



Determinação de Transientes de Permeação de Hidrogênio Atômico em Ímãs de Neodímio Comerciais

Nathália C. L. Neves¹; Marcos F. de Campos^{1,2}; Elivelton A. Ferreira^{1,3}.

¹Universidade Federal Fluminense, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica; ²Universidade Federal Fluminense, Departamento de Engenharia Mecânica. ³Universidade Federal Fluminense, Instituto de Ciências Exatas.

Palavras-chave: *Ímãs NdFeB; Permeação de Hidrogênio; Célula de Devanathan-Stachursk.*

INTRODUÇÃO

Os ímãs NdFeB são conhecidos por apresentarem uma energia magnética muito elevada, sendo utilizados em motores elétricos, sensores, computadores e dispositivos de ressonância magnética. No entanto, apresentam baixa resistência à corrosão e são muito suscetíveis à fragilização por hidrogênio, o que pode levar à degradação da estrutura e propriedades magnéticas do material^{1,2}. Uma vez que estas ligas são suscetíveis à fragilização pelo hidrogênio, o presente trabalho tem como objetivo determinar, pela primeira vez, a entrada de hidrogênio atômico em ligas comerciais de NdFeB magnetizadas, utilizando-se o método de Devanathan-Stachursk (DS). Este método utiliza uma célula DS, que é composta por dois compartimentos, um de geração e outro de detecção de hidrogênio, separados por uma amostra metálica. O hidrogênio gerado no compartimento de geração é absorvido pelo metal e detectado no compartimento de detecção, produzindo um aumento na corrente anódica^{3,4}.

METODOLOGIA

As amostras analisadas neste trabalho foram os ímãs de neodímio magnetizados e revestidos com a liga Ni-Cu-Ni, com grade N35, indução magnética de 600 gauss, no formato de disco, com dimensões 20x1 mm e com as mesmas especificações comerciais. Para a realização das caracterizações eletroquímicas, o revestimento foi previamente removido com lixas de granulometria P150 a P2000.

Os testes de permeação de hidrogênio foram realizados em uma célula DS^{3,4}, contendo dois compartimentos separados pela liga de neodímio, com espessura de 1 mm: um de geração e outro de detecção de hidrogênio. No compartimento de detecção foram utilizados uma solução de NaOH 0,2 mol L⁻¹, um eletrodo de referência Ag|AgCl||KCl_{sat} e um contra-eletrodo de Pt. Para a geração de hidrogênio atômico, foi utilizada uma solução de HCl 5,4 mol L⁻¹.

Antes dos testes de permeação, foi selecionado por ensaio de polarização potenciodinâmica o potencial anódico para a detecção do hidrogênio atômico. A curva de polarização foi obtida após a imersão da liga por 30 minutos em potencial em circuito aberto (OCP) em solução alcalina, varrendo-se o potencial de -0,15 (vs OCP) a 2,0 V (vs Ag|AgCl||KCl_{sat}), com velocidade de varredura de 0,166 mV s⁻¹. Todos os experimentos foram realizados utilizando o potenciostato EmStat4S da PalmSens.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

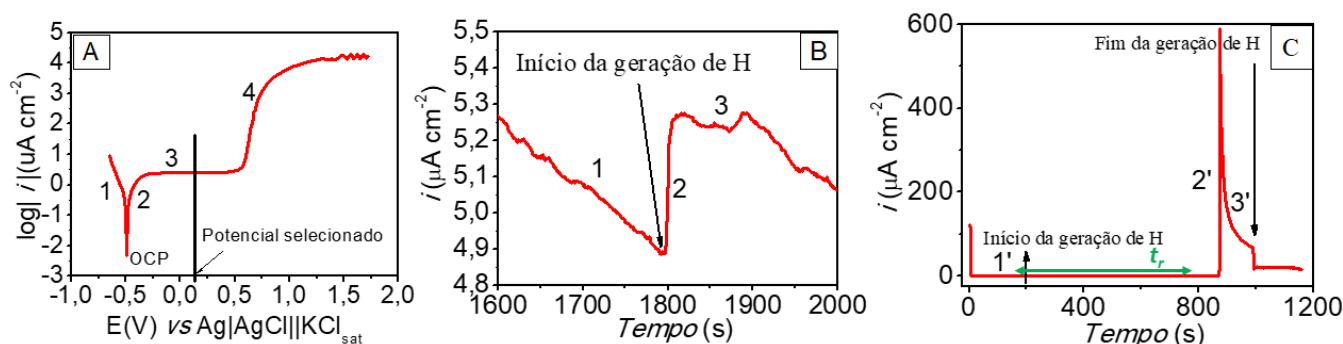
Antes dos estudos de permeação de hidrogênio, foi realizada a caracterização potenciodinâmica da liga, para determinar o potencial anódico ideal para a detecção do hidrogênio atômico. Na Figura 1A, é mostrada a curva de polarização da liga em solução alcalina, a partir de potenciais abaixo do OCP até o potencial final de 2,0 V (vs Ag|AgCl||KCl_{sat}). Abaixo do OCP é observado a região (1) catódica e para potenciais acima do OCP observa-se o aumento da densidade de corrente em função do potencial aplicado, associado com a injeção de íons metálicos no filme de óxido (Fe₃O₄)⁵ previamente formado no OCP (região 2). Acima de -0,3 V, os valores de densidade de corrente se mantiveram constantes até em torno de 0,5 V. Esta região (3) é associada com a passivação da liga. Acima de 0,5 V, a densidade de corrente volta a aumentar em função do potencial, possivelmente devido ao processo de transpassivação da liga (região 4). O potencial selecionado para a realização dos experimentos de permeação de hidrogênio foi o de 0,12 V (Figura 1A), uma vez que, neste potencial, a dissolução da liga é inibida pelo filme passivo. Desta forma, qualquer aumento de densidade de corrente poderá ser associado com a reação de oxidação do hidrogênio atômico.

Nas Figuras 1B e 1C são apresentados os transientes de permeação do hidrogênio atômico nas duas amostras comercializadas com as mesmas especificações de composição e intensidades magnéticas. Os transientes mostrados nestas figuras apresentam três regiões distintas, sendo as regiões 1 e 1' associadas com a corrente de passivação da liga NdFeB, e as regiões 2 e 2' associadas com a detecção de hidrogênio atômico, que



foi gerado no outro lado do compartimento da célula DS, a partir de 1800 s para a amostra 1 e em 200 s para a amostra 2 (Figura 1B e 1C, respectivamente). Na região 3, a densidade de corrente tende a adquirir o estado estacionário. Por outro lado, para a amostra 2, na região 3', este estado estacionário não foi observado. Além disso, a amostra 2 (Figura 1C) apresentou densidades de corrente de permeação superiores às da amostra 1 (Figura 1B).

Figura 1 – Curva de polarização no lado da detecção do hidrogênio atômico (A) e transientes de permeação para a Amostra 1 (B) e Amostra 2 (C).



Fonte: Autor (2023).

Para comprovar que o sinal detectado é referente à permeação de hidrogênio pela liga NdFeB, a solução de HCl foi retirada no lado de geração de hidrogênio atômico. Após a retirada, por volta de 1000 s, houve a queda do sinal de detecção do hidrogênio, comprovando que o sinal detectado é referente à oxidação do hidrogênio atômico.

A primeira amostra analisada (Figura 1B) apresentou sinal de permeação instantaneamente à adição da solução ácida. Também pode ser observado que a amostra 2 (Figura 1C) apresentou sinal de permeação tardio, em relação ao momento de adição da solução ácida no compartimento de geração, com tempo de resposta (t_r) de, aproximadamente, 10 min para que o sinal de permeação fosse detectado. O fato de amostras com a mesma composição química apresentarem comportamentos distintos pode ser atribuído a razões microestruturais, uma vez que o hidrogênio ataca preferencialmente algumas regiões da microestrutura, como contornos de grão e pontos tripos². Além disso, a presença de defeitos cristalinos, como vacâncias e discordâncias, influencia no processo de difusão. Outra possível razão para o comportamento distinto observado é a elevada anisotropia da fase magnética presente nos ímãs de neodímio (Nd₂Fe₁₄B)¹, o que pode facilitar a difusão de hidrogênio em determinadas direções.

CONCLUSÕES

A análise das curvas de permeação de hidrogênio em ímãs NdFeB indicou que os materiais apresentaram comportamentos distintos, apesar de serem comercializados como amostras similares. A observação de comportamentos distintos pode ser atribuída a diferenças microestruturais e cristalográficas, e à elevada anisotropia da fase Nd₂Fe₁₄B, presente nos ímãs de neodímio.

AGRADECIMENTOS

Às agências CAPES, pela bolsa de mestrado concedida, e a de fomento à pesquisa na Universidade Federal Fluminense (FOPESQ-2020/2021).

REFERÊNCIAS

- [1] DE CAMPOS, M. F.; DA SILVA, F. A. S. Application of Micromagnetic Models for Barium Ferrite Magnets. **Materials Science Forum**, v. 820, p. 199-204, 2015.
- [2] SHERIDAN, R. S.; HARRIS, I. R.; WALTON, A. The development of microstructure during hydrogenation– disproportionation–desorption–recombination treatment of sintered neodymium-iron-boron-type magnets. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, n. 401, p. 455-462, 2016.
- [3] SILVÉRIO, R. Combining electrochemical and theoretical analysis to evaluate hydrogen permeation inhibitors during free corrosion. **Materials Research** (aceito para publicação), 2023.
- [4] DEVANATHAN, M. A. V.; STACHURSKI, Z. The Adsorption and Diffusion of Electrolytic Hydrogen in Palladium. **Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences**, v. 270, n.1340, p. 90-102, 1962.
- [5] CHITRADA, K. *et al.* Corrosion Behavior of Surface Modified NdFeB Permanent Magnet in Dilute Chloride Environments. **Electrochimica Acta**, n. 123, p. 23-32, 2014.