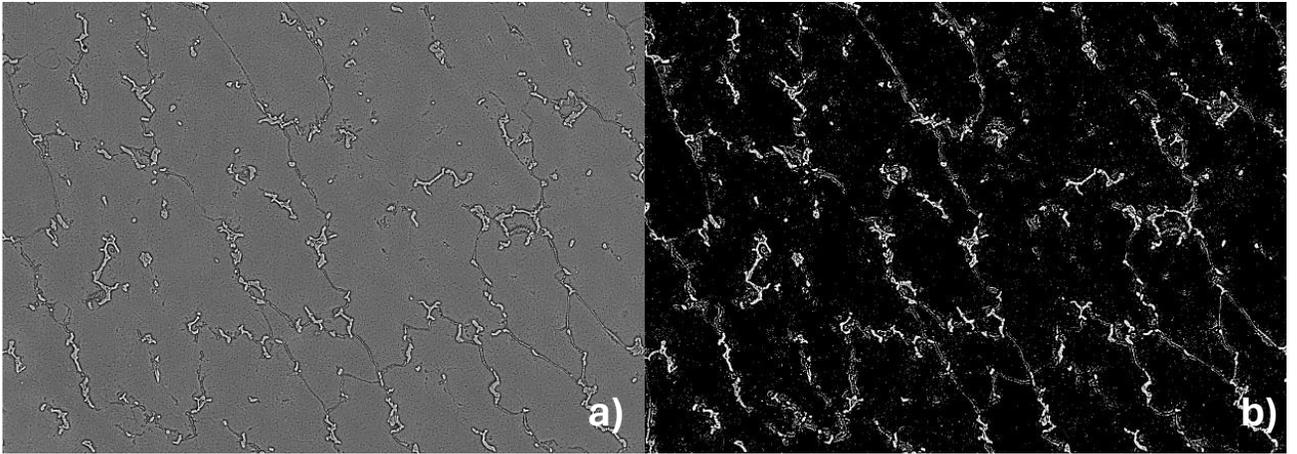


Figura 25. Cálculo de la fracción de fases en la microestructura de Ti10Al20Fe, utilizando Image J.

Fuente: Elaboración propia

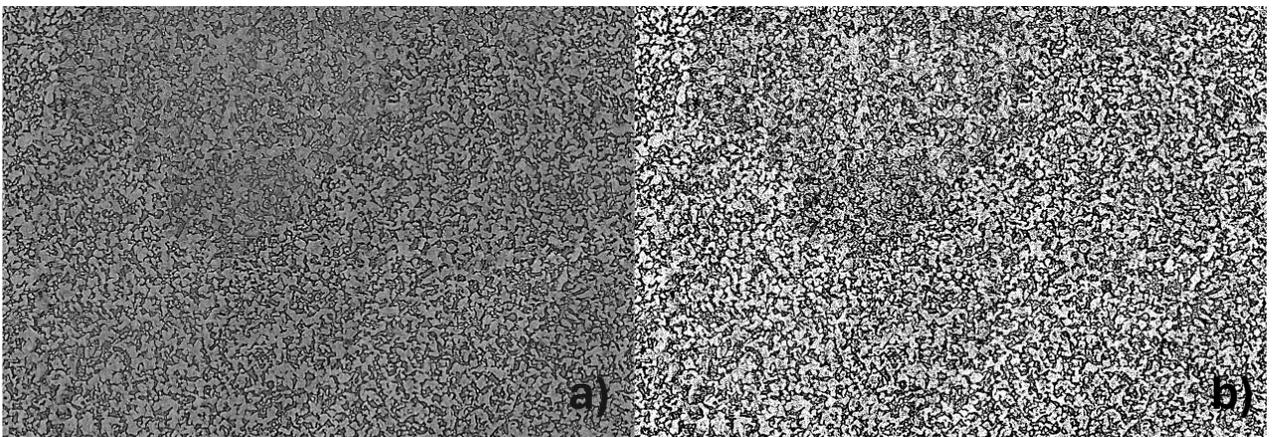


Figura 26. Cálculo de la fracción de fases en la microestructura de Ti15Al25Fe, utilizando Image J.

Fuente: Elaboración propia

V. CONCLUSIONES

De las cinco aleaciones estudiadas, solo $Ti_{10}Al_{20}Fe$ y $Ti_{15}Al_{25}Fe$ mostraron activación durante la absorción de hidrógeno. $Ti_{10}Al_{20}Fe$ exhibió una activación en dos etapas, con un breve tiempo de incubación y una absorción significativa de hidrógeno en ambas etapas, lo que sugiere una estructura receptiva a la absorción de este gas. Por otro lado, $Ti_{15}Al_{25}Fe$ presentó una activación en una sola etapa, indicando un proceso de absorción más homogéneo y continuo en comparación con $Ti_{10}Al_{20}Fe$.

La difracción de rayos X reveló cambios estructurales significativos en las aleaciones después de la absorción de hidrógeno. En particular, se observó una transición de la fase BCC a una fase BCT en $Ti_{10}Al_{20}Fe$, lo que sugiere la formación de un di-hidruro de titanio (TiH_2) como resultado de la absorción de hidrógeno. Este cambio estructural tiene implicaciones importantes para la estabilidad y la desorción del hidruro.

La aplicación de laminación en frío y tratamiento térmico a las aleaciones produjo cambios en la cristalinidad y la estructura de grano de las muestras. Esto se evidenció en los patrones de difracción de rayos X, donde se observó un ensanchamiento en las señales debido al refinamiento del tamaño de grano y la introducción de tensiones reticulares.

El análisis mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) reveló la presencia de fases secundarias en las aleaciones, destacando la variabilidad en la distribución y composición de estas fases. Estos hallazgos sugieren una complejidad en la microestructura de las aleaciones, lo que puede influir en sus propiedades mecánicas y de absorción de hidrógeno.

La dispersión de energía de rayos X (EDS) proporcionó datos adicionales sobre la composición química de las fases presentes en las aleaciones. La comparación de estos resultados con los análisis de difracción de rayos X (XRD) permitió validar las composiciones reportadas previamente, lo que refuerza la precisión de los métodos de análisis utilizados.

VI. RECOMENDACIONES

Se sugiere llevar a cabo un ensayo de temperatura, composición y presión (PCT) en las aleaciones de Ti₁₀Al₂₀Fe y Ti₁₅Al₂₅Fe con el fin de confirmar o descartar una desorción imparcial de hidrógeno. Este ensayo permitirá cuantificar la cantidad de hidrógeno presente en la muestra y la cantidad desorbida de la misma.

También se recomienda realizar un análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC) si el PCT confirma la absorción-desorción. Este análisis permite someter la muestra con hidrógeno a altas temperaturas para estudiar el comportamiento de desorción del hidruro.

Además, se sugiere el uso de un sincrotrón para confirmar las fases presentes en la aleación de Ti₁₅Al₂₅Fe después de su hidrogenación, ya que este instrumento proporciona información estructural directa sobre la disposición de los átomos en la red cristalina del metal.

VII. BIBLIOGRAFÍA

- [1] C. Acar y I. Dincer, “The potential role of hydrogen as a sustainable transportation fuel to combat global warming”, *Int J Hydrogen Energy*, vol. 45, núm. 5, pp. 3396–3406, ene. 2020, doi: 10.1016/j.ijhydene.2018.10.149.
- [2] M. Yue, H. Lambert, E. Pahon, R. Roche, S. Jemei, y D. Hissel, “Hydrogen energy systems: A critical review of technologies, applications, trends and challenges”, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 146. Elsevier Ltd, el 1 de agosto de 2021. doi: 10.1016/j.rser.2021.111180.
- [3] A. M *et al.*, “Fuelling the future: A review of non-renewable hydrogen production and storage techniques”, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 188. Elsevier Ltd, el 1 de diciembre de 2023. doi: 10.1016/j.rser.2023.113791.
- [4] European Environment Agency, “environmental impact of energy”.
- [5] Abigail Orús, “Emisiones mundiales de CO2 de 1995 a 2023”, <https://es.statista.com/estadisticas/635894/emisiones-mundiales-de-dioxido-de-carbono/#statisticContainer>.
- [6] S. Mazwi, C. Supervisor, S. Halindintwali, y S. Nsengiyumva, “HYDROGEN STORAGE IN Ti-BASED COATINGS AND Ti6Al4V ALLOY”, 2016.
- [7] C. Drawer, J. Lange, y M. Kaltschmitt, “Metal hydrides for hydrogen storage – Identification and evaluation of stationary and transportation applications”, *Journal of Energy Storage*, vol. 77. Elsevier Ltd, el 30 de enero de 2024. doi: 10.1016/j.est.2023.109988.
- [8] Z. Chen, Z. Ma, J. Zheng, X. Li, E. Akiba, y H. W. Li, “Perspectives and challenges of hydrogen storage in solid-state hydrides”, *Chinese Journal of Chemical Engineering*, vol. 29. Materials China, pp. 1–12, el 1 de enero de 2021. doi: 10.1016/j.cjche.2020.08.024.
- [9] S. Dutta, “A review on production, storage of hydrogen and its utilization as an energy resource”, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, vol. 20, núm. 4. Korean Society of Industrial Engineering Chemistry, pp. 1148–1156, el 25 de julio de 2014. doi: 10.1016/j.jiec.2013.07.037.
- [10] L. Schlapbach y A. Züttel, “Hydrogen-storage materials for mobile applications”, 2001. [En línea]. Disponible en: www.nature.com
- [11] Q. Hou, X. Yang, y J. Zhang, “Review on Hydrogen Storage Performance of MgH₂: Development and Trends”, *ChemistrySelect*, vol. 6, núm. 7. Wiley-Blackwell, pp. 1589–1606, el 17 de febrero de 2021. doi: 10.1002/slct.202004476.
- [12] G. L. Soloveichik *et al.*, “Magnesium borohydride as a hydrogen storage material: Properties and dehydrogenation pathway of unsolvated Mg(BH₄)₂”, *Int J Hydrogen Energy*, vol. 34, núm. 2, pp. 916–928, ene. 2009, doi: 10.1016/j.ijhydene.2008.11.016.

- [13] P. Prachi R., W. Mahesh M., y G. Aneesh C., “A Review on Solid State Hydrogen Storage Material”, *Advances in Energy and Power*, vol. 4, núm. 2, pp. 11–22, jun. 2016, doi: 10.13189/aep.2016.040202.
- [14] “Hystorsys AS provides hydrogen compressors and storage systems based on metal hydrides. The company is a spin-off from the Institute for Energy Technology (IFE, Norway), a leading research institute on metal hydrides for more than four decades”.
- [15] D. P. Broom, “Hydrogen Storage Materials”, *Green Energy and Technology*, vol. 27. Springer Verlag, 2011. doi: 10.1007/978-0-85729-221-6.
- [16] R. Bardhan, A. M. Ruminski, A. Brand, y J. J. Urban, “Magnesium nanocrystal-polymer composites: A new platform for designer hydrogen storage materials”, *Energy and Environmental Science*, vol. 4, núm. 12. pp. 4882–4895, diciembre de 2011. doi: 10.1039/c1ee02258j.
- [17] J. Huot y M. Tournant, “Effect of cold rolling on metal hydrides”, *Materials Transactions*, vol. 60, núm. 8. Japan Institute of Metals (JIM), pp. 1571–1576, 2019. doi: 10.2320/matertrans.MF201939.
- [18] M. D. K. Dewa, S. Wiryolukito, y H. Suwarno, “Hydrogen absorption capacity of Fe-Ti-Al alloy prepared by high energy ball milling”, en *Energy Procedia*, Elsevier Ltd, abr. 2015, pp. 318–325. doi: 10.1016/j.egypro.2015.03.262.
- [19] M. D. K. Dewa, S. Wiryolukito, y H. Suwarno, “Hydrogen absorption capacity of Fe-Ti-Al alloy prepared by high energy ball milling”, en *Energy Procedia*, Elsevier Ltd, abr. 2015, pp. 318–325. doi: 10.1016/j.egypro.2015.03.262.
- [20] C. Z. Qiu *et al.*, “Tuning mechanical properties for β (B2)-containing TiAl intermetallics”, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*, vol. 22, núm. 11, pp. 2593–2603, nov. 2012, doi: 10.1016/S1003-6326(11)61505-7.
- [21] P. M. I. G. Kainuma R., “Advanced Light Alloys and Composites”, 2000.
- [22] R. Kainuma, I. Ohnuma, K. Ishikawa, y K. Ishida, “Stability of B2 ordered phase in the Ti-rich portion of $Ti\pm Al\pm Cr$ and $Ti\pm Al\pm Fe$ ternary systems”. [En línea]. Disponible en: www.elsevier.com/locate/internet
- [23] Theodore L. Brown, H. Eugene Lemay JR, y Catherine J. Murphy, *Química la Ciencia Central*, Decimosegunda. México: Pearson educación, 2014.
- [24] Michael Dayah, “Tabla periódica”.
- [25] K. Hashi, K. Ishikawa, K. Suzuki, y K. Aoki, “Hydrogen absorption and desorption in the binary Ti-Al system”, 2002. [En línea]. Disponible en: www.elsevier.com/locate/jallcom

- [26] S. F. Santos y J. Huot, “Hydrogen storage in $\text{TiCr}_{1.2}(\text{FeV})_x$ BCC solid solutions”, *J Alloys Compd*, vol. 472, núm. 1–2, pp. 247–251, mar. 2009, doi: 10.1016/j.jallcom.2008.04.062.
- [27] Q. Yu, X. Liu, y D. Tang, “Extreme extensibility of copper foil under compound forming conditions”, *Sci Rep*, vol. 3, dic. 2013, doi: 10.1038/srep03556.
- [28] Y. Han *et al.*, “Phase evolution process and hydrogen storage performances of $\text{V}_{72}\text{Ti}_{18}\text{Cr}_{10}$ alloy prepared by Co-precipitation-reduction method”, *Progress in Natural Science: Materials International*, vol. 32, núm. 4, pp. 407–414, ago. 2022, doi: 10.1016/j.pnsc.2022.06.002.
- [29] L. Missoni y M. Tagliazucchi, “Body centered tetragonal nanoparticle superlattices: Why and when they form?”, *Nanoscale*, vol. 13, núm. 34, pp. 14371–14381, sep. 2021, doi: 10.1039/d0nr08312g.
- [30] Y. Jiraskova, N. Pizurova, A. Titov, D. Janickovic, y M. Friak, “Phase separation in Fe-Ti-Al alloy – Structural, magnetic, and Mössbauer study”, *J Magn Magn Mater*, vol. 468, pp. 91–99, dic. 2018, doi: 10.1016/j.jmmm.2018.07.065.
- [31] V. Y. Gertsman y O. Dremailova, “Transmission electron microscopy identification of a new Ti-Al-Fe intermetallic compound”, en *Journal of Materials Science*, jul. 2006, pp. 4490–4504. doi: 10.1007/s10853-006-0082-z.
- [32] L. Guttman, “Order-Disorder Phenomena in Metals”, *Solid State Physics - Advances in Research and Applications*, vol. 3, núm. C, pp. 145–223, 1956, doi: 10.1016/S0081-1947(08)60133-2.