Instituto Latino-Americano de Ciências da Vida e da Natureza (ILACVN)

QUÍMICA-LICENCIATURA

EFEITO DA DEPOSIÇÃO DE NÍQUEL EM LIGAS METÁLICAS PARA REAÇÃO DE DESPRENDIMENTO DE HIDROGÊNIO

JORGE LUIS DE OLIVEIRA GOMES

Foz do Iguaçu
2025

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

Instituto Latino-Americano de Ciências da Vida e da Natureza (ILACVN)

QUÍMICA-LICENCIATURA

EFEITO DA DEPOSIÇÃO DE NÍQUEL EM LIGAS METÁLICAS PARA REAÇÃO DE DESPRENDIMENTO DE HIDROGÊNIO

JORGE LUIS DE OLIVEIRA GOMES

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Instituto Latino-Americano de Ciências da Vida e da Natureza da Universidade Federal da Integração Latino-Americana, como requisito parcial à obtenção do título de licenciado em química.

Orientador: Prof. Dr. José Ricardo Cezar Salgado

Foz do Iguaçu
2025

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

JORGE LUIS DE OLIVEIRA GOMES

EFEITO DA DEPOSIÇÃO DE NÍQUEL EM LIGAS METÁLICAS PARA REAÇÃO DE DESPRENDIMENTO DE HIDROGÊNIO

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Instituto Latino-Americano de Ciências da Vida e da Natureza da Universidade Federal da Integração Latino-Americana, como requisito parcial à obtenção do título de licenciado em química.
.

BANCA EXAMINADORA

_____
Orientador: Prof. Dr. José Ricardo Cezar Salgado
UNILA

_____
Prof. Dr. Luis Evelio Garcia Acevedo
UNILA

_____
Profa. Dra. Paula Andrea Jaramillo Araujo
UNILA

Foz do Iguaçu, 11 de dezembro de 2025.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

Dedico este trabalho à memória de minha querida avó, **Maria das Graças de Souza Gomes**, cuja presença e amor continuam a inspirar cada passo da minha jornada. Com amor eterno!

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, expresso minha profunda gratidão a Deus, por ser meu constante amparo e guia, especialmente nos momentos de dúvida e incerteza.

Agradeço imensamente à minha família — minha mãe, Leonice; meu pai, Adriano; minha irmã, Maria Luiza; e meu tio, Martinho — por serem pilares em todas as fases da minha vida e por não medirem esforços para garantir meu progresso nos estudos e a realização dos meus sonhos. Estendo minha gratidão ao meu amigo-irmão, Carlito, cuja lealdade e irmandade sempre estiveram presentes, e à Gabriela W., pelo apoio constante e companhia inabalável.

Manifesto também minha sincera gratidão ao meu orientador, Prof. Dr. José Ricardo Cezar Salgado. Sou profundamente grato por me apresentar ao fascinante universo da eletroquímica e, sobretudo, por sua inestimável dedicação, apoio e valiosos ensinamentos ao longo desta jornada acadêmica. É uma honra ter seu nome vinculado a este trabalho.

Aos amigos que fiz ao longo do caminho — Bernardo, Bruna, Caroline, Gabriela Teixeira, Gisele, Lynn (que conheci recentemente, mas que tem me apoiado e confiado na minha capacidade) e Odilon — meu muito obrigado por tornarem esta trajetória mais leve, rica e inesquecível.

Estendo meus agradecimentos à minha comadre e amiga, Marina, cuja presença foi indispensável ao longo deste último ano. Sua parceria nos momentos de alegria, nas brincadeiras que aliviaram a rotina, nas tristezas compartilhadas e nos desafios que enfrentamos lado a lado fez toda a diferença nessa caminhada. Fomos, sem dúvidas, uma dupla imbatível. Certamente, a sala de aula não teria sido a mesma sem você, e sou profundamente grato por cada conversa, cada risada e por todo o apoio que me ofereceu.

Ao técnico Eleandro, expresso minha gratidão pela amizade construída ao longo de diversas disciplinas e pelos importantes ensinamentos. Obrigado por todo o suporte.

Ao Adalberto, agradeço pelos ensinamentos e pela inspiração. É uma honra poder observar seu trabalho: excelente profissional, colega exemplar e, acima de tudo, um ser humano admirável.

Henrique merece um agradecimento especial pela parceria nas pesquisas e análises, pela paciência nos momentos em que duvidei do próprio caminho e pelo otimismo que sempre me lembrou que tudo terminaria bem. E não se esqueça de sempre

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

perguntar: é fato ou opinião?

Agradeço à professora Paula pela paciência e pela leveza com que conduziu suas disciplinas, tornando o aprendizado mais acessível e significativo. Estendo ainda minha gratidão por sua dedicação enquanto esteve à frente da coordenação, lidando com as demandas discentes com serenidade e responsabilidade — sei que não foi uma tarefa fácil.

Por fim, minha profunda gratidão ao mestre Miyagi (Prof. Dr. Wellington Francisco), pela sua notável competência, pela humanidade com que trata os estudantes e pelos ensinamentos no ensino de química e também para a vida. Por mostrar a importância de nos orgulharmos da nossa profissão, de pisarmos numa sala de aula com entusiasmo e responsabilidade, oferecendo sempre o nosso melhor para o ensino.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

Faça o teu melhor, na condição que você tem, enquanto você não tem condições melhores para fazer melhor ainda!

Mario Sérgio Cortella

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

RESUMO

Este trabalho avalia o efeito da deposição de uma tinta de níquel sobre a atividade eletrocatalítica das ligas Ni 201, Inconel 625 e Inconel 718 para a reação de desprendimento de hidrogênio (RDH) em meio alcalino. A composição elementar e a morfologia superficial das ligas são caracterizadas por espectroscopia por dispersão de energia de raios X (EDX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV), confirmando a presença dos elementos característicos de cada material. Realiza-se a deposição da tinta de níquel sobre os eletrodos de disco rotatório das ligas e investiga-se o desempenho eletroquímico por voltametria cíclica e voltametria de varredura linear em solução de NaOH 1 mol L^{-1}. Analisam-se os parâmetros cinéticos da RDH, como o sobrepotencial e a densidade de corrente, por meio da construção de gráficos de Tafel para cada liga, comparando o desempenho antes e após a modificação da superfície. Os resultados demonstram que a deposição da tinta de níquel promove melhora significativa na atividade catalítica para a RDH em todas as ligas estudadas, evidenciada pela diminuição do sobrepotencial necessário para atingir determinadas densidades de corrente. Conclui-se que a modificação superficial com tinta de níquel constitui estratégia eficaz para potencializar o desempenho de eletrocatalisadores à base de níquel, tornando-os mais eficientes para a produção de hidrogênio via eletrólise alcalina.

Palavras-chave: reação de desprendimento de hidrogênio (RDH); eletrocatálise; tinta de níquel; ligas de níquel; inconel.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

RESUMEN

Este estudio evalúa el efecto de la deposición de tinta de níquel sobre la actividad electrocatalítica de las aleaciones Ni 201, Inconel 625 e Inconel 718 para la reacción de evolución de hidrógeno (REH) en medio alcalino. La composición elemental y la morfología superficial de las aleaciones fueron caracterizadas mediante espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (EDX) y microscopía electrónica de barrido (MEB), confirmando la presencia de los elementos característicos de cada material. La tinta de níquel fue depositada sobre electrodos de disco rotatorio y el desempeño electroquímico se investigó mediante voltametría cíclica y voltametría de barrido lineal en una solución de NaOH 1 mol L^{-1}. Los parámetros cinéticos de la REH, como el sobrepotencial y la densidad de corriente, se analizaron a partir de las gráficas de Tafel para cada aleación, comparando el comportamiento antes y después de la modificación superficial. Los resultados demuestran que la deposición de tinta de níquel mejora significativamente la actividad catalítica de todas las aleaciones estudiadas, evidenciado por la disminución del sobrepotencial necesario para alcanzar una determinada densidad de corriente. Por lo tanto, la modificación superficial con tinta de níquel constituye una estrategia eficaz para potenciar el desempeño de electrocatalizadores basados en níquel en la producción de hidrógeno mediante electrólisis alcalina.

Palabras clave: reacción de evolución de hidrógeno; electrocatalisis; tinta de níquel; aleaciones de níquel; inconel.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

ABSTRACT

This study evaluates the effect of nickel ink deposition on the electrocatalytic activity of Ni 201, Inconel 625, and Inconel 718 alloys for the hydrogen evolution reaction (HER) in alkaline medium. The elemental composition and surface morphology of the alloys were characterized through energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) and scanning electron microscopy (SEM), confirming the presence of the characteristic elements of each material. Nickel ink was deposited on rotating disk electrodes, and the electrochemical performance was investigated using cyclic voltammetry and linear sweep voltammetry in 1 mol L^{-1} NaOH solution. Kinetic parameters of the HER, such as overpotential and current density, were analyzed based on Tafel plots for each alloy, comparing the behavior before and after surface modification. The results show that nickel ink deposition significantly enhances the catalytic activity of all studied alloys, evidenced by the reduction in overpotential required to achieve a given current density. Therefore, surface modification with nickel ink is an effective strategy to improve the performance of nickel-based electrocatalysts for hydrogen production via alkaline electrolysis.

Keywords: hydrogen evolution reaction (HER); electrocatalysis; nickel ink; nickel Alloys; inconel.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Gráfico de Vulcano de Trasatti para RDH.....01
Figura 2 – Esquema da metodologia da síntese..... 02
Figura 3 – Eletrodos de disco rotatório.....03
Figura 4 – Amostra para caracterização por MEV/EDX..... 04
Figura 5 – (a) célula eletroquímica; (b) contra-eletrodo de Pt; (c) eletrodo de referência.....05
Figura 6 – EDX comparativo para as ligas Inconel 718 (linha azul) e Inconel 625 (linha vermelha). Destacando os picos característicos dos elementos principais. Área hachurada representada na Figura 7.....06
Figura 7 – Zoom da área hachurada da Figura 6. Destacando os picos característicos dos elementos principais..... 07
Figura 8 – Micrografia obtida via MEV e mapas elementares obtida via EDX do Inconel 625. (a) micrografia; (b) mapa elementar Ni; (c) mapa elementar Fe; (d) mapa elementar Mo..... 08
Figura 9 – Micrografia obtida via MEV e mapas elementares obtida via EDX do Inconel 718. (a) micrografia; (b) mapa elementar Ni; (c) mapa elementar Fe; (d) mapa elementar Nb..... 09
Figura 10 – Voltamograma cíclico para o Ni 201 na ausência e presença da tinta de Ni, a linha em azul é da liga sem a presença da tinta, em vermelho representa a liga com o depósito de tinta, ambos em $\nu = 10$ mV s^{-1} em 1 mol L^{-1} de NaOH, utilizando o eletrodo de referência Hg/HgO (1 mol L^{-1}) em 1600 rpm. Inserção da área hachurada na imagem..... 10
Figura 11 – Gráfico de Tafel para o eletrodo da Ni 201 na ausência da tinta de Ni, em solução de NaOH 1 mol L^{-1}, utilizando um eletrodo de platina como contra-eletrodo e Hg/HgO (1 mol L^{-1}) como eletrodo de referência..... 11
Figura 12 – Gráfico de Tafel para o eletrodo da Ni 201 na presença da tinta de Ni, em solução de NaOH 1 mol L^{-1}, utilizando um eletrodo de platina como contra-eletrodo e Hg/HgO (1 mol L^{-1}) como referência..... 12
Figura 13 – Gráfico de Tafel sobreposto para o eletrodo da liga Ni 201 na ausência e na presença da tinta de Ni, em solução de NaOH 1 mol L^{-1}, utilizando um eletrodo de platina como contra-eletrodo e Hg/HgO (1 mol L^{-1}) como eletrodo de

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

referência……..13
Figura 14 – Voltamograma cíclico para o Inconel 718 na ausência e presença da tinta de Ni, a linha em azul é da liga sem a presença da tinta, em vermelho representa a liga com o depósito de tinta, ambos em ν = 10 mV s^{-1} em 1 mol L^{-1} de NaOH, utilizando o eletrodo de referência Hg/HgO (1 mol L^{-1})em 1600 rpm. Inserção da área hachurada na imagem.…… 14
Figura 15 – Gráfico de Tafel para o eletrodo de Inconel 718 na ausência da tinta de Ni, em solução de NaOH 1 mol L^{-1}, utilizando um eletrodo de platina como contra-eletrodo e Hg/HgO (1 mol L^{-1}) como eletrodo de referência……..…….. 15
Figura 16 – Gráfico de Tafel para o eletrodo de Inconel 718 na presença da tinta de Ni, em solução de NaOH 1 mol L^{-1}, utilizando um eletrodo de platina como contra-eletrodo e Hg/HgO (1 mol L^{-1}) como eletrodo de referência…… 16
Figura 17 – Gráfico de Tafel sobreposto para o eletrodo de Inconel 718 na ausência e na presença da tinta de Ni, em solução de NaOH 1 mol L^{-1}, utilizando um eletrodo de platina como contra-eletrodo e Hg/HgO (1 mol L^{-1}) como eletrodo de referência……..17
Figura 18 – Voltamograma cíclico para o Inconel 625 na ausência e presença da tinta de Ni, a linha em azul é da liga sem a presença da tinta, em vermelho representa a liga com o depósito de tinta, ambos em ν = 10 mV s^{-1} em 1 mol L-1 de NaOH, utilizando o eletrodo de referência Hg/HgO (1 mol L^{-1}) em 1600 rpm. Inserção da área hachurada na imagem. Áreas hachuradas representada na figura 19..... 18
Figura 19 – Zoom da área hachurada da figura 18.…… 19
Figura 20 – Gráfico de Tafel para o eletrodo de Inconel 625 na ausência da tinta de Ni, em solução de NaOH 1 mol L^{-1}, utilizando um eletrodo de platina como contra-eletrodo e Hg/HgO (1 mol L^{-1}) como eletrodo de referência……. 20
Figura 21 – Gráfico de Tafel para o eletrodo de Inconel 625 na presença da tinta de Ni, em solução de NaOH 1 mol L^{-1}, utilizando um eletrodo de platina como contra-eletrodo e Hg/HgO (1 mol L^{-1}) como eletrodo de referência.…… 21
Figura 22 – Gráfico de Tafel sobreposto para o eletrodo de Inconel 625 na ausência e na presença da tinta de Ni, em solução de NaOH 1 mol L^{-1}, utilizando um eletrodo de platina como contra-eletrodo e Hg/HgO (1 mol L^{-1}) como eletrodo de referência……..…22

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

Figura 23 – Voltamograma linear obtida para Ni 201 na presença da tinta de Ni e na ausencia da tinta de Ni, em diferentes rotações, ambos em velocidade de varredura de ν = 10 mV s-1 em 1 mol L-1 de NaOH, utilizando o eletrodo de referência Hg/HgO (1 mol L^{-1}). Inserção área hachurada na figura 24: Zoom pico de corrente 1: Presença de tinta; 2: ausência da tinta de Ni…….. 23
Figura 24 – Zoom das áreas hachuradas da figura 23; 1: Presença de tinta; 2: ausência da tinta de Ni.……...24
Figura 25 – Voltamograma linear obtida para a Inconel 625 na presença da tinta de Ni e na ausência da tinta de Ni, em diferentes rotações, ambos em velocidade de varredura de ν = 10mV s^{-1} em 1 mol L^{-1} de NaOH, utilizando o eletrodo de referência Hg/HgO (1 mol L^{-1}) Inserção da área hachurada. 1: presença da tinta; 2: ausência da tinta de Ni……...25
Figura 26 – Voltamograma linear obtida para o Inconel 718 na presença da tinta de Ni e na ausência da tinta de Ni, em diferentes rotações, ambos em velocidade de varredura de ν = 10mV s^{-1} em 1 mol L^{-1} de NaOH, utilizando o eletrodo de referência Hg/HgO (1 mol L^{-1}). Inserção área hachurada: Zoom pico de corrente 1: Presença de tinta; 2: ausência da tinta de Ni……..26
Figura 27 – Zoom das áreas hachuradas da figura 26; 1: Presença de tinta; 2: ausência da tinta de Ni…… 27

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição das ligas Inconel 625 e Inconel 718…….. 01

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Al	Alumínio
Ar	Argônio
cm^2	Centímetro quadrado
CO_2	Dióxido de carbono
Cr	Cromo
DRX	Difração de raios X
EDR	Eletrodo de Disco Rotatório
EDX	Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios X
EIE	Espectroscopia de Impedância Eletroquímica
Fe	Ferro
g	Grama
Hg/HgO	Eletrodo de Mercúrio/Óxido de Mercúrio
H_2	Hidrogênio molecular
H_{Ads}	Hidrogênio adsorvido
Hz	Hertz
ILACVN	Instituto Latino-Americano de Ciências da Vida e da Natureza
kV	Quilovolt
L	Litro
mA	Miliampère
mL	Mililitro
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
mg	Miligrama
Mo	Molibdênio
NaOH	Hidróxido de sódio
Nb	Nióbio
Ni	Níquel
Ni^0	Níquel metálico
N_2	Gás Nitrogênio
ODS	Objetivos de Desenvolvimento Sustentável
OCP	Open Circuit Potential (Potencial de Circuito Aberto)
OH^-	Íon hidroxila
Pt	Platina

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

PTFE	Politetrafluoretileno
RDH	Reação de Desprendimento de Hidrogênio
RDO	Reação de Desprendimento de Oxigênio
Rpm	Rotações por minuto
UNILA	Universidade Federal da Integração Latino-Americana
v	Volt
VC	Voltametria Cíclica
VVL	Voltametria de Varredura Linear
µL	Microlitro
µm	Micrômetro

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO……..... 12
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA..... 14
2.1 CRISE CLIMÁTICA..... 14
2.2 HIDROGÊNIO E A ELETRÓLISE ALCALINA..... 15
2.3 REAÇÃO DE DESPRENDIMENTO DE HIDROGÊNIO (RDH)..... 16
2.4 ESCOLHA DO NÍQUEL PARA A RDH..... 18
2.5 A ESCOLHA DAS LIGAS DE NÍQUEL..... 19
2.6 ESTRATÉGIAS DE OTIMIZAÇÃO E PREPARAÇÃO..... 19
2.7 ETAPAS NO DESPRENDIMENTO DE HIDROGÊNIO..... 20
2.8 TÉCNICAS ELETROQUÍMICA..... 21
3 OBJETIVOS 22
3.1 OBJETIVO GERAL..... 22
3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS..... 22
4 METODOLOGIA 23
4.1 SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS DE NÍQUEL..... 23
4.2 MÉTODO DE PREPARO DOS ELETRODOS DE TRABALHO..... 25
4.3 CARACTERIZAÇÃO DAS LIGAS 25
4.4 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA 26
4.4.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) / Espectroscopia por energia dispersiva de raios X (EDX)..... 26
4.5 CÉLULA ELETROQUÍMICA..... 27
4.6 VOLTAMETRIA CÍCLICA (VC)..... 28
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES..... 29
5.1 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)/ ESPECTROSCOPIA POR ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS X (EDX)..... 29
5.1.1 Espectroscopia por energia dispersiva de raios X (EDX)..... 29
5.1.2 Estudo morfológico das ligas Inconel 625 e Inconel 718..... 31
5.2 ANÁLISE DAS VOLTAMETRIAS CÍCLICAS..... 34
5.3 VOLTAMETRIA DE VARREDURA LINEAR (VVL)..... 51
6 CONSIDERAÇÕES FINAIS……..... 56
7 REFERÊNCIAS..... 58
8 APÊNDICE..... 62

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

1 INTRODUÇÃO

A crescente preocupação global com as mudanças climáticas e a necessidade premente de descarbonização da matriz energética mundial impulsionam a busca por fontes de energia limpa e sustentável (IPCC, 2022). Nesse cenário, o hidrogênio (H_2) tem emergido como um vetor energético de grande relevância, não somente por sua elevada densidade energética, mas também pelo fato de que sua utilização não gera emissões de carbono, configurando-o como uma alternativa promissora para viabilizar a transição energética global (Guilbert; Vitale, 2021; Majewski; Salehi; Xing, 2023).

A produção de hidrogênio a partir de fontes renováveis — conhecida como hidrogênio de baixa emissão — é majoritariamente realizada por meio da eletrólise da água, técnica que permite a geração do gás sem emissões associadas ao uso de combustíveis fósseis (Chi; Yu, 2018). Esse processo eletroquímico envolve duas reações fundamentais: a Reação de Desprendimento de Oxigênio (RDO), que ocorre no ânodo, e a Reação de Desprendimento de Hidrogênio (RDH), que ocorre no cátodo. Apesar de amplamente consolidada e tecnologicamente madura, a eletrólise alcalina apresenta limitações associadas à cinética lenta da RDH, que requer elevados sobrepotenciais para atingir densidades de corrente adequadas à aplicação industrial (Lasia, 2019).

Os eletrocatalisadores mais eficientes para a RDH são, tradicionalmente, os baseados em metais nobres, como a platina (Pt). Entretanto, embora apresentem excelente desempenho eletrocatalítico, seu alto custo e baixa disponibilidade tornam inviável a produção de hidrogênio em larga escala baseada exclusivamente nesses materiais. Por essa razão, cresce o interesse científico na busca por alternativas mais abundantes, economicamente acessíveis e com desempenho competitivo. Nesse contexto, o níquel (Ni) e suas ligas despontam como candidatos especialmente promissores em meio alcalino, devido à sua boa atividade catalítica intrínseca, elevada estabilidade e custo relativamente baixo (Angeles-olvera et al., 2022; Chen et al., 2025; Zhu et al., 2018).

Inserido nesse panorama de desenvolvimento de novos materiais eletrocatalíticos, o presente trabalho de conclusão de curso propõe investigar estratégias de otimização da atividade eletrocatalítica de ligas metálicas à base de níquel. O foco do estudo recai sobre a avaliação do efeito da deposição de uma tinta de níquel sobre a superfície das ligas Ni 201, Inconel 625 e Inconel 718, buscando compreender de que forma essa

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

modificação superficial influencia o desempenho dos eletrodos frente à Reação de Desprendimento de Hidrogênio.

O objetivo principal deste trabalho é avaliar se a modificação superficial com tinta de níquel constitui uma estratégia eficaz para potencializar o desempenho das ligas Ni 201, Inconel 625 e Inconel 718 na RDH em meio alcalino.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 CRISE CLIMÁTICA

A busca por fontes de energia limpa e sustentável é um dos principais desafios do século XXI, impulsionada pela crescente demanda energética decorrente do aumento populacional e da industrialização global. O uso intensivo de combustíveis fósseis, como petróleo, carvão e gás natural, leva ao esgotamento de recursos naturais e ao agravamento do aquecimento global devido à emissão de gases de efeito estufa, especialmente o dióxido de carbono (CO_2), o relatório do Painel Intergovernamental sobre mudanças climáticas enfatiza a necessidade de reduzir drasticamente essas emissões para limitar o aumento da temperatura global a 1,5 °C acima dos níveis pré-industriais (IPCC, 2022).

Nesse contexto, fontes de energia renováveis como solar, eólica e hidrelétrica são essenciais, mas sua natureza intermitente exige soluções de armazenamento eficientes. Portanto, é crucial investir em tecnologias de armazenamento de energia que garantam a disponibilidade dessas fontes renováveis, mitigando os desafios associados à sua intermitência e que contribuam para uma matriz energética mais sustentável.

Além disso, a integração de sistemas de energia renovável com tecnologias de armazenamento pode aumentar a resiliência da rede elétrica e facilitar a transição para uma economia de baixo carbono (Micheletti et al., 2025).

Sob a perspectiva da sustentabilidade, a adoção de tecnologias de eletrólise da água para produção de hidrogênio de baixa emissão, assume um papel estratégico no cumprimento dos Objetivos de Desenvolvimento Sustentável da ONU — em especial o ODS 7 (energia acessível e limpa), o ODS 9 (indústria, inovação e infraestrutura) e o ODS 13 (ação contra a mudança global do clima). Ao combinar fontes renováveis intermitentes com sistemas de armazenamento eficientes, esta rota tecnológica não somente mitigar a dependência de combustíveis fósseis e reduz as emissões de CO_2, como também estimula a inovação em materiais (como metais não nobres) e promove uma transição energética com maior resiliência, inclusão e valorização de novos nichos industriais. A produção de hidrogênio de baixa emissão, quando desenvolvida com atenção à eficiência, aos recursos utilizados e à cadeia de valor local, também favorece o ODS 12 (consumo e produção responsáveis).

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

2.2 HIDROGÊNIO E A ELETRÓLISE ALCALINA

Embora o hidrogênio seja abundante no universo, ele raramente se encontra livre na natureza, demandando processos de produção. As vias convencionais baseadas em combustíveis fósseis geram grandes emissões de CO_2 . Em contrapartida, a produção de hidrogênio de baixa emissão, por meio da eletrólise da água alimentada por energias renováveis, tem destaque como uma alternativa de baixo carbono (Majewski; Salehi; Xing, 2023). Destaca-se também que o hidrogênio pode atuar como vetor de excedente em sistemas renováveis intermitentes, auxiliando no armazenamento e distribuição de energia. (Guilbert; Vitale, 2021)

A eletrólise alcalina da água, realizada em soluções como, por exemplo, a de hidróxido de sódio (NaOH), é uma rota promissora para a produção de hidrogênio em larga escala, sendo uma tecnologia eletroquímica madura para essa finalidade e compatível com operação em condições industriais. Estudos indicam que essa técnica apresenta um bom desempenho energético e pode ser integrada à fonte de energia renovável, contribuindo para a produção sustentável de hidrogênio (Wang et al., 2019), além de possibilitar a redução das emissões de carbono associadas à geração de energia. A combinação de eletrólise com fontes renováveis pode transformar a matriz energética, promovendo um futuro mais sustentável (Chi; Yu, 2018). Além disso, a implementação de tecnologias de eletrólise em larga escala pode facilitar a transição para um sistema energético mais limpo e eficiente, alinhando-se aos objetivos de sustentabilidade global.

A eletrólise alcalina envolve a divisão da molécula de água em gás hidrogênio e gás oxigênio por meio de eletricidade, com duas reações principais: a reação de desprendimento de oxigênio (RDO) no ânodo e a reação de desprendimento de hidrogênio (RDH) no cátodo, sendo este o foco do presente estudo. Na RDH em meio alcalino, a água é reduzida, formando gás hidrogênio e íons hidroxila. Esse processo enfrenta uma barreira chamada sobrepotencial, que corresponde à energia adicional necessária para superar limitações cinéticas e interações entre os materiais e a água durante a eletrólise (Wang et al., 2014).

A superação do sobrepotencial é crucial para aumentar a eficiência da eletrólise alcalina, sendo que a otimização dos materiais desempenha papel vital nesse contexto (Ogunkunle et al., 2024). Inovações em materiais e otimizações de processos são fundamentais para aumentar a eficiência e reduzir o sobrepotencial na produção de hidrogênio.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

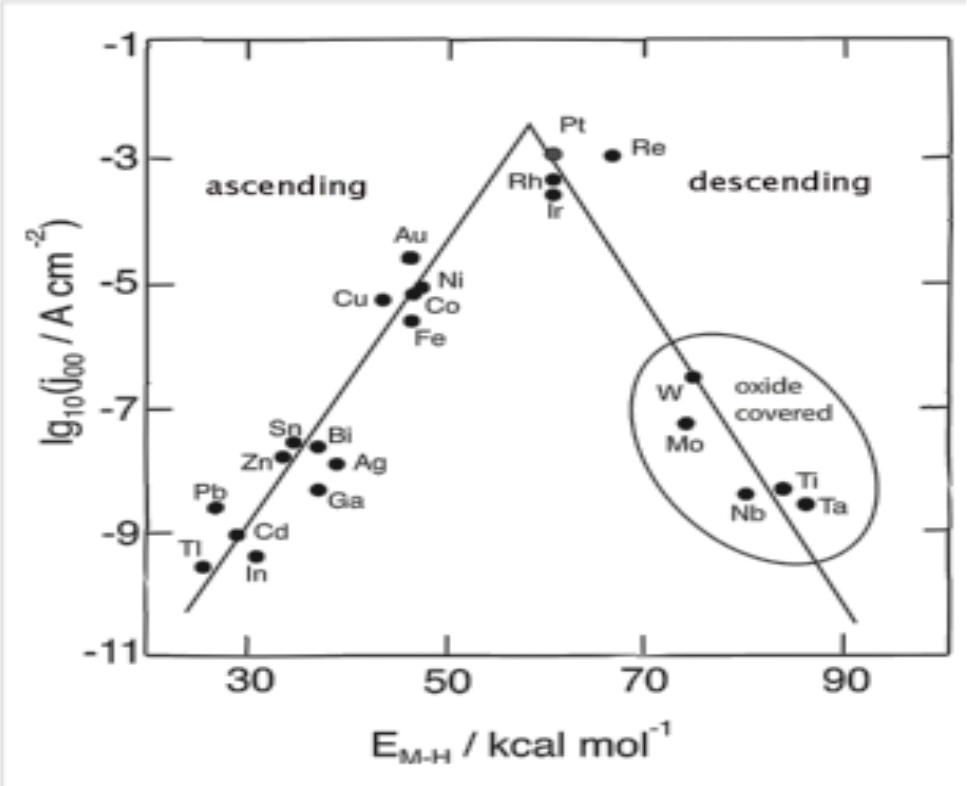
2.3 REAÇÃO DE DESPRENDIMENTO DE HIDROGÊNIO (RDH)

A RDH em meio alcalino apresenta desafios adicionais em comparação com meios ácidos, devido à necessidade de dissociação da molécula de água, que exige maior energia para romper suas ligações químicas (Lin et al., 2024). O processo ocorre em etapas: inicialmente, a água é adsorvida na superfície do eletrodo, formando átomos de hidrogênio ligados ao material; em seguida, esses átomos se combinam para formar o gás hidrogênio, liberado.

A eficiência depende de como o eletrodo interage com o hidrogênio: uma ligação muito forte impede a liberação do gás, enquanto uma ligação muito fraca dificulta a adsorção inicial. O princípio de Sabatier sugere que o catalisador ideal forma ligações de força intermediária com o hidrogênio, equilibrando essas etapas (Trasatti, 2009).

A representação desse conceito é feita pelo gráfico de Vulcano, que correlaciona a energia de adsorção de hidrogênio com a atividade catalítica, indicando o ponto ótimo de atuação (Hammer; Nørskov, 2000). Um gráfico de Vulcano clássico para RDH pode ser observado na Figura 1.

Figura 1 - Gráfico de Vulcano de Trasatti para RDH.



Fonte: QUAINO et al., 2014.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

O princípio de Sabatier, que fundamenta o gráfico, sugere que a atividade máxima é alcançada por materiais que interagem com o hidrogênio de forma intermediária: forte o suficiente para facilitar a adsorção, mas fraca o suficiente para permitir a dessorção do produto. A Platina (Pt) está posicionada no topo do vulcano, o que indica que sua energia de adsorção de hidrogênio é próxima do valor ideal, o que a torna o eletrocatalisador de referência com a maior densidade de corrente de troca e o menor sobrepotencial. Em contraste, o Níquel (Ni) se localiza na parte descendente do gráfico, o que significa que sua interação com o hidrogênio é mais forte do que a ideal. Apesar disso, o Ni é um catalisador de grande interesse devido ao seu baixo custo e boa atividade catalítica em meio alcalino. A otimização do Ni, frequentemente por meio de ligas ou nanoestruturas, visa modular sua energia de adsorção para aproximá-la do topo do vulcano, reduzindo o sobrepotencial e aumentando a eficiência.

Materiais como a Pt são altamente eficientes, mas seu custo elevado e baixa disponibilidade tornam metais não nobres, como o Ni, mais viáveis para aplicações em larga escala (Ángeles-Olvera et al., 2022).

A busca por materiais catalíticos eficientes e economicamente viáveis é um desafio central na ciência de materiais e na engenharia eletroquímica. Tradicionalmente, metais do grupo da Pt, como a Pt pura, são reconhecidos por sua alta eficiência catalítica em diversas aplicações, como células a combustível e eletrólise (Ángeles-Olvera et al., 2022). No entanto, a viabilidade de sua aplicação em larga escala é severamente limitada pelo seu custo elevado (Moreira, 2013). Essa restrição impulsiona a pesquisa por alternativas que mantenham o desempenho, mas com um custo de produção significativamente menor. Uma das principais estratégias de mitigação é a redução da quantidade de Pt utilizada, por exemplo, através da síntese de nanopartículas, um foco constante de pesquisa devido à escassez e ao alto preço do metal (Moreira, 2013).

Outra abordagem promissora é a substituição total ou parcial por metais não nobres, como o Ni e o ferro (Fe), que se tornam mais viáveis para a produção em massa (Ángeles-Olvera et al., 2022). Estudos recentes demonstram que ligas comerciais à base de Ni e Fe, por exemplo, apresentam comportamento eletroquímico promissor para a RDH na eletrólise, validando-se como uma alternativa de baixo custo e de aplicação industrial a curto prazo (Scarpari, 2025).

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

2.4 ESCOLHA DO NÍQUEL PARA A RDH

Entre os eletrocatalisadores utilizados na RDH em meio alcalino, o Ni destaca-se como o material mais amplamente empregado devido à sua elevada estabilidade química, abundância e custo reduzido, aliados à boa atividade catalítica (Angeles-Olvera et al., 2022). Essa combinação de propriedades torna o Ni o principal componente em eletrolisadores alcalinos industriais, que operam tipicamente entre 60 e 80 °C (Chen et al., 2025).

Como metal de transição, o Ni apresenta propriedades eletrônicas favoráveis à transferência de carga durante o processo eletroquímico, além de formar óxidos e hidróxidos superficiais que aumentam sua resistência à corrosão e estabilidade operacional (Angeles-Olvera et al., 2022). O Ni é um metal reciclável, estratégico para a economia circular e a mitigação do impacto ambiental (Nell (née Campbell et al., 2024). Apesar dessas vantagens, o Ni puro apresenta limitações, como a formação de compostos que reduzem sua eficiência ao longo do tempo e um sobrepotencial relativamente alto, aumentando o consumo energético (Angeles-Olvera et al., 2022). Para superar essas barreiras, estratégias como a formação de ligas com outros elementos e a nanoestruturação do material são amplamente exploradas, visando melhorar a atividade catalítica e reduzir o sobrepotencial.

O Ni metálico puro (Ni^0) é o material de referência de baixo custo para a RDH em eletrólise alcalina, quando comparado a Pt. Estudos sobre a eletroquímica do Ni metálico destacam que a superfície do eletrodo é dinâmica, e a atividade catalítica pode ser afetada pela passivação superficial ou pela formação de hidretos de Ni durante o ciclo eletroquímico (Hall; Bock; Macdougall, 2013).

A superfície do Ni metálico em meio alcalino é frequentemente coberta por uma fina camada de óxidos e hidróxidos de Ni (exemplo, NiO, $Ni(OH)_2$), que desempenham um papel crucial na estabilidade e, principalmente, na atividade catalítica (Gong et al., 2014). O óxido de Ni (NiO) e o hidróxido de Ni ($Ni(OH)_2$) são conhecidos por serem ativos na etapa de dissociação da água, facilitando a formação do hidrogênio adsorvido (Jo et al., 2025). A formação de heteroestruturas em nanoescala, como a interface entre o Ni metálico e o óxido de Ni, tem sido amplamente explorada, pois a sinergia entre as fases metálica e de óxido/hidróxido pode otimizar tanto a dissociação da água (pelo óxido/hidróxido) quanto a adsorção e recombinação do hidrogênio (pelo metal) (Navarro-Pardo et al., 2024).

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

A fim de superar as limitações intrínsecas de atividade e estabilidade do Ni metálico puro, a pesquisa em eletrocatálise tem se concentrado intensamente no desenvolvimento de ligas de Ni com outros metais de transição (Ding et al., 2025). A estratégia de formação de ligas é fundamental ao permitir a modulação da estrutura eletrônica e geométrica da superfície do catalisador, resultando em um ajuste fino da energia de ligação do hidrogênio adsorvido e, consequentemente, na otimização da atividade catalítica. A incorporação de um segundo metal, como o Fe ou o molibdênio (Mo), cria efeitos sinérgicos que podem melhorar significativamente na RDH, tornando as ligas de Ni alternativas de alto desempenho e custo-benefício superior aos catalisadores de metais nobres (Ding et al., 2025).

2.5 A ESCOLHA DAS LIGAS DE NÍQUEL

A escolha destas ligas comerciais, como o Inconel 625 e 718, transcende a mera resistência mecânica e à corrosão, cruciais para a longevidade em ambientes eletrolíticos agressivos (Metalinox, [S.d]). Do ponto de vista eletrocatalítico, a composição complexa dessas ligas, que incluem elementos como cromo (Cr), Mo e ferro (Fe) em matriz de Ni, confere-lhes propriedades de superfície únicas.

A investigação do comportamento eletroquímico dessas ligas, portanto, visa não somente a durabilidade, mas também a exploração de seu potencial catalítico intrínseco, que as posiciona como alternativas viáveis e de baixo custo para a produção de hidrogênio em larga escala.

2.6 ESTRATÉGIAS DE OTIMIZAÇÃO E PREPARAÇÃO

A nanoestruturação é outra estratégia chave para melhorar o desempenho do Ni. Nanopartículas de Ni aumentam a área superficial ativa, proporcionando mais sítios para a reação e reduzindo o sobrepotencial. A deposição por gotejamento controlada de “tinta” de Ni nanoparticulado, como proposta neste estudo, envolve a aplicação de suspensões sobre um substrato, permitindo ajustar a quantidade de material depositado para otimizar a eficiência sem comprometer a estabilidade do eletrodo (Elshamy et al., 2024).

A preparação dos eletrodos envolve dispersar nanopartículas de Ni em um solvente com ligantes, como Nafion®, aplicando-as por drop-casting e ajustando a quantidade depositada para maximizar a área ativa e minimizar resistências.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

A técnica de drop-casting consiste na deposição controlada de uma alíquota da suspensão catalítica sobre a superfície do substrato, seguida da evaporação do solvente, promovendo a formação de uma camada catalítica aderente. Trata-se de um método simples, reprodutível e amplamente utilizado na preparação de eletrodos, permitindo o controle da massa depositada e da espessura do filme, sem necessidade de equipamentos complexos

2.7 ETAPAS NO DESPRENDIMENTO DE HIDROGÊNIO

O desprendimento de hidrogênio em meio alcalino é elucidado pelo mecanismo de maior aceitação, o qual compreende três etapas reacionais (Equações 1, 2 e 3, segundo LASIA, 2019). Este processo pode seguir duas vias reacionais: o mecanismo de Volmer-Tafel ou o de Volmer-Heyrovsky.

Reação de Volmer, observada na equação 1: A molécula de água fornece prótons que se combinam com elétrons para formar hidrogênio adsorvido ($H_{Ad)}$).

$$M + H_2O + e^- \rightleftharpoons M\cdots H_{ad} + OH^- \quad (1)$$

Reação de Heyrovsky, equação 2: O átomo de hidrogênio adsorvido atrai uma molécula de água e um elétron para produzir uma molécula de hidrogênio.

$$M\cdots H_{ad} + H_2O + e^- \rightarrow M + H_{2\ (g)} + OH^- \quad (2)$$

Reação de Tafel: Dois átomos de hidrogênio adsorvidos adjacentes se combinam para formar uma molécula de hidrogênio.

$$2M\cdots H_{ad} \rightarrow 2M + H_{2\ (g)} \quad (3)$$

As curvas de Tafel são ferramentas eletroquímicas fundamentais para a investigação da cinética de reações eletroquímicas, como a RDH. Elas representam a relação logarítmica entre a densidade de corrente (j) e o sobrepotencial (η), permitindo a determinação de parâmetros cinéticos importantes (De Chialvo; Chialvo, 2004). A equação de Tafel (Equação 4) descreve essa relação:

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

(4) $\eta = a + b \log j$

Onde:

- η é o sobrepotencial.
- a é a constante de Tafel, relacionada à corrente de troca (j_0), que indica a taxa da reação no equilíbrio.
- b é a inclinação de Tafel (ou coeficiente de Tafel), que fornece informações sobre o mecanismo da reação e a etapa determinante da velocidade (Trasatti, 2009).

Em estudos sobre eletrocatalisadores de Ni, as curvas de Tafel são utilizadas para comparar a eficiência de diferentes materiais, pois um menor sobrepotencial em uma dada densidade de corrente indica uma maior atividade catalítica (Angeles-Olvera et al., 2022). A análise dessas curvas, em conjunto com outras técnicas eletroquímicas, é crucial para o desenvolvimento de materiais com melhor desempenho na produção de hidrogênio.

2.8 TÉCNICAS ELETROQUÍMICAS

Os ensaios eletroquímicos — como a voltametria cíclica (VC) e voltametria de varredura linear (VVL) — são fundamentais para avaliar o desempenho dos eletrodos.

A VC é uma técnica eletroanalítica fundamental que se baseia na aplicação de um potencial que varia linearmente com o tempo a um eletrodo de trabalho, enquanto a corrente resultante é monitorada (Bard; Faulkner, 2001). Essa varredura de potencial permite observar as reações eletroquímicas que ocorrem na superfície do eletrodo em diferentes potenciais.

A principal vantagem da VC é a sua capacidade de sondar o comportamento de uma espécie eletroativa em um curto espaço de tempo. Ao inverter a varredura de potencial, é possível investigar o destino do produto formado na varredura direta. Sendo uma ferramenta de diagnóstico poderosa para elucidar mecanismos de reação, determinar a estabilidade de intermediários e avaliar a cinética da transferência de elétrons (Elgrishi et al., 2018).

Em contraste, a VVL é frequentemente empregada para a avaliação quantitativa do desempenho catalítico. Nesta técnica, o potencial é varrido linearmente em uma única direção (sem inversão), e a corrente resultante é registrada. A VVL é particularmente crucial para determinar a atividade intrínseca de eletrocatalisadores, pois a curva de potencial contra densidade de corrente permite a extração de parâmetros cinéticos chave, como a densidade

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

de corrente de troca e o sobrepotencial necessário para atingir uma densidade de corrente de interesse, através da análise de Tafel (Anantharaj et al., 2021).

O eletrodo de disco rotatório (EDR) é uma ferramenta essencial nesses ensaios, pois o movimento rotatório, estabelece um fluxo convectivo que permite a homogeneização da solução e expulsando bolhas de hidrogênio formadas sob a superfície (Salgado, 2001). Essa técnica é amplamente usada em estudos com eletrocatalisadores de Ni para RDH.

A purgação com gás nitrogênio (N_2) é outro procedimento crítico (Chen; Yang; Lee, 2014), removendo oxigênio dissolvido que poderia competir com a reação desejada e oxidar o eletrodo, aumentando o sobrepotencial.

Este estudo, portanto, integra conceitos de eletroquímica, ciência de materiais e sustentabilidade para desenvolver eletrocatalisadores de Ni otimizados para a RDH em NaOH. O uso de ligas comerciais e depósitos nanoestruturados, aliado a técnicas avançadas de caracterização e ensaios eletroquímicos, visa reduzir o sobrepotencial e aumentar a eficiência da eletrólise alcalina.

3. OBJETIVOS

3.1 OBJETIVO GERAL

Realizar a caracterização eletroquímica de uma liga comercial à base de Ni (Inconel 625 e Inconel 718), da liga de Ni comercialmente pura Ni 201, e de eletrodos modificados pela deposição por gotejamento de tinta de Ni, com foco na avaliação de seu desempenho frente à RDH.

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Sintetizar nanopartículas de Ni;
- Preparar eletrodos de Ni comercialmente puro (Ni 201), ligas à base de Ni (Inconel 625 e Inconel 718) e eletrodos modificados com tinta de Ni;
- Realizar medidas eletroquímicas comparativas entre os diferentes materiais utilizando técnicas voltamétricas;
- Comparar o comportamento eletroquímico dos eletrodos na RDH, identificando diferenças de atividade relacionadas à composição e à modificação superficial.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

4. METODOLOGIA

4.1 SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS DE NÍQUEL

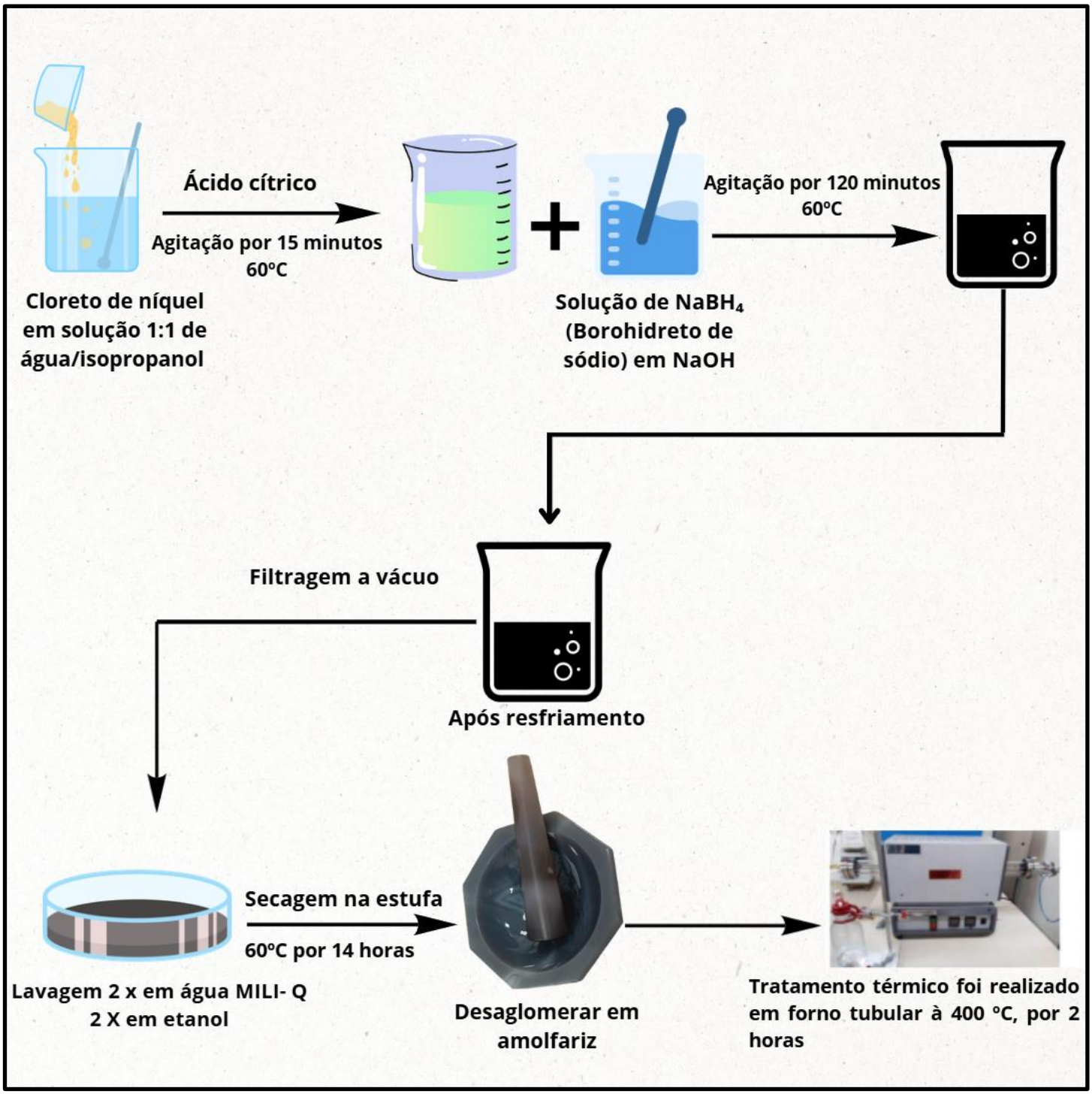
A síntese de nanopartículas de Ni foi realizada segundo a metodologia descrita por Soares (2024). Inicialmente, preparou-se uma solução precursora composta de 812 mg de cloreto de Ni em 200 mL de solução 1:1 de água/isopropanol. Em seguida, adicionaram-se 300 mg de ácido cítrico à solução previamente preparada. A mistura foi aquecida a 60 °C e mantida sob agitação por 15 min. Na sequência, adicionaram-se 500 mg de borohidreto de sódio diluído em 10 mL de solução 1 mol L^{-1} de NaOH. A solução foi então vedada com parafilme e permaneceu sob aquecimento (60 °C) e agitação por 120 min.

Após o resfriamento do material formado, realizou-se filtragem a vácuo utilizando filtro de membrana de politetrafluoretileno (PTFE). O material retido foi lavado duas vezes com água Milli-Q® e duas vezes com etanol, com filtragem subsequente após cada lavagem. Em seguida, o sólido foi levado à estufa a 60 °C por 14 h para secagem, sendo posteriormente removido da membrana, macerado manualmente em almofariz de ágata e armazenado em recipiente adequado para a etapa seguinte.

O tratamento térmico foi conduzido em forno tubular (Analogica — AN1031) a 400 °C, por 2 h, sob fluxo de 3% de hidrogênio em argônio (3% H_2 /Ar), com o material acondicionado em cadinho de quartzo. Visando promover a redução de possíveis óxidos e a decomposição do provável resíduo de síntese, citrato de sódio. Após o tratamento térmico, o material foi armazenado em dessecador para posterior caracterização e uso experimental (Soares, 2024). É possível observar um esquema do passo a passo na Figura 2.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

Figura 2 - Esquema da síntese de Ni.



Fonte: autor, 2025.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

4.2 MÉTODO DE PREPARO DOS ELETRODOS DE TRABALHO

O passo do preparo do eletrodo de trabalho seguiu os passos de Soares (2024). A camada catalítica foi elaborada a partir de suspensões aquosas dos catalisadores. Inicialmente, 2 mg do catalisador foram dispersos em uma solução de 4 mL de água e isopropanol (na proporção volumétrica de 3:1) e 50 µL de Nafion®. Esta dispersão foi submetida a um banho de ultrassom para assegurar a homogeneização dos componentes.

Posteriormente, uma alíquota de 30 µL dessa suspensão foi depositada sobre o substrato por meio de pipetagem. A remoção do solvente ocorreu por evaporação em um dessecador, o que garantiu a formação de uma camada catalítica uniforme.

4.3 CARACTERIZAÇÃO DAS LIGAS

As ligas metálicas Inconel 625 E Inconel 718, classificadas como ligas à base de Ni utilizadas neste estudo, foram gentilmente fornecidas pela empresa METALINOX, e a liga Ni 201, 99,6% da empresa HAVER & BOECKER. A seleção dessas ligas se deu em virtude de suas distintas composições químicas e propriedades eletroquímicas.

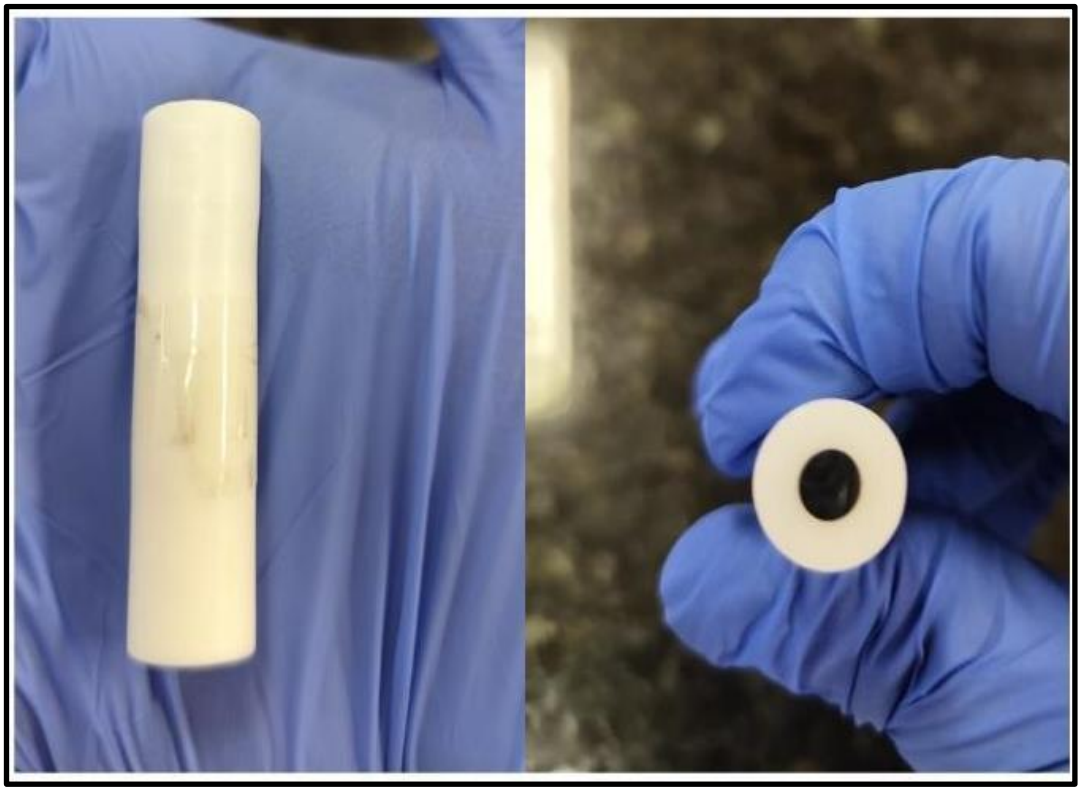
As amostras passaram por processo de usinagem em torno mecânico, realizado no laboratório do setor sul (LATEC) da Universidade Federal da Integração Latino-Americana (UNILA). Essa etapa teve como objetivo ajustar as dimensões das ligas e garantir o acabamento superficial adequado para posterior embutimento.

Posteriormente, os corpos de prova foram embutidos mecanicamente em tarugos de politetrafluoretileno (PTFE, conhecido comercialmente como teflon), que foram previamente roscados (rosca fêmea) para acoplamento ao eixo do porta-eletrodo. O processo de embutimento foi conduzido com apoio técnico do ITAIPU PARQUETEC, assegurando a vedação e o alinhamento central dos eletrodos. Durante essa etapa, foi utilizada solda metálica apropriada para garantir o contato elétrico eficiente entre o material de estudo e o condutor interno do suporte.

Após o embutimento, os tarugos foram usinados até atingir um diâmetro de 5 mm, resultando em eletrodos de disco rotatório (EDR), conforme ilustrado na Figura 3. As áreas geométricas expostas ao eletrólito foram determinadas conforme o diâmetro final do disco, sendo 0,19 cm² para o Inconel 625, 0,16 cm² para o Inconel 718 e 0,196 cm^2 para Ni 201.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

Figura 3 - Eletrodos de disco rotatório.



Fonte: autor, 2025.

Os eletrodos de trabalho foram primeiramente lixados manualmente com lixas de água de granulometrias 400, 600 e 1200, utilizando água ultrapura. Subsequentemente, realizou-se o polimento em flanela com alumina < 1 μm, até que a superfície do eletrodo apresentasse um espelhamento completo. Este procedimento foi rigorosamente repetido antes de todos os estudos eletroquímicos. A superfície de liga metálica, preparada nesta etapa, servirá como substrato para os eletrocatalisadores sintetizados nos ensaios eletroquímicos.

4.4 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA

4.4.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) / Espectroscopia por energia dispersiva de raios X (EDX)

A técnica de MEV foi utilizada para a caracterização morfológica das amostras de Inconel 625 e Inconel 718, utilizando o equipamento ZEISS EVO-MA10, localizado no laboratório de caracterização de materiais. O microscópio operou sob tensão de aceleração do feixe de elétrons de 10,0 kV, parâmetro selecionado por proporcionar um bom equilíbrio entre resolução e profundidade de penetração do feixe.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

Para a preparação das amostras, as ligas foram seccionadas em discos com espessura aproximada de 2 mm, conforme ilustrado na Figura 4.

Figura 4 - Amostra para caracterização por MEV/EDX.

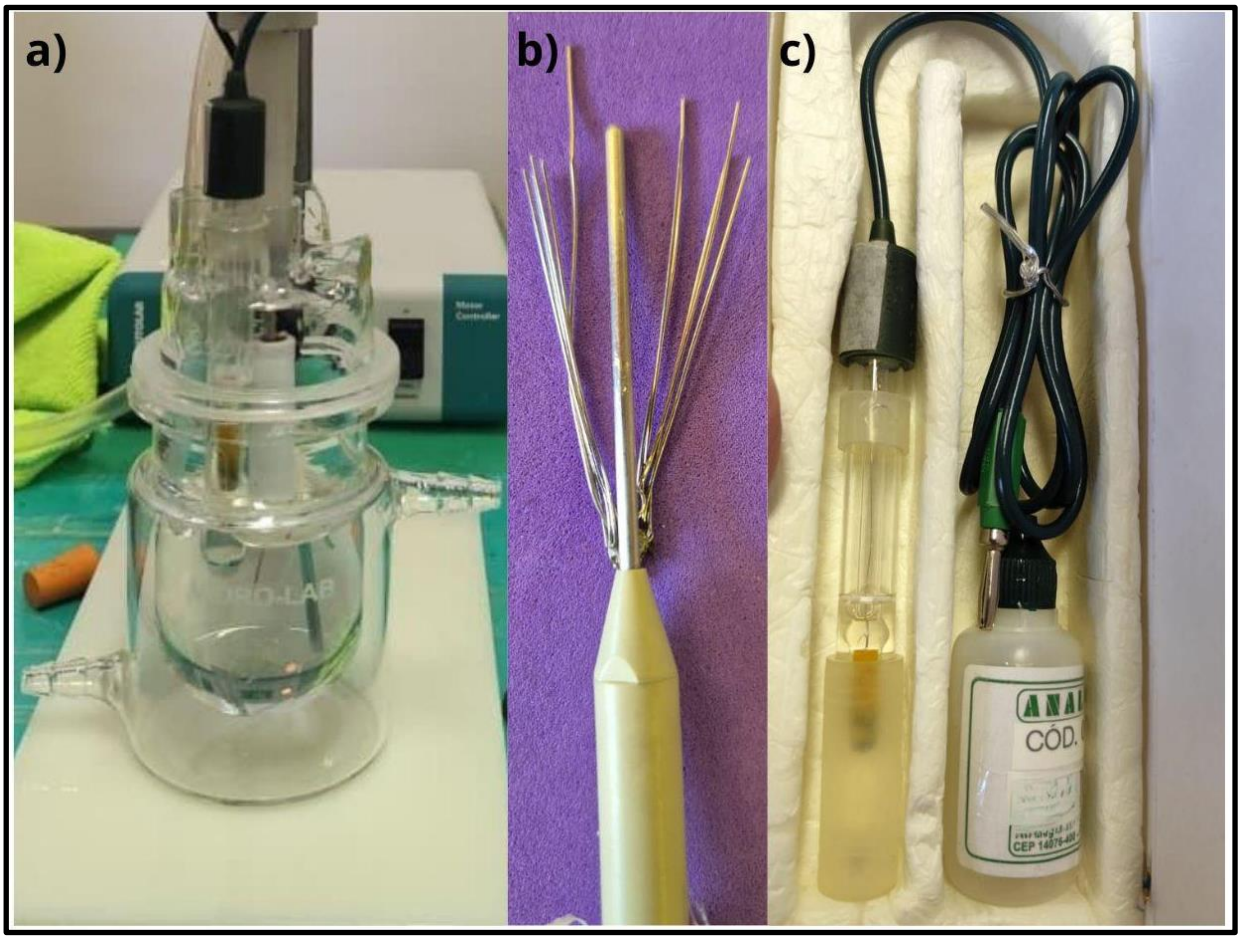
Fonte: autor, 2025.

4.5 CÉLULA ELETROQUÍMICA

A célula eletroquímica empregada neste estudo possui um arranjo de três eletrodos: o eletrodo de trabalho (Figura 3) , que consiste nos eletrodos de disco rotatório das ligas metálicas (Ni 201, Inconel 625 e Inconel 718) preparados; o eletrodo de referência, sendo o eletrodo de mercúrio/óxido de mercúrio (Hg/HgO), o eletrólito foi uma solução de NaOH a 1 mol L^{-1}, escolhido por sua estabilidade em meio alcalino; e, por fim, o contra eletrodo, confeccionado em Pt, cuja alta área superficial garante que a reação de contra-eletrodo não limite a corrente total do sistema. A célula eletroquímica foi projetada com atenção particular aos requisitos da RDH e possui um modelo que incorpora saídas independentes e seladas para a coleta e/ou expulsão eficiente dos gases hidrogênio e oxigênio gerados nas reações de cátodo e ânodo, respectivamente, garantindo a pureza das medidas, conforme detalhadamente ilustrado na Figura 5.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

Figura 5 - (a) célula eletroquímica; (b) contra-eletrodo de Pt; (c) eletrodo de referência.



Fonte: autor, 2025.

4.6 VOLTAMETRIA CÍCLICA (VC)

Todos os ensaios eletroquímicos foram conduzidos sob atmosfera inerte de nitrogênio N_2, a fim de evitar a interferência de espécies oxidantes e garantir a reprodutibilidade dos resultados. Antes do início das medições, o eletrólito foi purgado com gás inerte por aproximadamente 30 minutos para a completa remoção do oxigênio dissolvido. Durante todo o procedimento experimental, manteve-se o fluxo contínuo do mesmo gás sobre a solução para remover o hidrogênio.

Para os estudos por VC, adotou-se uma janela de potencial compreendida entre −0,4 V e −1,25 V vs. Hg/HgO (1 mol L^{-1}), com uma velocidade, ν 10 mV s^{-1}, em rotações do eletrodo de disco rotatório (100, 400, 900, 1225, 1600 e 2500 rotações por minuto (rpm)).

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)/ ESPECTROSCOPIA POR ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS X (EDX)

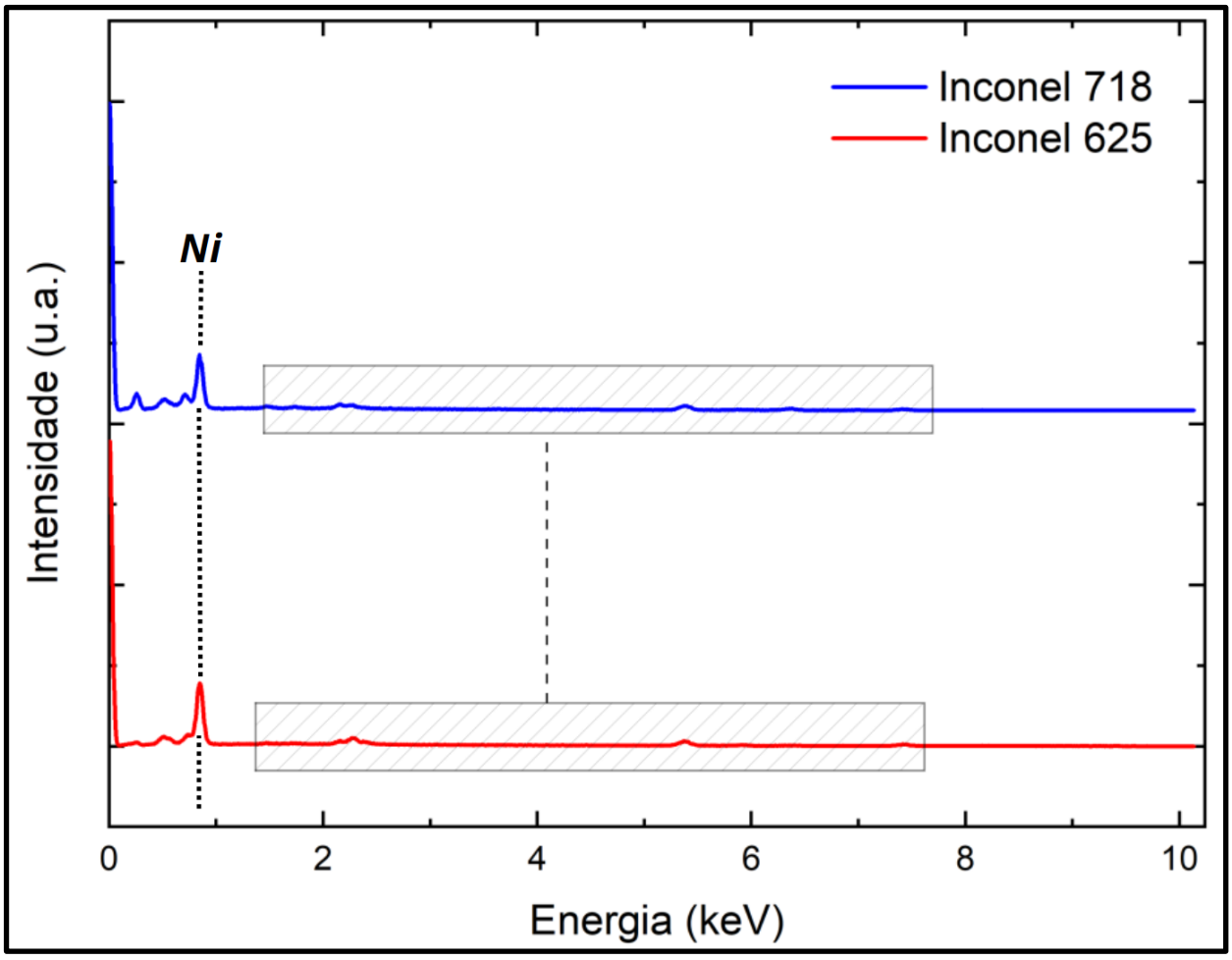
5.1.1 Espectroscopia por energia dispersiva de raios X (EDX)

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) associada à espectroscopia por energia dispersiva de raios X (EDX) foi empregada visando confirmar a composição elementar das ligas Inconel 625 e Inconel 718. Essas análises foram realizadas previamente aos ensaios eletroquímicos e à montagem dos eletrodos, de modo a assegurar a correta identificação das amostras utilizadas. A técnica de MEV possibilitou observar a morfologia superficial das ligas, enquanto o EDX permitiu a detecção qualitativa e quantitativa dos elementos constituintes.

A análise por EDX foi empregada para a caracterização elementar das ligas, visando os principais elementos encontrados nas ligas Inconel 625 e Inconel 718. Os espectros comparativos, estão presentes nas Figuras 6 e 7.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

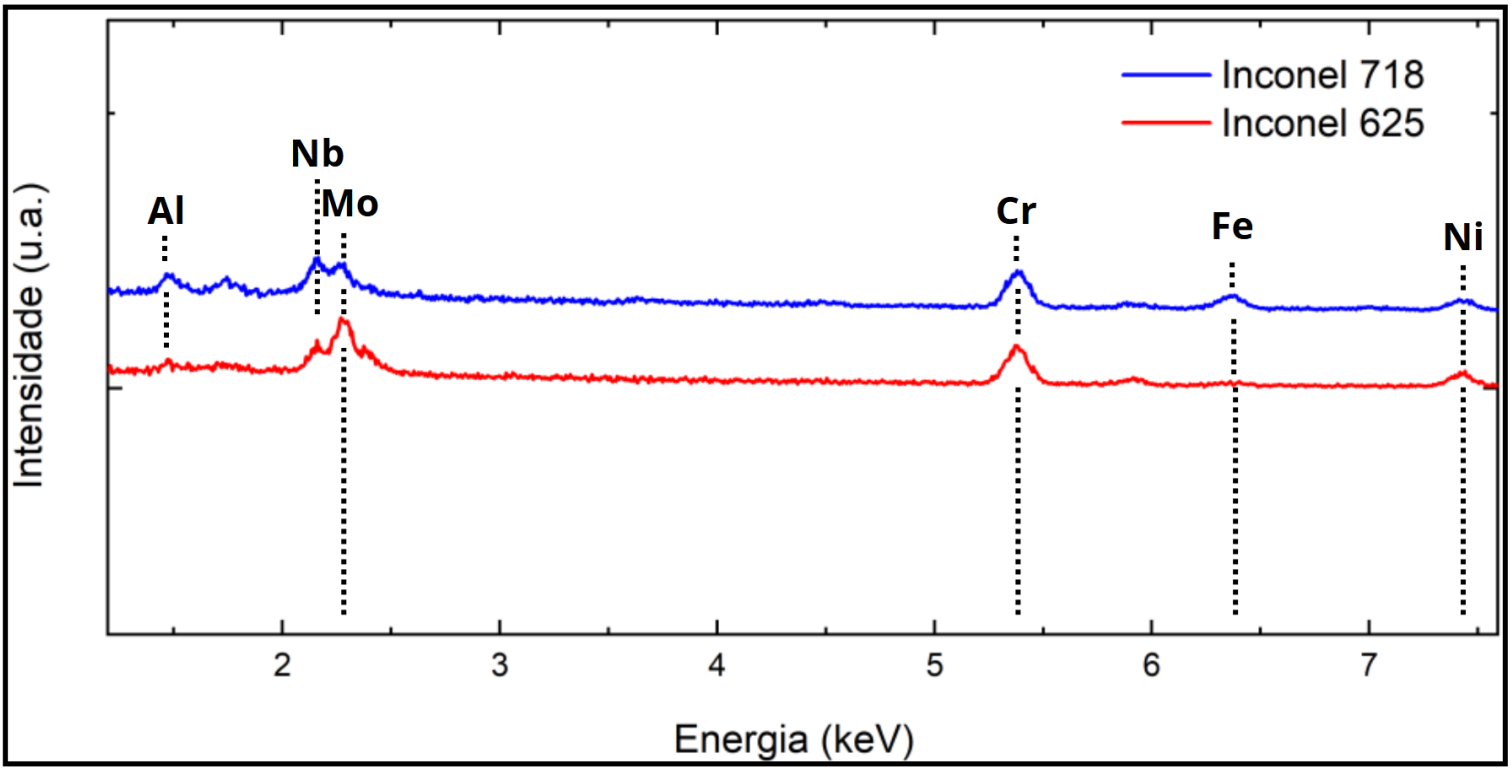
Figura 6 - EDX comparativo para as ligas Inconel 718 (linha azul) e Inconel 625 (linha vermelha). Destacando os picos característicos dos elementos principais. Área hachurada representada na Figura 7.



Fonte: autor, 2025.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

Figura 7 - Zoom da área hachurada da Figura 6. Destacando os picos característicos dos elementos principais.



Fonte: autor, 2025.

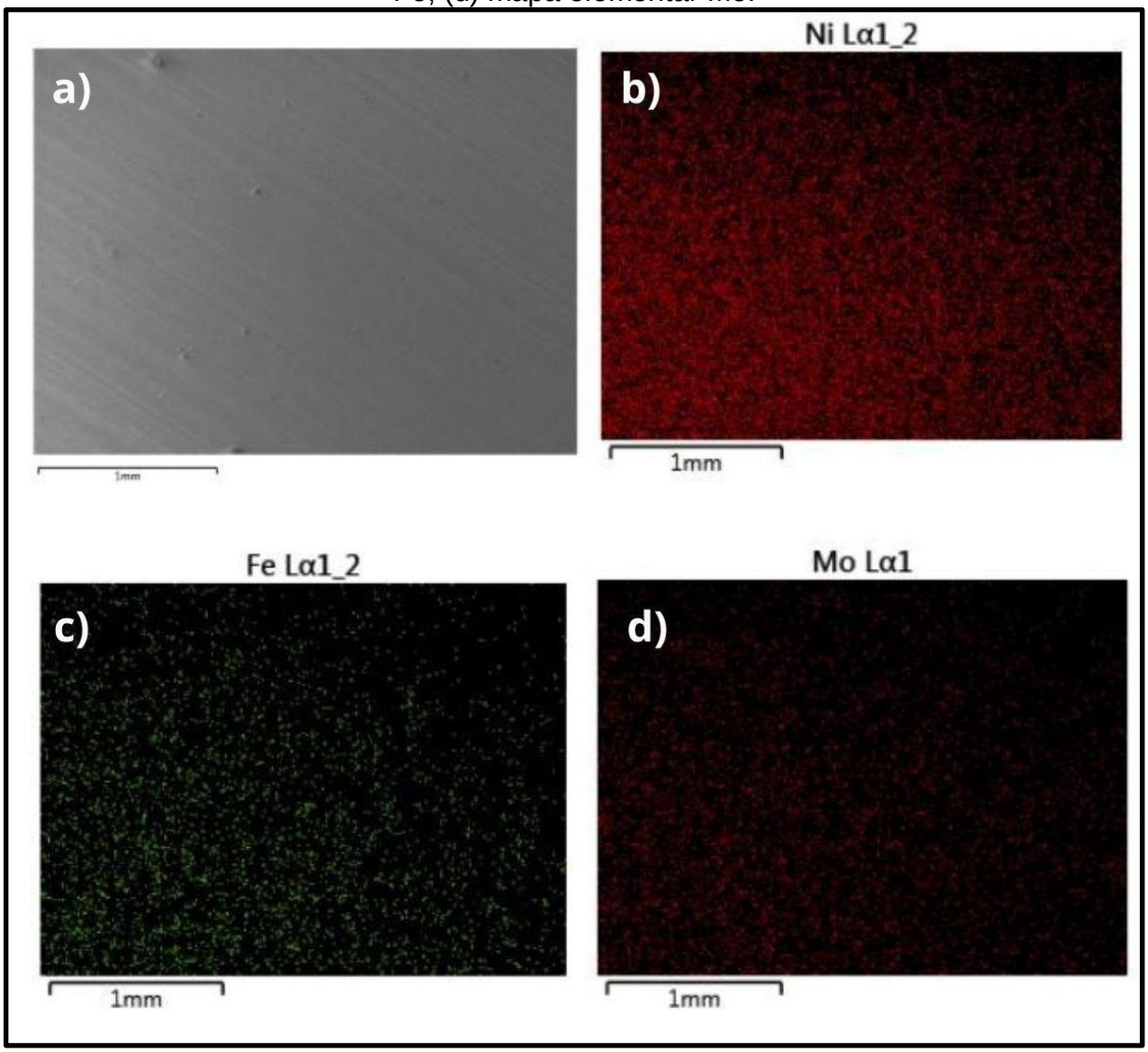
A análise por EDX confirmou que as amostras estudadas correspondem às superligas à base de Ni Inconel 625 (UNS N06625) e Inconel 718 (UNS N07718), conforme descrito pela METALINOX. No caso do Inconel 625, a presença de Ni, Cr e Mo em proporções características confirma a identificação da liga. Já para o Inconel 718, a detecção dos elementos, Ni, Cr, Fe, Nb, Mo valida sua composição típica. Considerados em conjunto, os espectros evidenciam claramente os elementos característicos de cada material, e os picos de maior intensidade — especialmente aqueles atribuídos a Ni, Cr, Mo, Nb e Fe — reforçam visualmente a identificação e a conformidade composicional das ligas analisadas.

5.1.2 Estudo morfológico das ligas Inconel 625 e Inconel 718

A Figura 8 apresenta a micrografia obtida por MEV da superfície da liga Inconel 625, juntamente com os mapas elementares de Ni, Fe e Mo obtidos por EDX. Esta análise combinada é fundamental para a compreensão da microestrutura e da distribuição dos principais elementos de liga.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

Figura 8 — Micrografia obtida via MEV e mapas elementares obtida via EDX do Inconel 625. (a) micrografia obtida por MEV; (b) mapa elementar Ni; (c) mapa elementar Fe; (d) mapa elementar Mo.



Fonte: autor, 2025

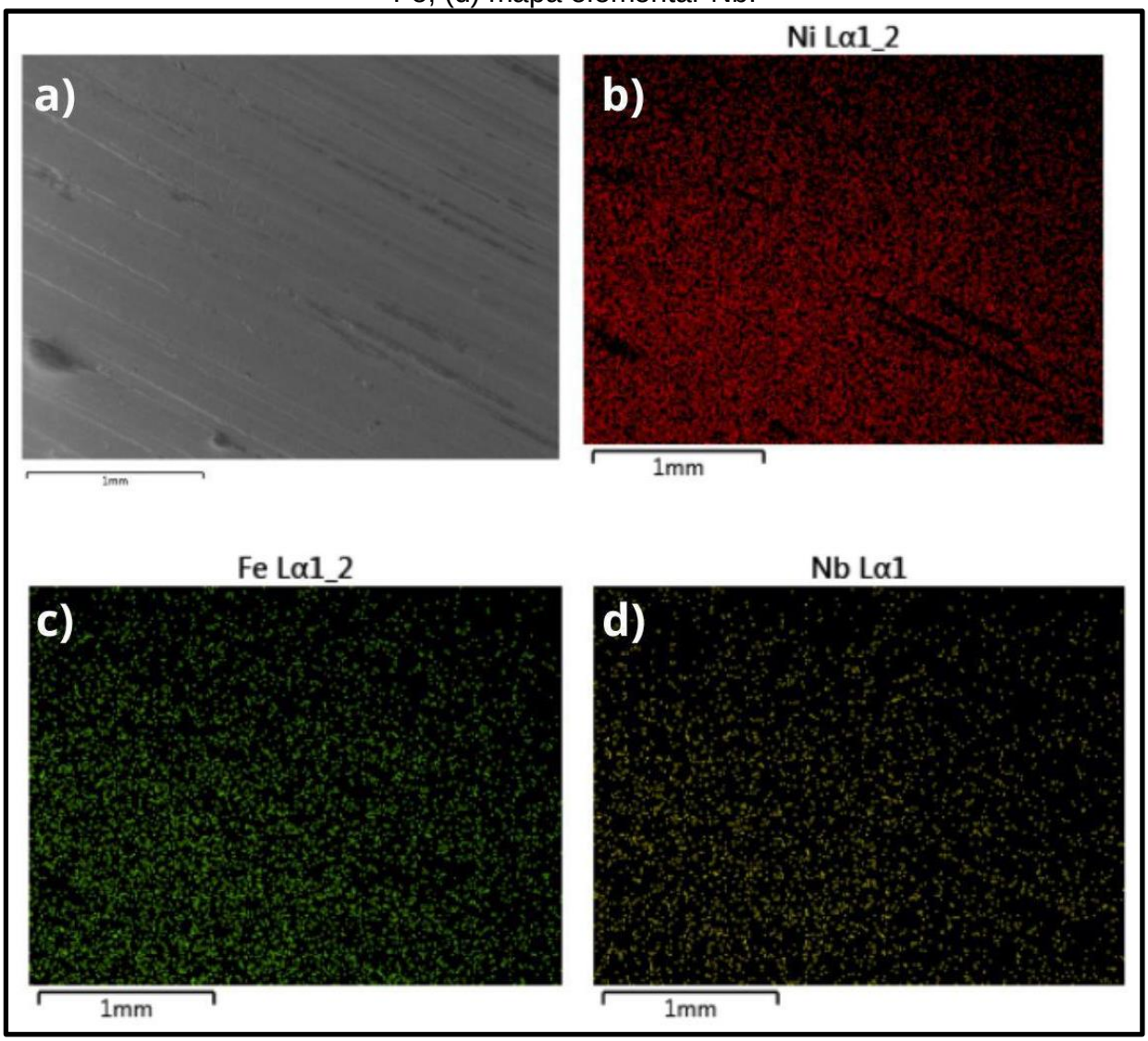
Os mapas obtidos por EDX confirmam a presença e a distribuição dos elementos constituintes na área analisada, o que evidencia a homogeneidade da composição da amostra. O mapa referente ao Ni, representado na cor vermelha, demonstra que o Ni está uniformemente distribuído em toda a superfície observada, confirmando ser o principal componente da liga e a matriz metálica do material. O mapa de Fe, em verde, revela uma distribuição igualmente dispersa, porém com menor intensidade, o que indica que o ferro está presente em menor proporção e incorporado à matriz de Ni. Por sua vez, o mapa de Mo, em vermelho escuro, mostra que o Mo se encontra amplamente distribuído na superfície,

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

evidenciando sua contribuição significativa para as propriedades mecânicas e de resistência à corrosão da liga.

Adicionalmente, a Figura 9 apresenta a micrografia obtida por MEV da superfície da liga Inconel 718, juntamente com os mapas elementares de Ni, Fe e Nb obtidos por EDX.

Figura 9 — Micrografia obtida via MEV e mapas elementares obtida via EDX do Inconel 718. (a) micrografia obtida por MEV; (b) mapa elementar Ni; (c) mapa elementar Fe; (d) mapa elementar Nb.



Fonte: autor, 2025.

A micrografia obtida por MEV, apresentada no canto superior esquerdo, permite observar a morfologia superficial da amostra de Inconel 718. A superfície da liga apresenta marcas provenientes do processo de polimento, típicas de preparação metalográfica. A imagem revela uma microestrutura uniforme, característica de uma superliga bem consolidada, sugerindo boa integridade superficial e ausência de defeitos relevantes na

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

região analisada. Os mapas de EDX obtidos para os principais elementos da liga permitem avaliar a distribuição espacial dos constituintes químicos na superfície analisada. O mapa de Ni, representado em vermelho, demonstra uma distribuição homogênea em toda a área observada, confirmando que o Ni constitui a matriz metálica principal da liga. O mapa de Fe, em verde, também apresenta uma dispersão uniforme e intensa, indicando que o ferro está presente em quantidade significativa e integrado à matriz de Ni. O mapa de Nb, em amarelo, mostra uma distribuição ampla e homogênea do elemento, o que é consistente com sua função na liga, contribuindo para o aumento da resistência mecânica e estabilidade em altas temperaturas.

A análise conjunta das micrografias obtidas por MEV e dos mapas de EDX confirma a composição e a homogeneidade das ligas Inconel 625 e Inconel 718. O Inconel 625 apresentou uma distribuição de Ni e Mo, além de Cr (disponível no apêndice A) componente essencial de sua formulação. Essa uniformidade composicional evidencia a boa integridade microestrutural e a natureza monofásica típica dessa superliga, reconhecida por sua elevada resistência à corrosão e à oxidação. Por sua vez, a Inconel 718 mostrou-se composta predominantemente por Ni, Fe, Nióbio (Nb) e Cr, apresentando uma microestrutura igualmente uniforme e estável. A presença do Nb, bem distribuído em toda a superfície, reforça a capacidade da liga de manter elevada resistência mecânica e estabilidade térmica em condições extremas. Na Tabela 1 é possível observar as composições disponilizada pela empresa Metalinox com as composições via MEV/EDX.

Tabela 1 - Composição das ligas Inconel 625 e Inconel 718.

Liga (UNS)	Composição empresa (%)	Composição EDX (%)
Inconel 625 (N06625)	$Ni_{60}Cr_{18}Fe_{13}Mo_9\,Nb_3$	$Ni_{56}Cr_{21,4}Fe_{2,9}Mo_{10,5}$
Inconel 718 (N07718)	$Ni_{55}Cr_{20}Fe_{22}Nb_5Mo_3Al_{0,3}$	$Ni_{38}Cr_{16}Fe_{13,5}Mo_4Nb_4\ Al_{0,7}$

Fonte: adaptado de (Scarpari, 2025)

De modo geral, os resultados obtidos por MEV/EDX confirmam a identidade e a integridade das amostras, assegurando que ambas as ligas correspondem às suas composições nominais e estão adequadas para os ensaios eletroquímicos subsequentes.

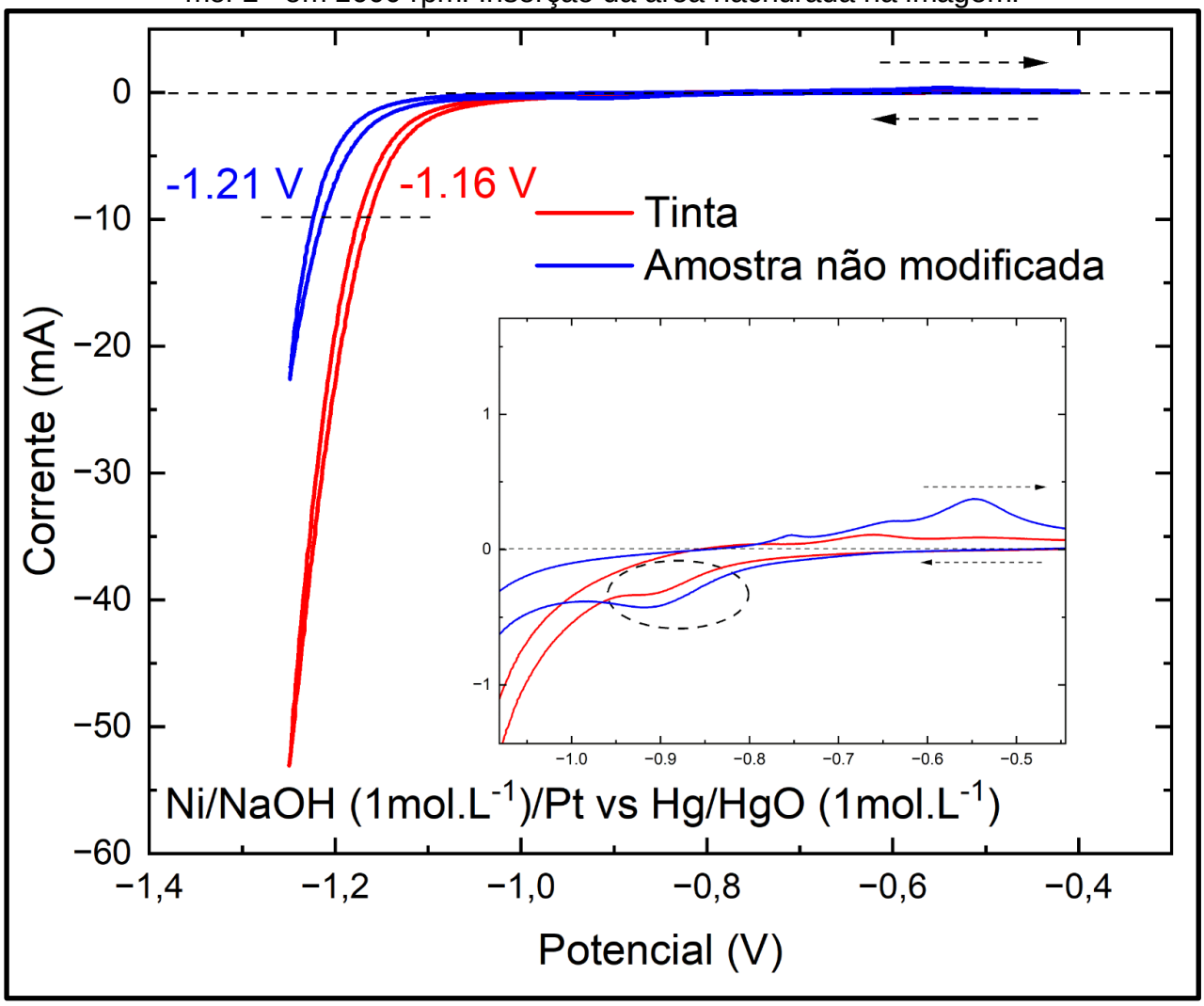
5.2 ANÁLISE DAS VOLTAMETRIAS CÍCLICAS

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

O objetivo deste estudo foi comparar o comportamento eletroquímico do eletrodo de Ni na ausência e presença do revestimento com a tinta, sob diferentes velocidades de rotação. Conforme detalhado na seção 4.6, os estudos foram conduzidos em múltiplas rotações. No entanto, uma vez que o comportamento se mostrou similar entre elas, a análise subsequente foi focada nos resultados obtidos a 1600 rpm por ser representativa do sistema. A avaliação concentrou-se tanto nos picos característicos associados ao Ni quanto na determinação do potencial de início (*onset potential*) da reação de interesse.

A Figura 10 apresenta os voltamogramas cíclicos obtidos para o Ni 201 na ausência e presença da tinta, em meio de NaOH 1 mol L^{-1}.

Figura 10 — Voltamograma cíclico para o Ni 201 na ausência e presença da tinta de Ni, a linha em azul é da liga na ausência da tinta, em vermelho representa a liga com o depósito de tinta ν= 10 mV s^{-1} em 1 mol L^{-1} de NaOH, utilizando o eletrodo de referência Hg/HgO 1 mol L^{-1} em 1600 rpm. Inserção da área hachurada na imagem.



Fonte: autor, 2025.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

Com base nos estudos por voltametria cíclica, Figura 10, observou-se que, durante o varrimento catódico, o primeiro pico de redução pode estar provavelmente associado à adsorção de íons hidrogênios na superfície do eletrodo, correspondendo à etapa de Volmer, em potenciais mais negativos (Franceschini; Lacconi; Corti, 2015). Este pico de redução apresentou-se como uma variável independente da tinta, onde o potencial onde este ocorre se mantém igual independente da melhora restante da reação. O segundo pico de redução, caracterizado por um aumento acentuado de corrente, que marca o início da RDH, em torno de −1,1 V para o eletrodo de Ni 201 e ligeiramente menos negativo para o eletrodo (Ni 201) na presença da tinta de Ni, indicando uma melhora na atividade catalítica na presença da tinta. Tal processo resulta da redução dos íons OH^- provenientes da dissociação da água na superfície do eletrodo (Franceschini; Lacconi; Corti, 2015).

Na Figura 10, também é possível observar uma clara melhora no potencial de início da RDH no eletrodo que utiliza a tinta de Ni, o que pode evidenciar uma melhora no início da reação de desprendimento, e uma comparação em 10 mA (potencial onde os metais alcançam a marca de 10 mA) reforça a melhor atividade catalítica do material ao longo da reação, onde o Ni 201 na presença da tinta alcançou 10 mA com um potencial de -1,16 V e o Ni na ausência de tinta com -1,21 V, um aumento de aproximadamente 4,1%.

A observação de que a tinta de Ni (curva vermelha) apresenta maiores densidades de corrente em comparação ao Ni 201 na ausência da tinta (curva azul) evidencia uma atividade eletrocatalítica superior para a RDH, em consonância com os princípios fundamentais da eletrocatálise e amplamente descrita na literatura (Herraiz-Cordona et al., 2011; Grdeń; Jerkiewicz, 2019).

Esse desempenho aprimorado pode ser atribuído principalmente à maior rugosidade superficial e a consequente aumento da área eletroativa da tinta sintetizada. Diversos estudos relatam que eletrodos de Ni com morfologia rugosa ou porosa exibem maior atividade catalítica para a RDH devido ao aumento da área superficial ativa (Herraiz-Cordona et al., 2011). Além disso, a morfologia da tinta favorece a adsorção de espécies intermediárias e a formação de hidrogênio molecular, etapas cruciais do mecanismo da reação (Grdeń; Jerkiewicz, 2019; Dantas, 2023; Crnkovic, 1995).

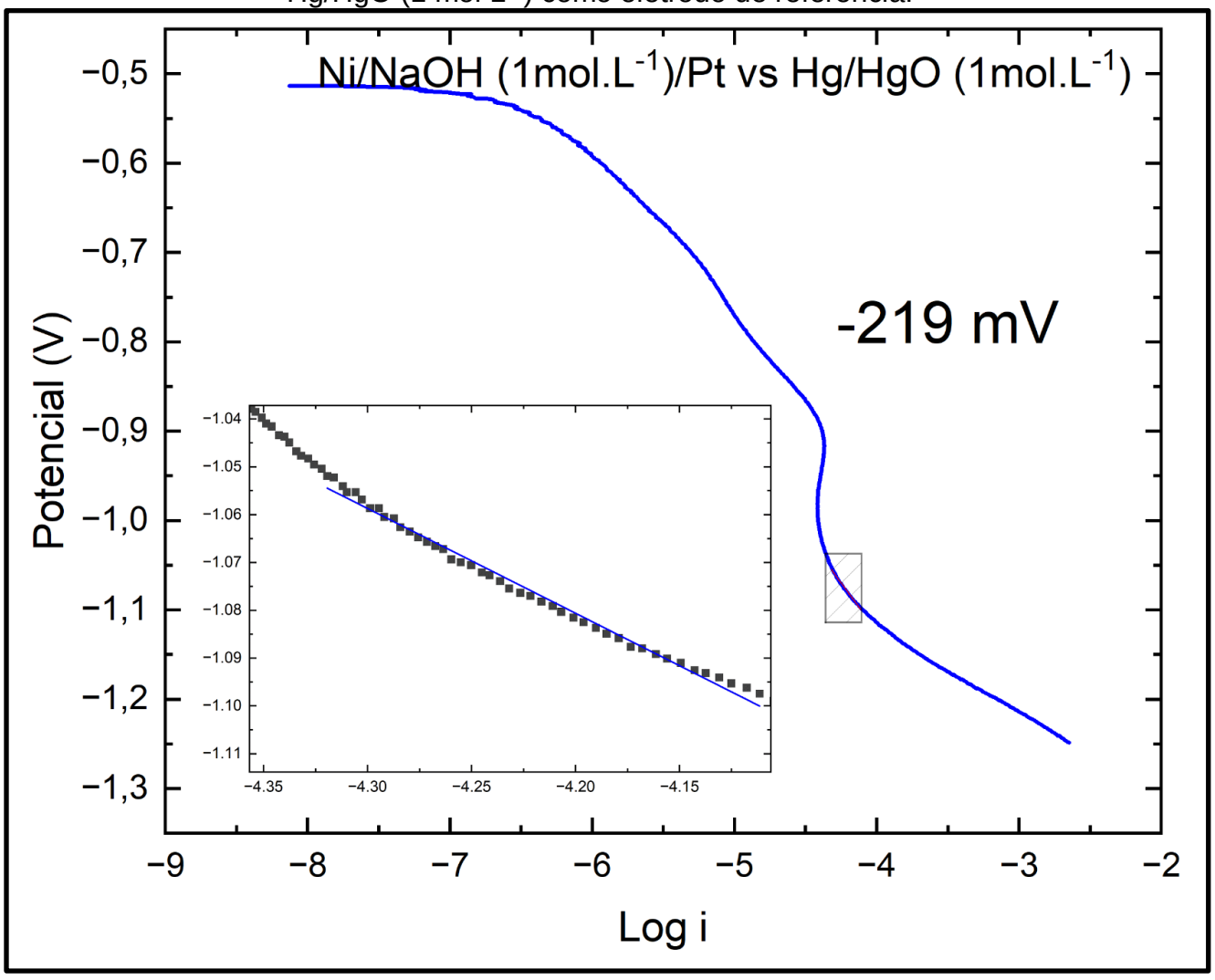
De modo geral, a maior densidade de corrente observada no eletrodo na presença da tinta de Ni é resultado de um efeito sinérgico entre a morfologia e o aumento da área

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

superficial, que juntos potencializam as etapas cinéticas da RDH. Assim, a tinta de Ni sintetizada demonstra um desempenho eletrocatalítico superior ao Ni metálico tanto na etapa de oxidação superficial quanto na RDH, em concordância com estudos que destacam a eficiência de materiais de Ni modificados ou nanoporosos em meios alcalinos (Angéles-Olvera et al., 2022; Zhu et al., 2018).

A seguir, são apresentados os gráficos de Tafel para o eletrodo de Ni 201 na ausência da tinta de Ni (Figura 11) e na presença da tinta de Ni (Figura 12).

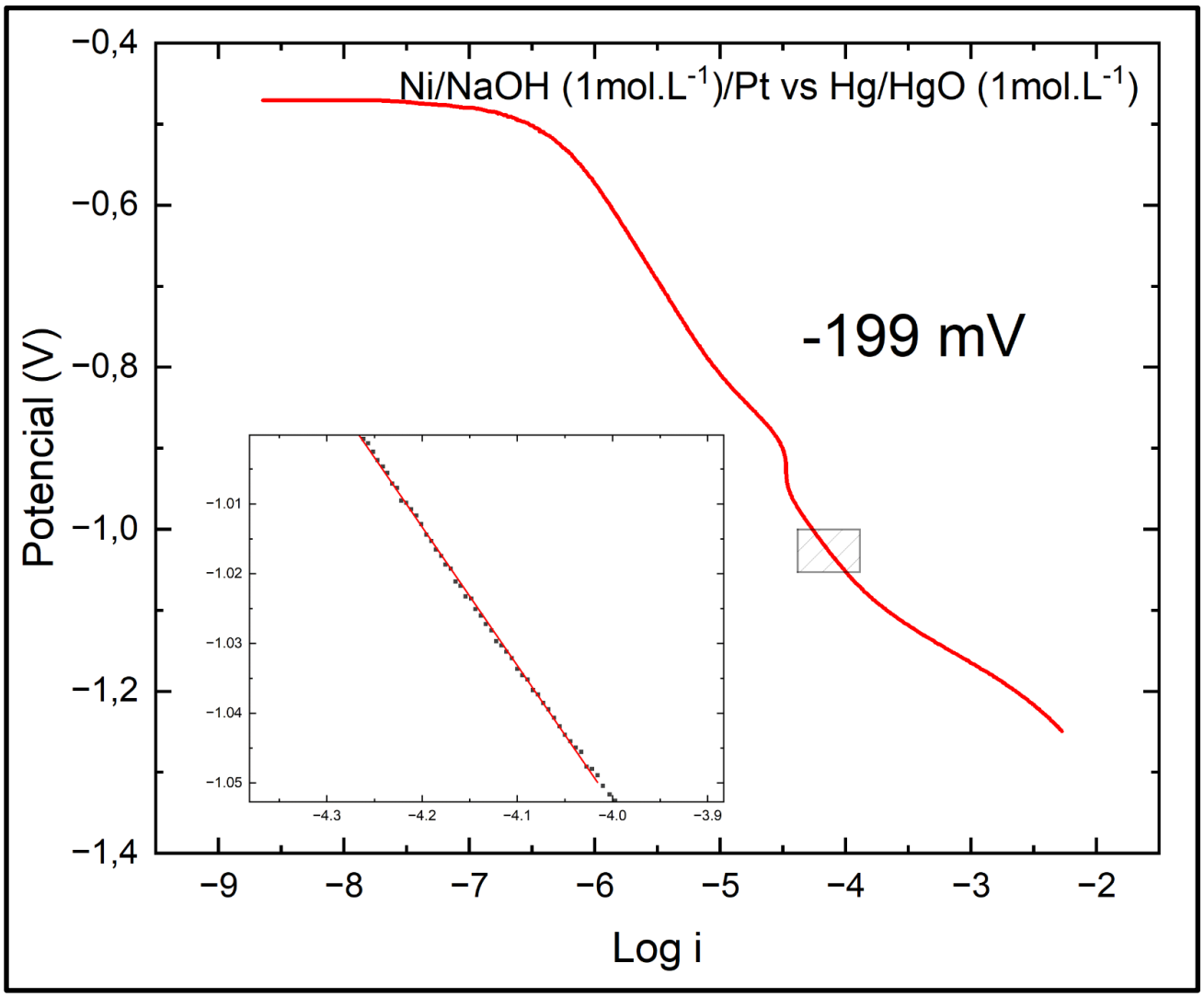
Figura 11 — Gráfico de Tafel para o eletrodo da Ni 201 na ausência da tinta de Ni, em solução de NaOH 1 mol L^{-1}, utilizando um eletrodo de platina como contra-eletrodo e Hg/HgO (1 mol L^{-1}) como eletrodo de referência.



Fonte: autor, 2025.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

Figura 12 — Gráfico de Tafel para o eletrodo da Ni 201 na presença da tinta de Ni, em solução de NaOH 1 mol L^{-1}, utilizando um eletrodo de platina como contra-eletrodo e Hg/HgO (1 mol L^{-1}) como eletrodo de referência.



Fonte: autor, 2025.

A análise detalhada dos gráficos de Tafel, concentrada na região do potencial de início da reação, onde log i representa a densidade de corrente, revelou uma melhoria significativa no desempenho eletrocatalítico do eletrodo modificado. Essa melhoria é evidenciada pela diminuição da inclinação de Tafel, também denominada coeficiente de Tafel (b), um parâmetro fundamental na análise da cinética eletroquímica (Bard; Faulkner, 2001).

O valor da inclinação de Tafel reduziu de −219 mV dec^{-1}, na ausência da tinta de níquel, para −199 mV dec^{-1} após a modificação superficial. Conforme a literatura, menores valores de Tafel estão diretamente associados a cinéticas reacionais mais rápidas, menor resistência à transferência de carga na interface eletrodo/eletrólito e maior atividade catalítica, sendo amplamente utilizados como indicadores de desempenho eletrocatalítico

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

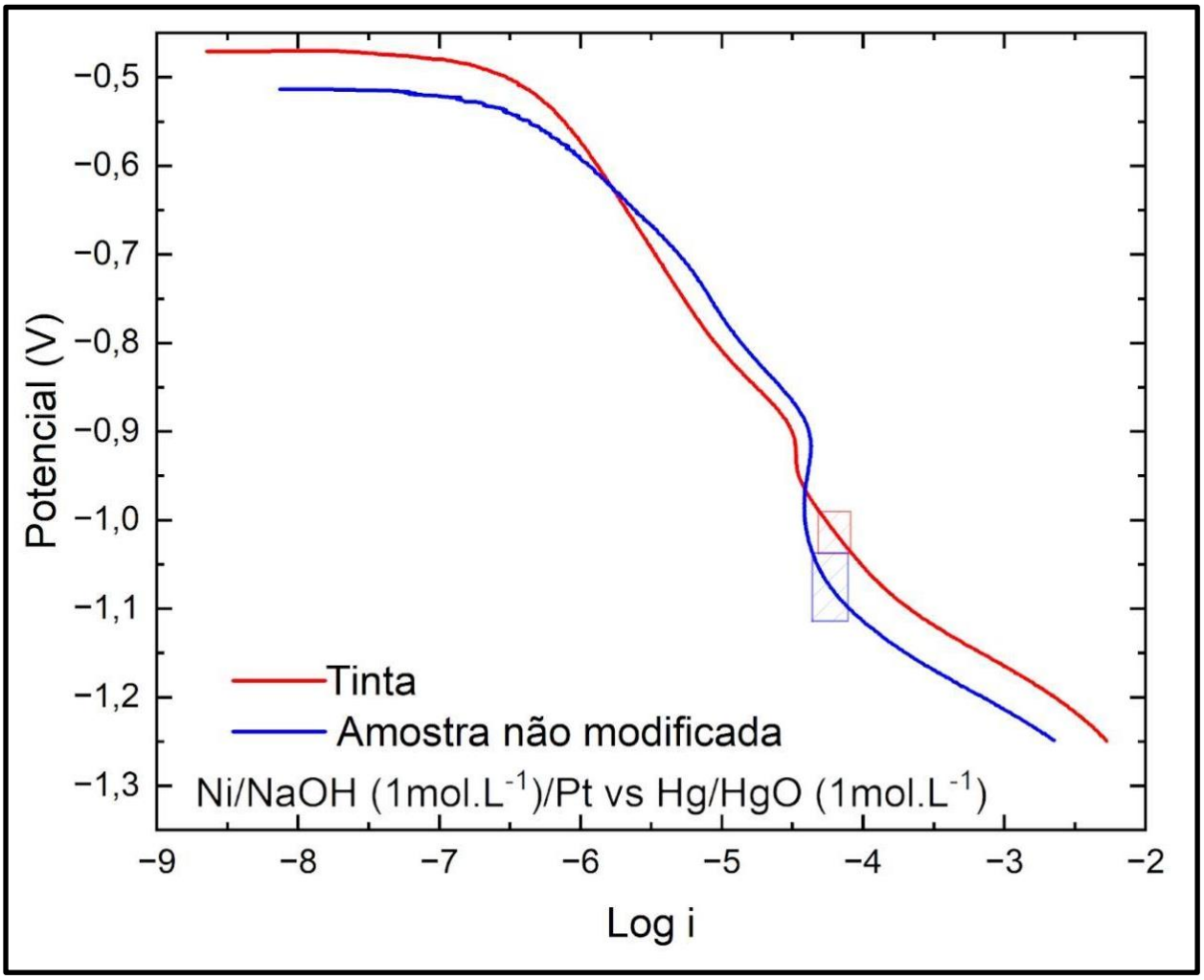
superior (Durović; Hnat; Bouzek, 2021). Estudos recentes também demonstram que um coeficiente de Tafel reduzido reflete uma menor energia de ativação aparente para a reação eletroquímica, resultando em maiores taxas reacionais (Durović; Hnat; Bouzek, 2021).

A redução observada de aproximadamente 20 $mV \cdot dec^{-1}$ sugere que a etapa determinante da velocidade da reação eletroquímica foi favorecida pela modificação da superfície com a tinta de níquel. O desempenho superior é resultado de um duplo efeito: além de promover a expansão da área superficial eletroativa, a presença do depósito à base de níquel contribui para a otimização da atividade catalítica intrínseca do material, aumentando o número e a eficiência dos sítios ativos disponíveis para a reação (Wei et al., 2019).

Adicionalmente, o coeficiente de Tafel fornece informações relevantes sobre o mecanismo da reação eletroquímica. Diferentes valores de inclinação estão associados a distintas etapas determinantes de velocidade, como os processos de descarga (Volmer), eletrodessorção (Heyrovsky) ou recombinação (Tafel). Assim, a diminuição do coeficiente observada indica que a modificação superficial influenciou favoravelmente a dinâmica do processo reacional, facilitando a etapa cineticamente limitante e resultando no desempenho superior do eletrodo modificado (Bard; Faulkner, 2001; Durović; Hnat; Bouzek, 2021).

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

Figura 13 — Gráfico de Tafel sobreposto para o eletrodo da liga Ni 201 na ausência e na presença da tinta de Ni, em solução de NaOH 1 mol L^{-1}, utilizando um eletrodo de platina como contra-eletrodo e Hg/HgO (1 mol L^{-1}) como eletrodo de referência.

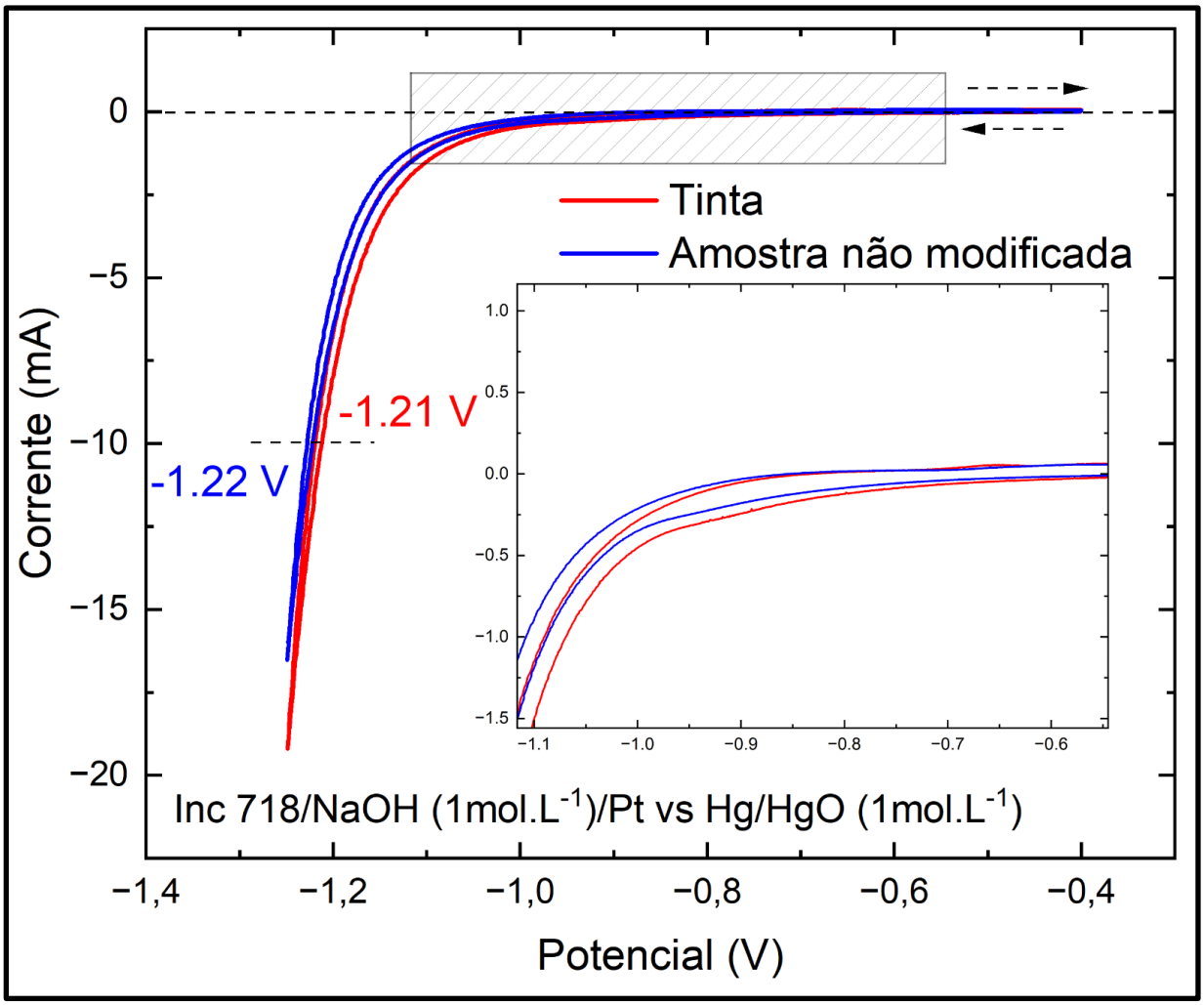


Fonte: autor, 2025.

A Figura 14 apresenta os VC para o eletrodo da liga Iconel 718 na ausência da tinta de Ni e na presença da tinta de Ni.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

Figura 14 —Voltamograma cíclico para o Inconel 718 na ausência e presença da tinta de Ni, a linha em azul é da liga sem a presença da tinta, em vermelho representa a liga com o depósito de tinta, ambos em ν=10 mV s^{-1} em 1 mol L^{-1} de NaOH, utilizando o eletrodo de referência Hg/HgO 1 mol L^{-1} em 1600 rpm. Inserção da área hachurada na imagem.



Fonte: autor, 2025.

Os estudos do voltamograma obtido para a liga Inconel 718 demonstra que a amostra na presença da tinta apresenta desempenho eletrocatalítico superior em comparação à amostra na ausência da tinta. Em potenciais mais negativos, por volta de −1,2 V, observa-se que as curvas correspondentes ao Inconel 718 na presença da tinta (em vermelho) atingem correntes de aproximadamente −18 a −20 mA, enquanto as curvas da amostra na ausência da tinta (em azul) alcançam valores entre −15 e −17 mA. Essa diferença indica uma cinética de reação mais acelerada para a amostra tinta. Além disto, e possível observar que na inserção hachurada da Figura 14, aparenta-se ter o mesmo comportamento do metal de Ni, onde o potencial de adsorção de água se mantém semelhante mesmo com a adição da tinta, o que reforça que esta é independente da cinética reacional.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

Adicionalmente, verifica-se que na presença da tinta de Ni, requer um menor sobrepotencial para atingir uma corrente de referência de -10 mA, ocorrendo a cerca de -1,21 V, em contraste com -1,22 V para a amostra na ausência da tinta. Essa redução do sobrepotencial, que representa uma melhoria de aproximadamente 0,82%, mesmo sendo consideravelmente baixa, a verdadeira evidência de uma maior eficiência energética na produção de hidrogênio é observada pela redução de potencial de início da reação uma característica desejável em eletrocatalisadores empregados na RDH. Entretanto, esta melhoria é modesta quando comparada à liga de Ni 201, onde a adição da tinta resultou em uma melhora significativa de aproximadamente 4,1% tanto no potencial de início da reação quanto na análise de 10 mA.

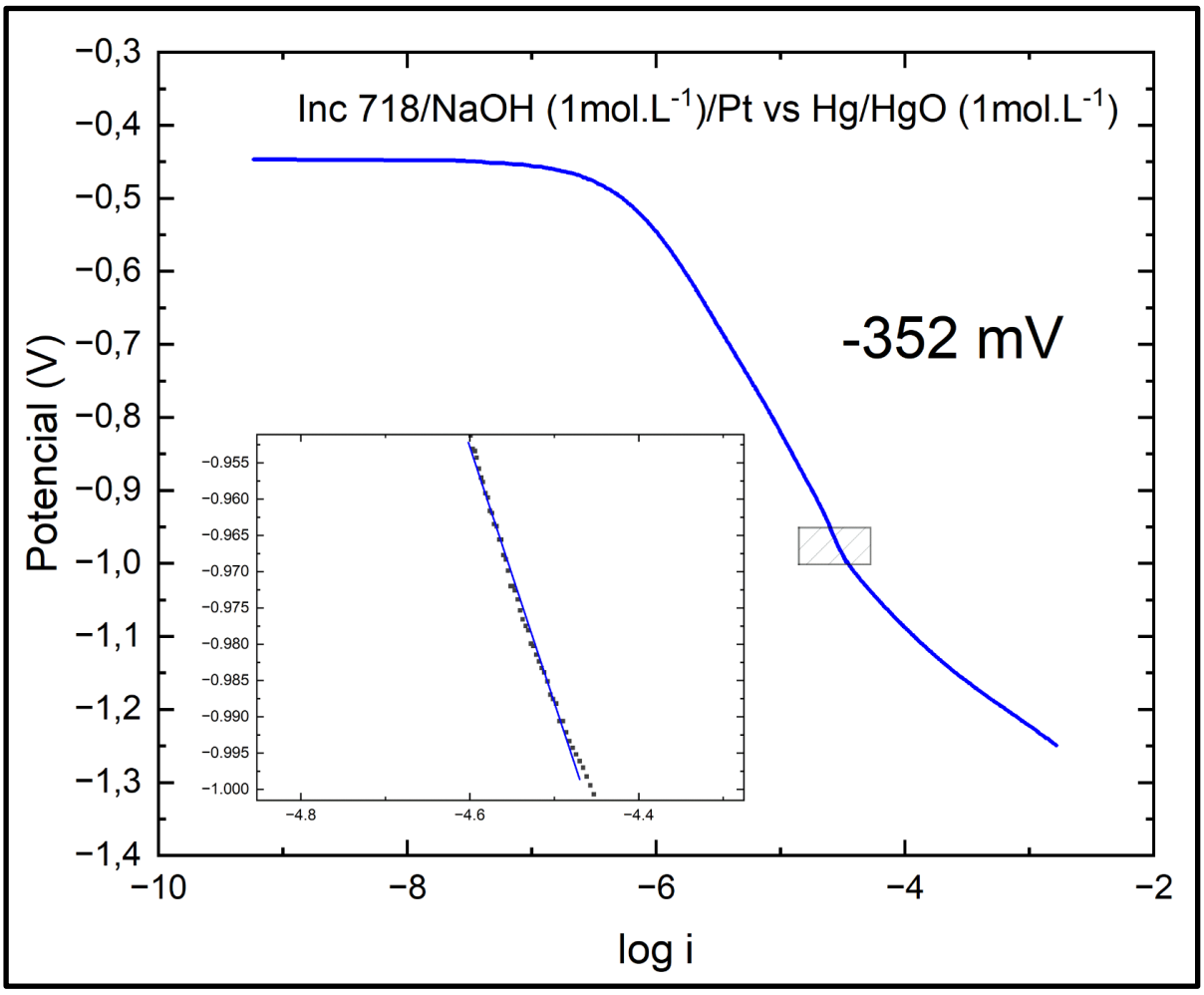
A superioridade observada está intrinsecamente relacionada à morfologia da amostra tinta, a qual confere ao eletrodo uma rugosidade superficial mais pronunciada e, consequentemente, uma área eletroativa ampliada em comparação à superfície mais lisa da liga metálica convencional. Essa relação entre rugosidade e atividade catalítica é amplamente reconhecida na literatura, que associa superfícies rugosas ou porosas de Ni e suas ligas a um aumento significativo da atividade eletrocatalítica para a RDH (Herraiz-Cordona et al., 2011; Grdeń; Jerkiewicz, 2019).

O aumento da área eletroativa disponibiliza um número maior de sítios ativos para adsorção de espécies intermediárias (H_{ads}), etapa determinante da cinética global da RDH (Dantas, 2023; Angéles-Olvera et al., 2022). Dessa forma, o comportamento observado no VC confirma que a modificação morfológica promovida pela tinta otimiza as etapas superficiais do processo, o que resulta em uma maior densidade de corrente e menor sobrepotencial, evidenciando a eficácia da Inconel 718-tinta como material cataliticamente mais ativo para a produção de hidrogênio em meio alcalino.

As análises de Tafel para a liga Inconel 718, na presença e ausência da tinta, estão representados nas Figuras 15 e 16.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

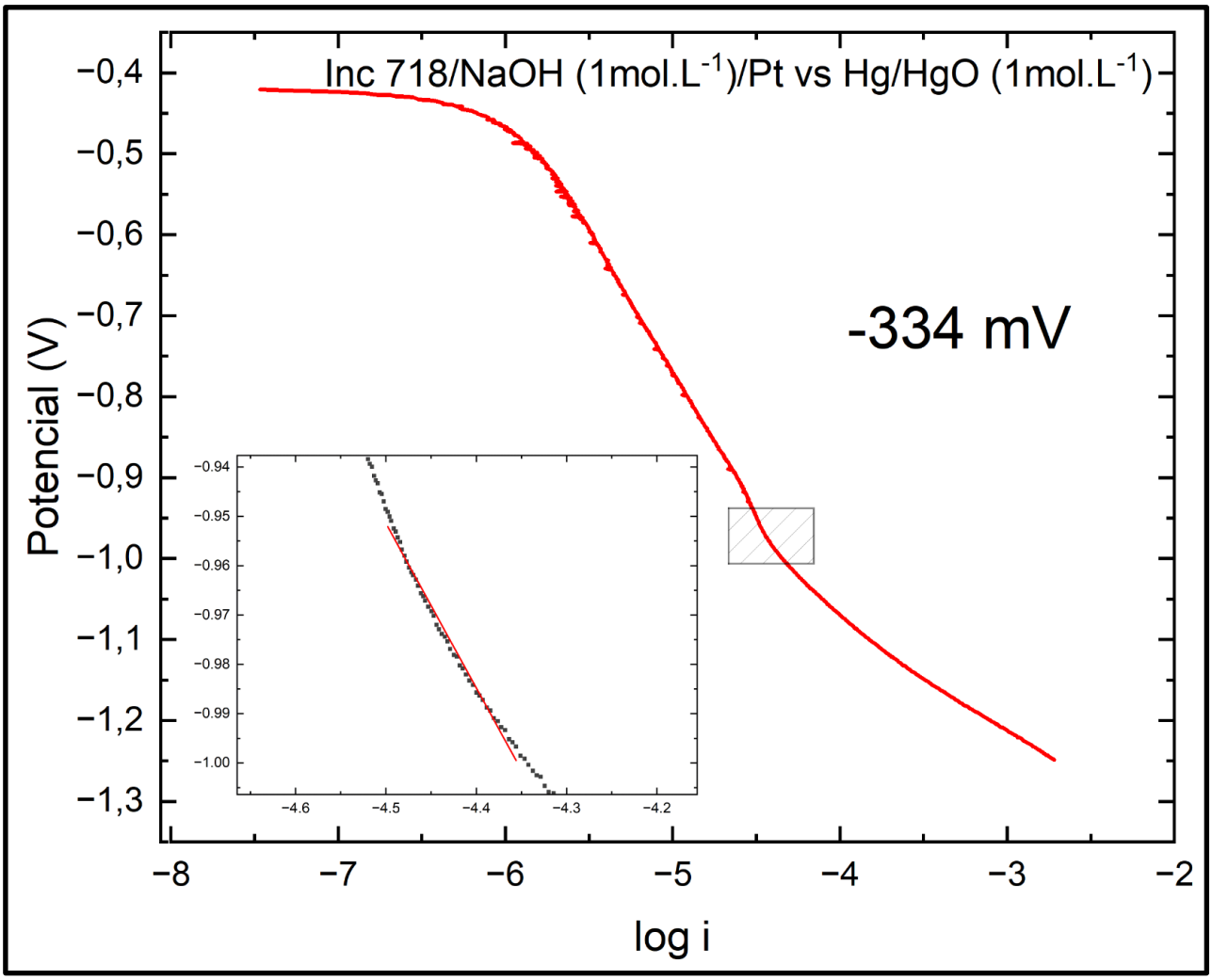
Figura 15 — Gráfico de Tafel para o eletrodo de Inconel 718 na ausência da tinta de Ni, em solução de NaOH 1 mol L^{-1}, utilizando um eletrodo de platina como contra-eletrodo e Hg/HgO (1 mol L^{-1}) como eletrodo de referência.



Fonte: autor, 2025.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

Figura 16 — Gráfico de Tafel para o eletrodo de Inconel 718 na presença e ausência da tinta de Ni, em solução de NaOH 1 mol L^{-1}, utilizando um eletrodo de platina como contra-eletrodo e Hg/HgO (1 mol L^{-1}) como eletrodo de referência.

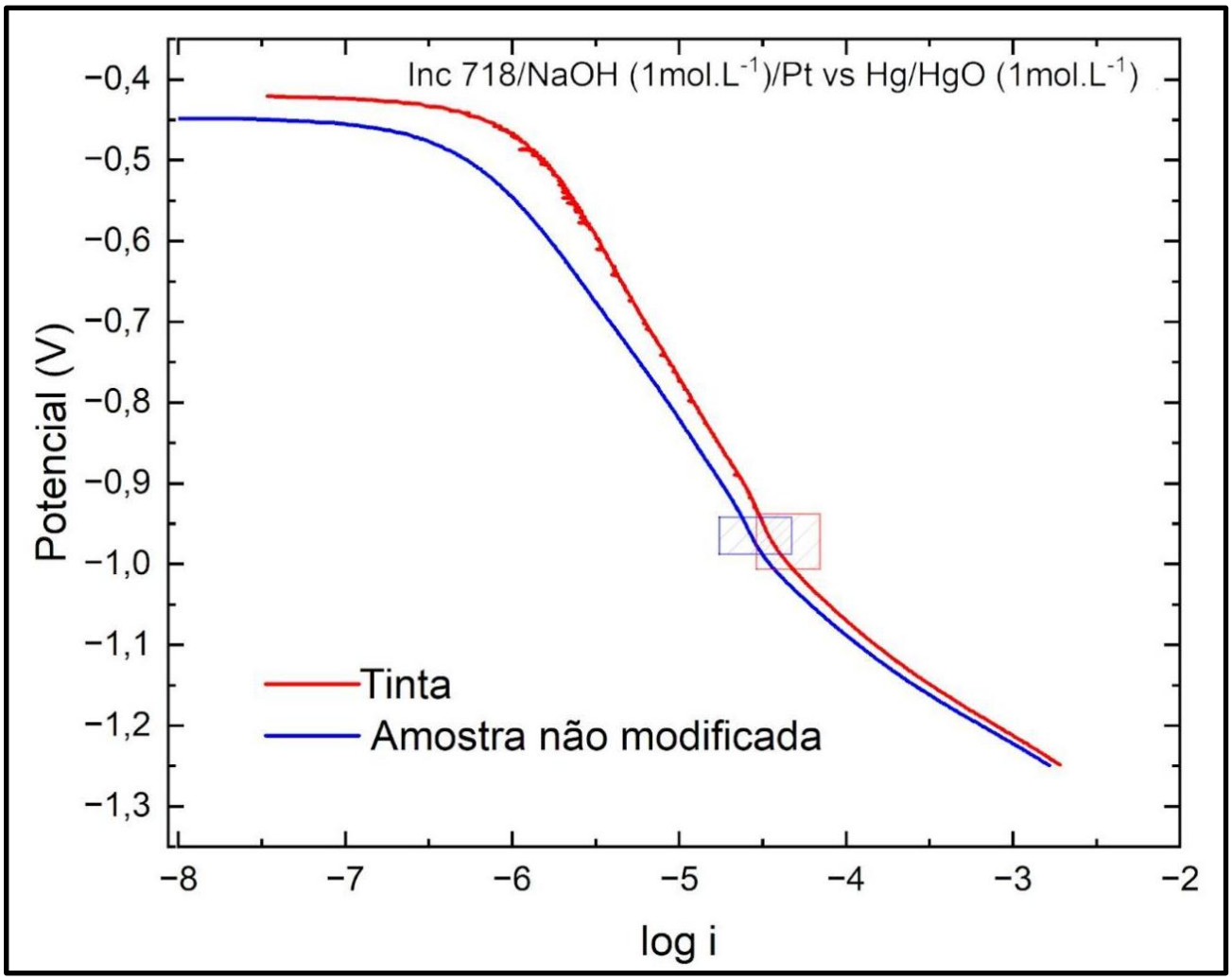


Fonte: autor, 2025.

Após a análise do Tafel da região do potencial de início da reação, foi possível constatar a melhora do catalisador pela diminuição da inclinação de -352 mV dec^{-1} para -334 mV dec^{-1}. Um valor de Tafel menor, como o observado, aponta para uma barreira de energia mais baixa para a reação ocorrer. Este fato corrobora a hipótese de que o tratamento com a tinta foi bem-sucedido, otimizando a atividade catalítica fundamental do Ni e, ao mesmo tempo, aumentando sua área de superfície reativa, conforme discutido por Ďurovič, Hnát e Bouzek (2021).

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

Figura 17 — Gráfico de Tafel sobreposto para o eletrodo de Inconel 718 na ausência e na presença da tinta de Ni, em solução de NaOH 1 mol L^{-1}, utilizando um eletrodo de platina como contra-eletrodo e Hg/HgO (1 mol L^{-1}) como eletrodo de referência.

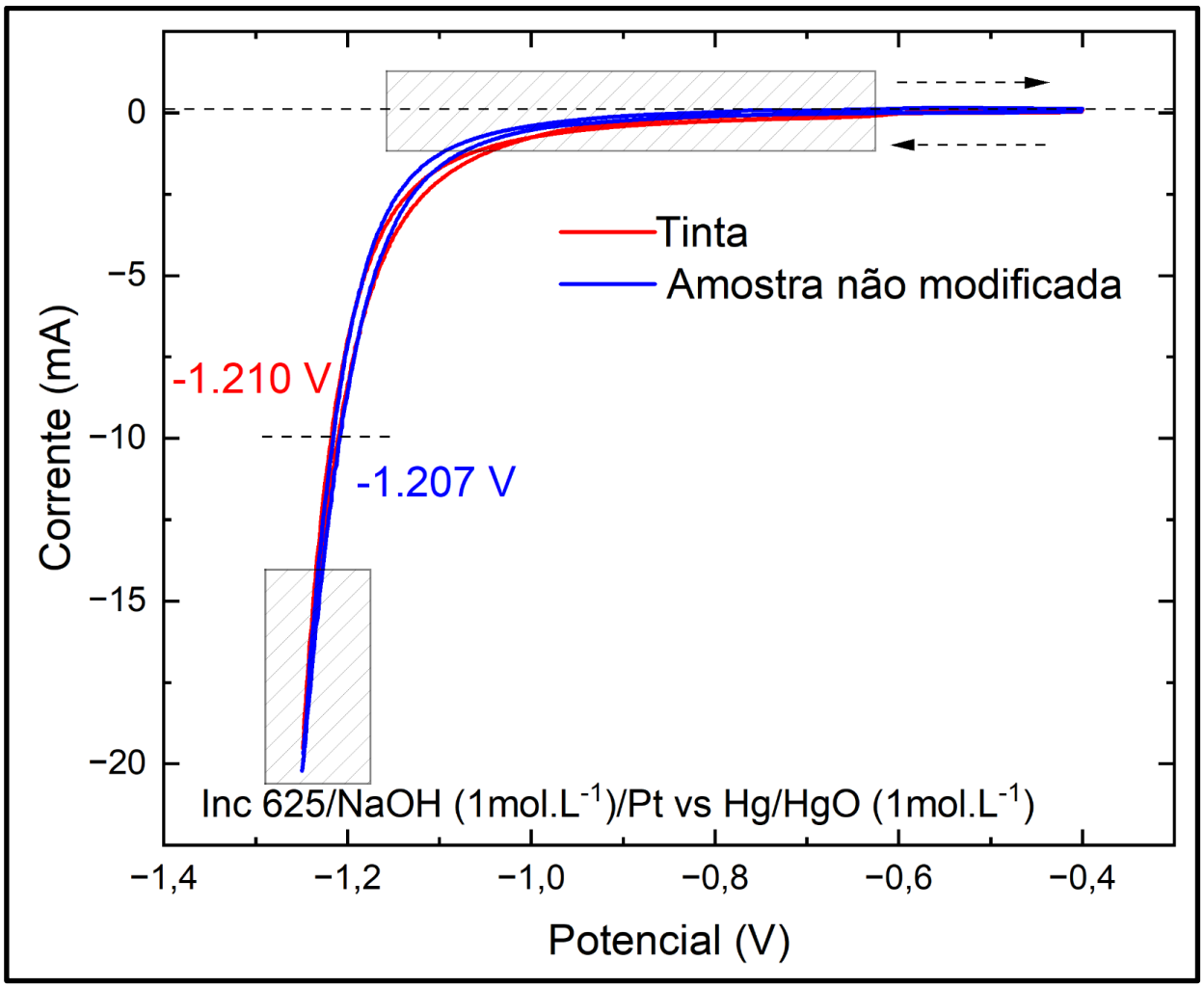


Fonte: autor, 2025.

Na Figura 18 é possível visualizar o VC analisado da liga 625, assim como o zoom das partes hachurada na Figura 19.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

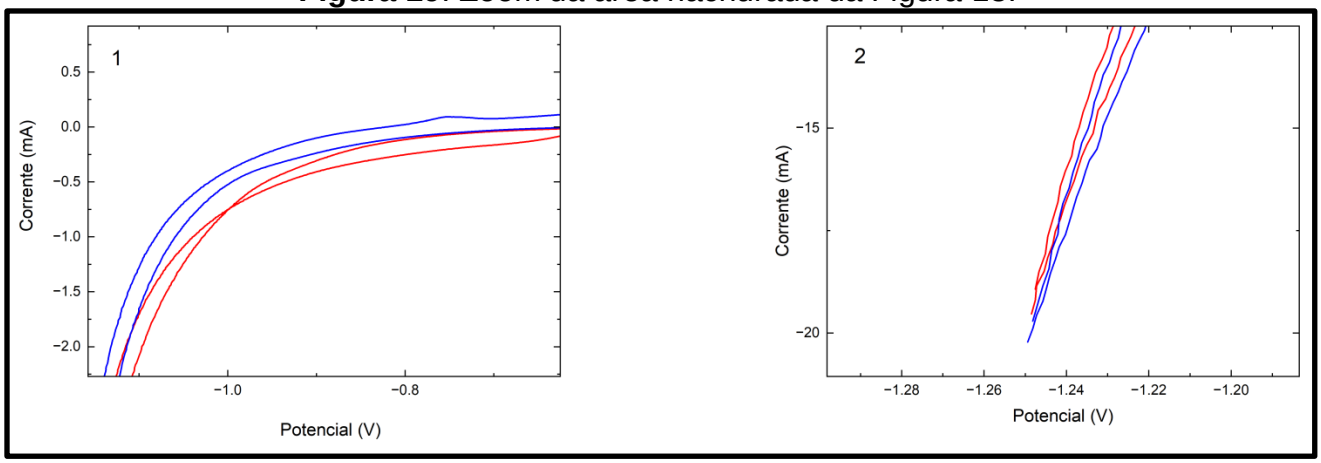
Figura 18 — Voltamograma cíclico para o Inconel 625 na ausência e presença da tinta de Ni, a linha em azul é da liga sem a presença da tinta, em vermelho representa a liga com o depósito de tinta, ambos em $\nu = 10$ mV s^{-1} em 1 mol L^{-1} de NaOH, utilizando o eletrodo de referência Hg/HgO 1 mol L^{-1} em 1600 rpm. Inserção da área hachurada na imagem. Áreas hachuradas representada na Figura 19.



Fonte: autor, 2025.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

Figura 19: Zoom da área hachurada da Figura 18.

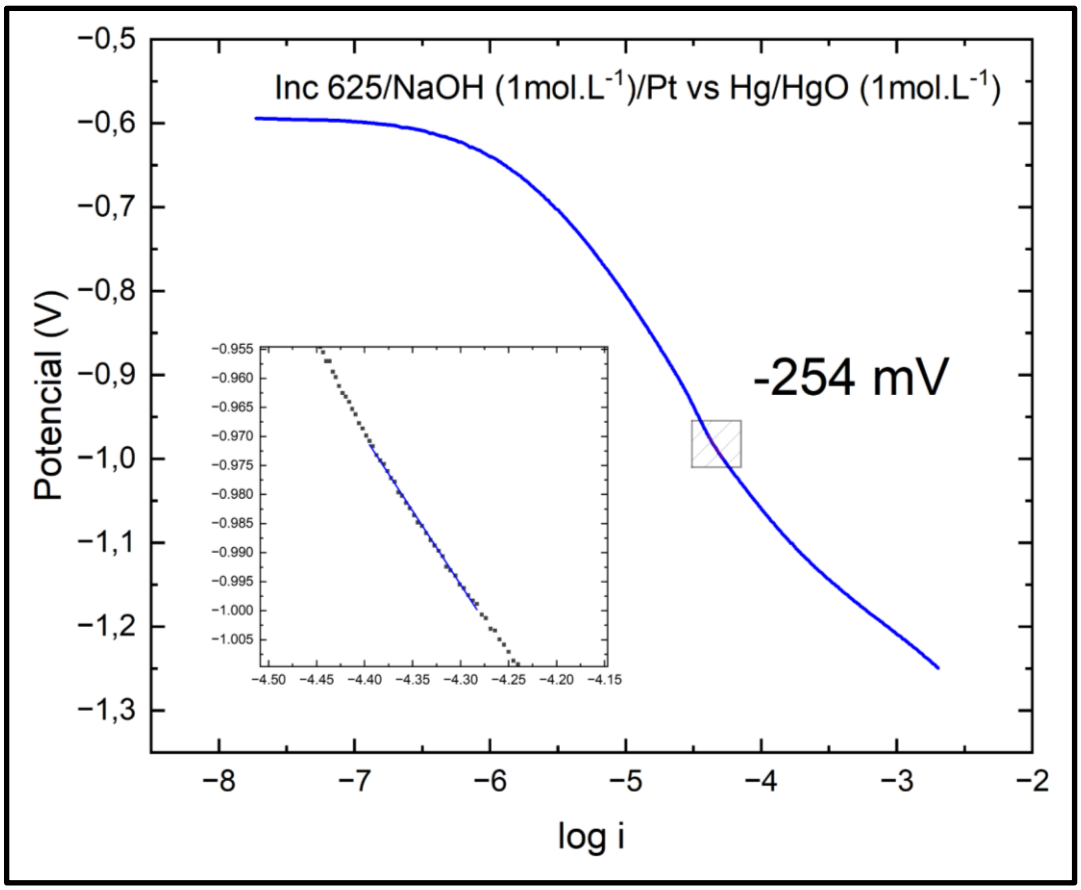


Fonte: autor, 2025.

A análise do VC da liga Inconel 625 revela que, assim como observado para a Inconel 718, a amostra com a tinta apresenta desempenho eletrocatalítico ligeiramente superior na RDH. Observado pela melhora do potencial de início e reforçado pelo Tafel observado nas Figuras 20 e 21. Onde o Tafel com a presença da tinta apresentou valores de -252 mV dec^{-1} e sem tinta -254 mV dec^{-1}, evidenciando uma melhora na cinética de início da reação. Contudo, a diferença entre as curvas da presença e da ausência da tinta é menos acentuada, o que indica que a modificação superficial exerce um efeito mais discreto sobre a atividade catalítica desta liga. Onde na análise de 10 mA é possível observar que a tinta teve uma leve piora (cerca de aproximadamente 0,2%) na atividade catalítica que se estende até o final da reação, onde a tinta apresenta um pico de corrente levemente menor que o pico de corrente na ausência tinta.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

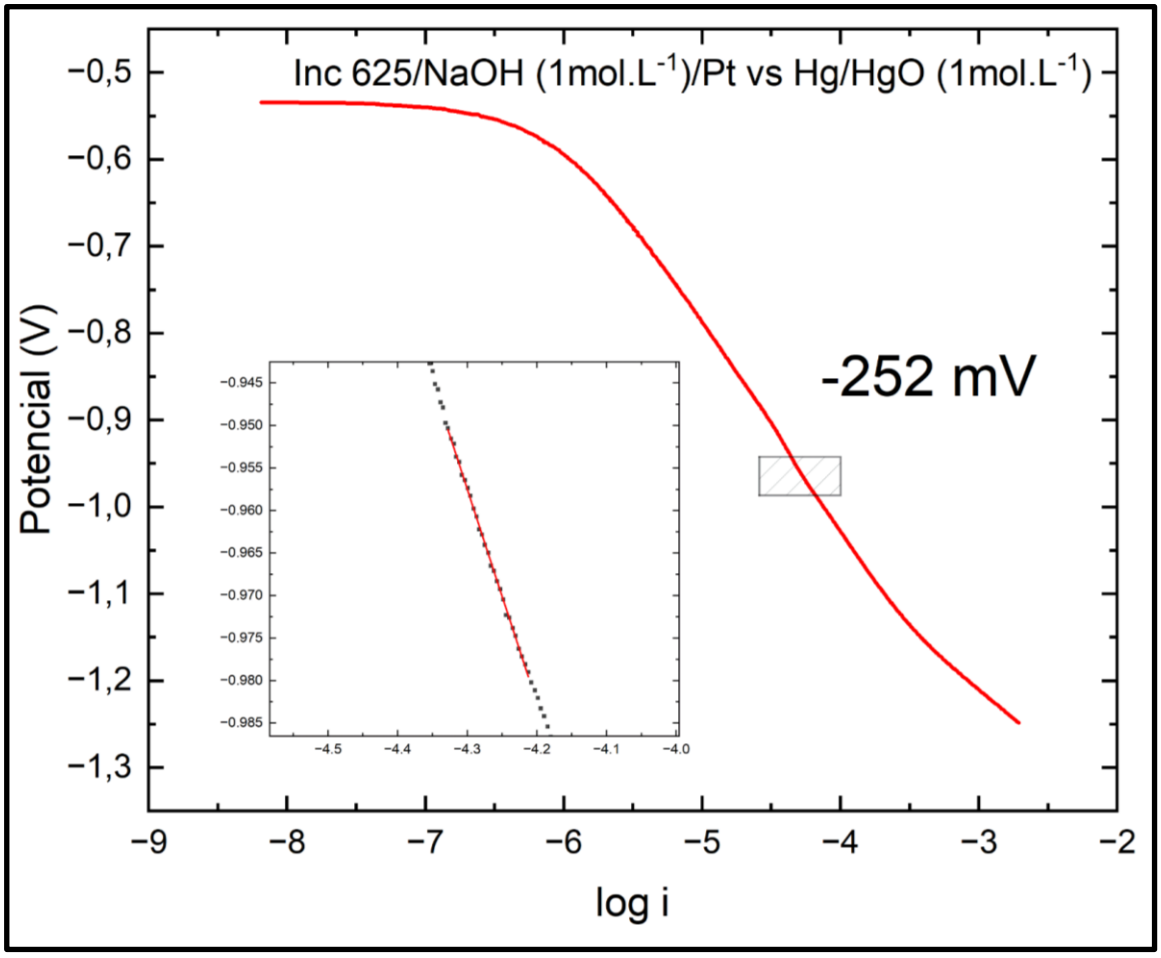
Figura 20 — Gráfico de Tafel para o eletrodo de Inconel 625 na ausência da tinta de Ni, em solução de NaOH 1 mol L^{-1}, utilizando um eletrodo de platina como contra-eletrodo e Hg/HgO (1 mol L^{-1}) como eletrodo de referência.



Fonte: autor, 2025.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

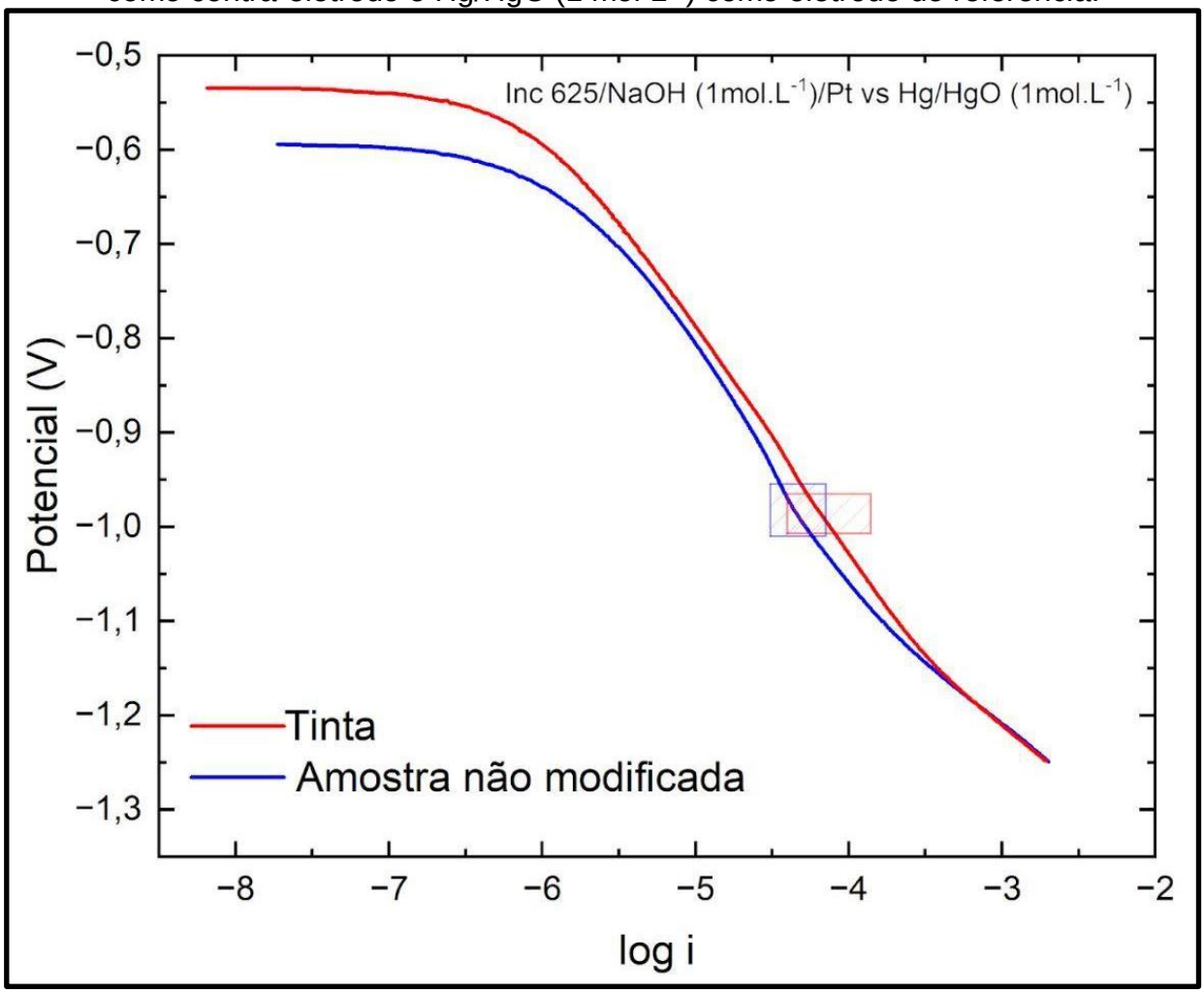
Figura 21 — Gráfico de Tafel para o eletrodo de Inconel 625 na presença da tinta de Ni, em solução de NaOH 1 mol L^{-1}, utilizando um eletrodo de platina como contra-eletrodo e Hg/HgO (1 mol L^{-1}) como eletrodo de referência.



Fonte: autor, 2025.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

Figura 22 — Gráfico de Tafel sobreposto para o eletrodo de Inconel 625 na ausência e na presença da tinta de Ni, em solução de NaOH 1 mol L^{-1}, utilizando um eletrodo de platina como contra-eletrodo e Hg/HgO (1 mol L^{-1}) como eletrodo de referência.



Fonte: autor, 2025.

A melhora da amostra com a tinta no potencial de início da reação é coerente com o princípio de que a morfologia e a área eletroativa são determinantes no desempenho eletrocatalítico. Superfícies com maior área e rugosidade favorecem o aumento de sítios ativos e, consequentemente, aceleram as etapas de adsorção e dessorção de espécies intermediárias (H_{ads}), fundamentais para a RDH (Acharya et al., 2018; Huo et al., 2022; Zhang; Guo; Wang, 2024). A técnica de deposição da tinta contribui para esse efeito, ampliando a área superficial efetiva e melhorando o aproveitamento dos sítios catalíticos disponíveis.

Entretanto, a menor diferença de desempenho observada entre as amostras de Inconel 625 pode estar associada à composição química da liga. O elevado teor de Mo

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

presente no Inconel 625 confere características intrinsecamente favoráveis à RDH, uma vez que a incorporação de Mo ao Ni é conhecida por promover a adsorção e ativação de hidrogênio, acelerando o processo catalítico (Wang et al., 2021). Assim, a presença de Mo pode elevar a atividade intrínseca da liga metálica, reduzindo o impacto da modificação morfológica promovida pela tinta. Ainda dentro disto, a piora do efeito catalítico pode se relacionar a uma mudança do mecanismo reacional ocorrida devido à adição da tinta.

Em resumo, o VC demonstra que a deposição da tinta eleva a atividade eletrocatalítica no potencial de início. Contudo, na Inconel 625, esse ganho é menos significativo e observa-se uma ligeira deterioração da atividade catalítica ao longo da reação. Tal comportamento pode ser atribuído à composição intrinsecamente mais ativa da Inconel 625, que já favorece a cinética da RDH.

A análise comparativa dos VC's obtidos para as três ligas evidencia uma clara tendência de melhora na atividade eletrocatalítica, principalmente devido à melhora do potencial de início de todas as ligas, com a aplicação da tinta em todas as amostras. Em todos os casos, houve uma redução do sobrepotencial necessário para o início da RDH e uma melhora cinética evidenciada pelo Tafel, confirmando a eficácia da modificação morfológica promovida pela deposição da tinta de Ni.

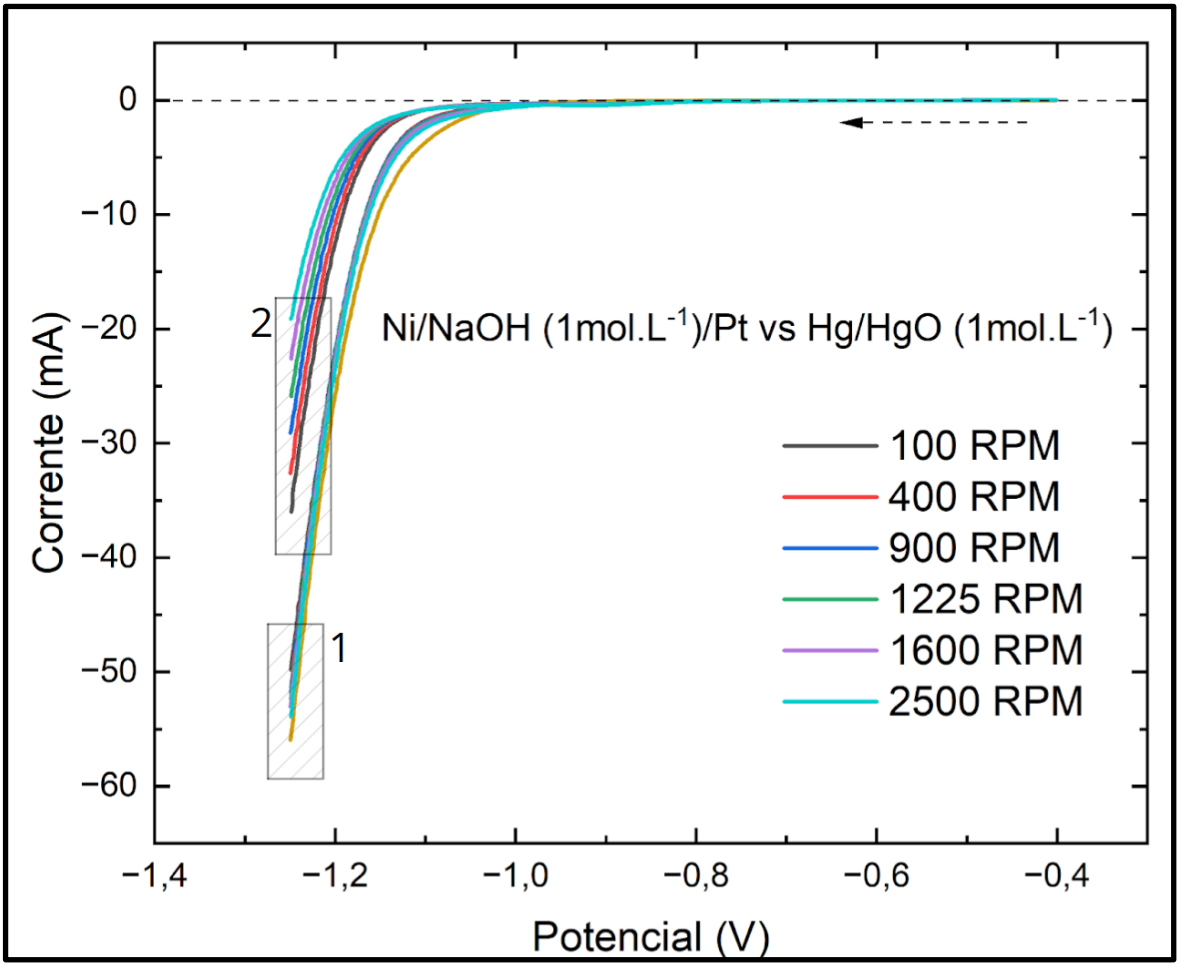
O comportamento observado para o Ni 201 destaca o impacto direto da rugosidade superficial e da ampliação da área eletroativa sobre a atividade catalítica, estabelecendo a base conceitual para a interpretação das demais ligas. No caso da Inconel 625, o ganho de desempenho, embora presente, mostrou-se menos expressivo, resultado que pode ser atribuído à presença de Mo, elemento conhecido por aumentar a atividade intrínseca da liga em processos de desprendimento de hidrogênio, reduzindo assim o efeito relativo da modificação superficial. Já a Inconel 718 apresentou a maior diferença entre as amostras na presença e na ausência da tinta de Ni, o que demonstra que a deposição da tinta foi particularmente eficaz em potencializar a atividade catalítica desta liga, possivelmente em razão da sua microestrutura e composição equilibrada entre Ni, Cr e Nb.

5. 3 VOLTAMETRIA DE VARREDURA LINEAR (VVL)

A VVL da liga Ni 201 (Figura 23) compara o desempenho da amostra pura com a amostra modificada com a tinta de Ni em diferentes rotações, já a Figura 24 compara as partes hachuradas na Figura 23.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

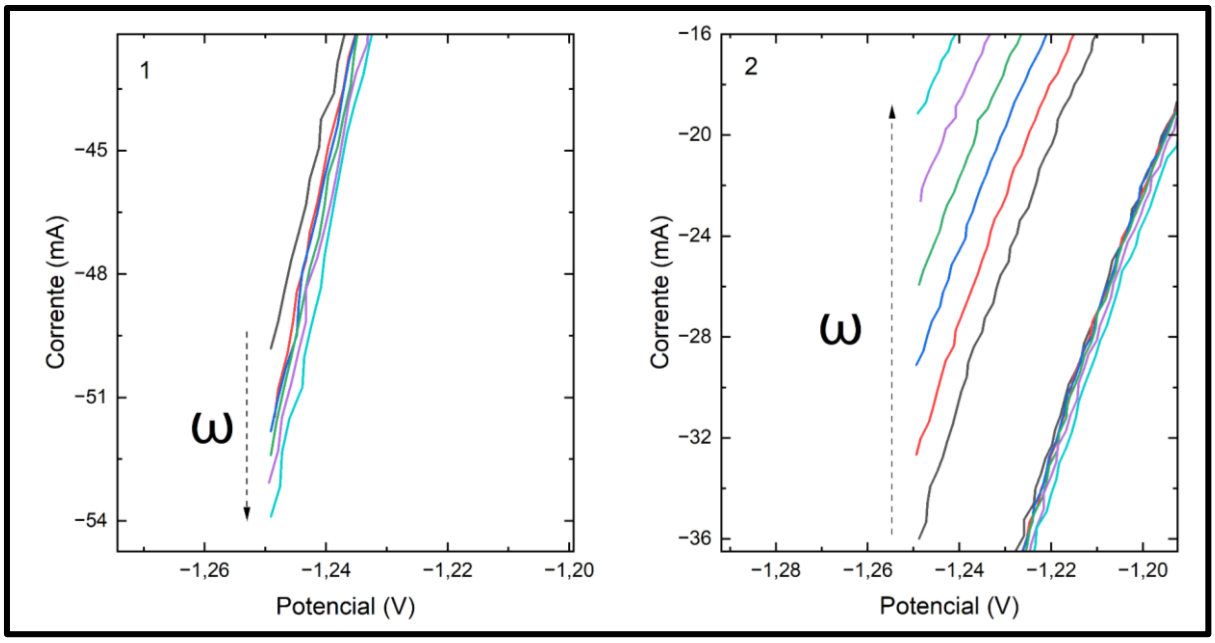
Figura 23 — Voltamograma linear obtida para Ni 201 na presença e ausência da tinta de Ni, em diferentes rotações, ambos em velocidade de varredura de ν= 10mV s-1 em 1 mol L-1 de NaOH, utilizando o eletrodo de referência Hg/HgO (1 mol L^{-1}). Inserção área hachurada na Figura 24: Zoom pico de corrente 1: presença de tinta; 2: ausência da tinta de Ni.



Fonte: autor, 2025.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

Figura 24 — Zoom das áreas hachuradas da Figura 23; 1: Presença de tinta; 2: ausência da tinta de Ni.



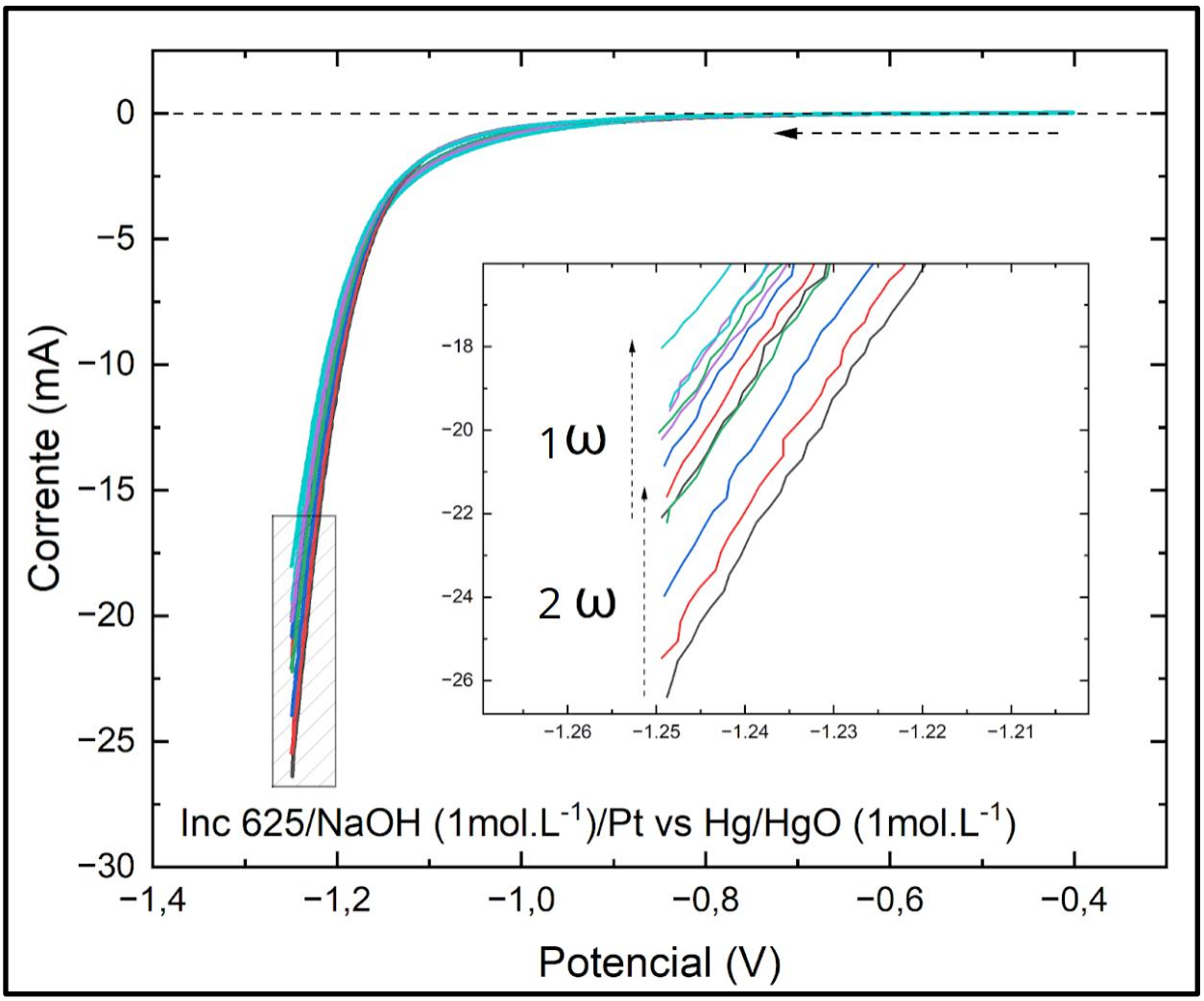
Fonte: autor, 2025.

O voltamograma linear do Ni 201 demonstra que a aplicação da tinta de Ni não somente otimiza a atividade catalítica, mas também sugere uma mudança no mecanismo reacional da RDH. A amostra na ausência da tinta exibe um comportamento de corrente em função da rotação que pode desviar-se do modelo ideal de disco rotatório em certas regiões. Em contraste, a amostra na presença da tinta apresenta um comportamento de diferença de corrente frente à rotação que se adequa de forma mais precisa à teoria de disco rotatório (Bard; Faulkner; White, 2022). Além disso, como observado na Figura 24 (1), a diferença entre as correntes máximas em cada rotação é mais pronunciada na amostra com tinta. Este alinhamento com o modelo teórico, juntamente com o aumento da área superficial, pode indicar que a morfologia da tinta de Ni favorece um caminho reacional mais eficiente e menos complexo, otimizando possivelmente a etapa de dessorção do hidrogênio adsorvido e minimizando as limitações cinéticas superficiais, justificando o grande deslocamento de potencial observado.

Os voltamogramas de Inconel 625 e Inconel 718 disponíveis nas Figuras 25, 26 e 27 apresentam a análise das VVL frente as diferentes rotações.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

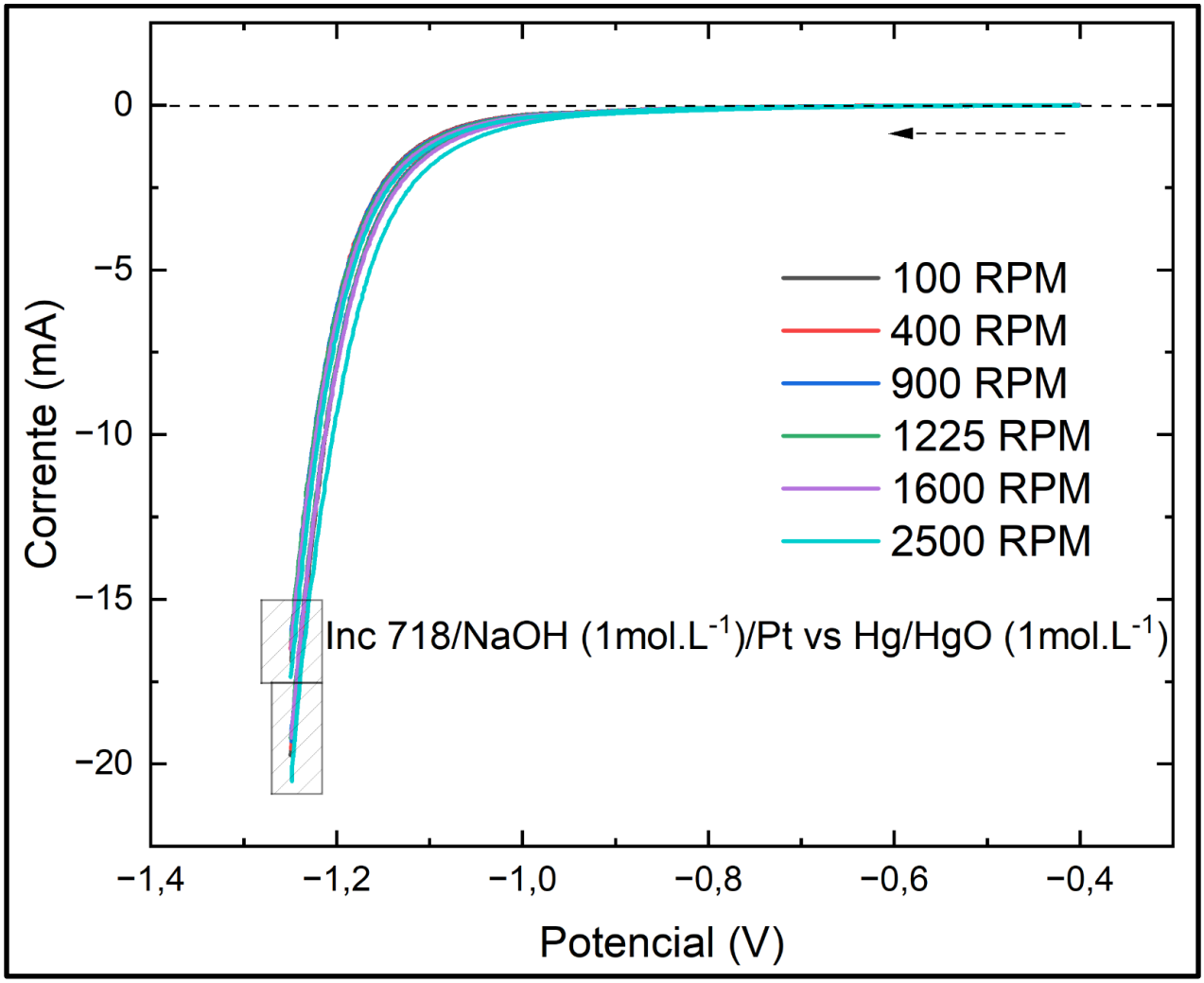
Figura 25 — Voltamograma linear obtida para a Inconel 625 na presença da tinta de Ni e na ausência da tinta de Ni, em diferentes rotações, ambos em velocidade de varredura de ν = 10mV s-1 em 1 mol L-1 de NaOH, utilizando o eletrodo de referência Hg/HgO (1 mol L^{-1}) Inserção da área hachurada. 1: presença da tinta; 2: ausência da tinta de Ni.



Fonte: autor, 2025.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

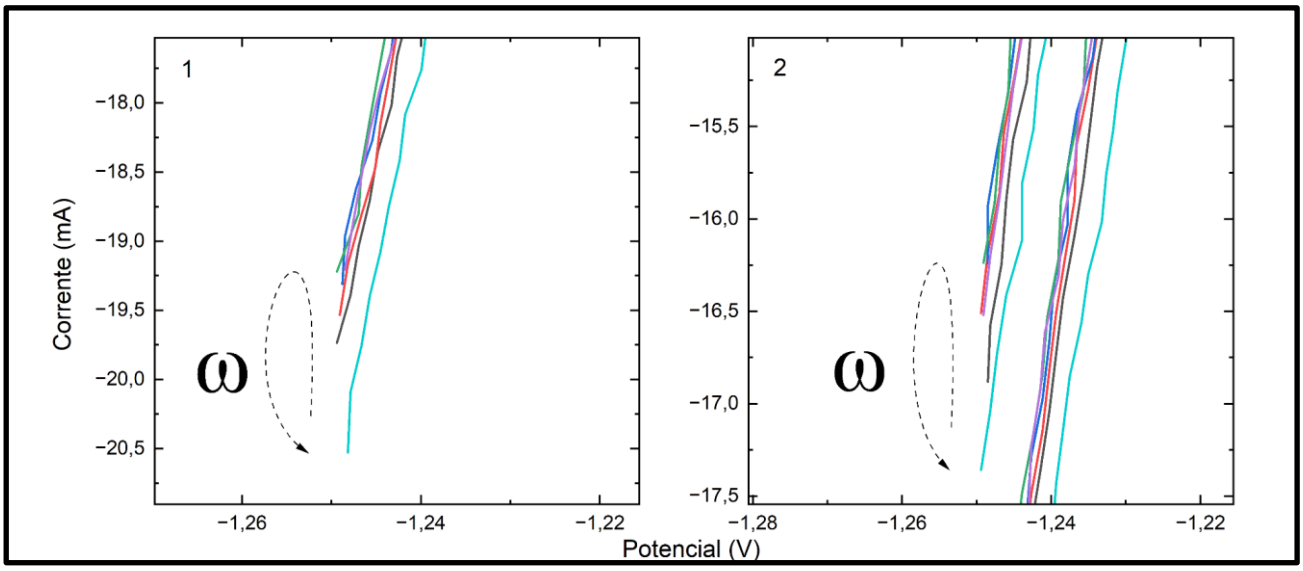
Figura 26 — Voltamograma linear obtida para o Inconel 718 na presença da tinta de Ni e na ausência da tinta de Ni, em diferentes rotações, ambos em velocidade de varredura de ν= 10mV s-1 em 1 mol L-1 de NaOH, utilizando o eletrodo de referência Hg/HgO (1 mol L^{-1}). Inserção área hachurada: Zoom pico de corrente 1: Presença de tinta; 2: ausência da tinta de Ni.



Fonte: autor, 2025.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

Figura 27 — Zoom das áreas hachuradas da Figura 26; 1: Presença de tinta; 2: ausência da tinta de Ni.



Fonte: autor, 2025.

Em contraste com o comportamento observado no Ni 201, as ligas Inconel 718 e Inconel 625 modificadas com tinta de Ni não apresentaram uma alteração significativa na dependência da corrente com a rotação no pico de corrente. Este resultado sugere que, apesar dos incrementos de atividade já discutidos (seção 5.2), a aplicação da tinta não alterou a rota reacional.

6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O presente estudo alcançou seu objetivo principal ao investigar o desempenho eletroquímico de ligas de níquel (Ni 201, Inconel 625 e Inconel 718) como eletrocatalisadores para a RDH em meio alcalino, com foco na otimização de sua atividade por meio de modificação superficial com uma tinta à base de nanopartículas de níquel. A caracterização morfológica e elementar por MEV/EDX confirmou tanto a composição das ligas quanto a presença uniforme da camada de níquel depositada, assegurando a qualidade da modificação proposta.

Os resultados eletroquímicos, obtidos por VC, VVL e análise das curvas de Tafel, demonstraram que a aplicação da tinta de níquel promoveu um aumento consistente na atividade catalítica para a RDH em todas as ligas avaliadas. Houve redução do

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

sobrepotencial de início da reação, o que evidencia uma melhoria da cinética e a maior facilidade de adsorção e recombinação do hidrogênio nas superfícies modificadas.

Entre os materiais estudados, a liga Ni 201 apresentou o maior ganho de desempenho após a modificação, enquanto a Inconel 625 exibiu uma melhora menos acentuada. Esse comportamento pode ser atribuído à própria composição da Inconel 625, que contém teores significativos de Mo, elemento conhecido por conferir maior atividade intrínseca para processos de hidrólise em meio alcalino, o que reduz o impacto relativo da modificação superficial. Ainda assim, a análise quantitativa das inclinações de Tafel confirmou que a deposição da tinta de níquel aprimora a eficiência catalítica de todas as ligas examinadas.

Assim, conclui-se que a deposição de uma tinta à base de nanopartículas de níquel representa uma estratégia eficaz e de baixo custo para melhorar o desempenho de eletrodos à base de níquel na produção de hidrogênio via eletrólise alcalina. O estudo evidencia a importância da caracterização superficial e da análise eletroquímica detalhada no desenvolvimento racional de eletrocatalisadores, o que contribui para o avanço de materiais mais eficientes e duráveis para tecnologias de hidrogênio.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

REFERÊNCIAS

ACHARYA, Prashant et al. **Role of surface area on the performance of iron nickel nanoparticles for the oxygen evolution reaction (OER)**. ECS transactions, v. 85, n. 11, p. 81–89, 2018.

ANANTHARAJ, S. et al. **The Pitfalls of Using Potentiodynamic Polarization Curves for Tafel Analysis in Electrocatalytic Water Splitting**. ACS Energy Letters, p. 1607–1611, 31 mar. 2021.

ANGELES-OLVERA, Zuraya et al. **Nickel-based electrocatalysts for water electrolysis**. Energies, v. 15, n. 5, p. 1609, 2022.

BARD, A. J.; FAULKNER, L. R. **Electrochemical Methods: Fundamentals and Applications**. 2. ed. New York: Wiley, 2001.

BARD, A. J.; FAULKNER, L. R.; WHITE, H. S. **Electrochemical Methods: Fundamentals and Applications**. 3. ed. Hoboken: Wiley, 2022.

BARSOUKOV, Evgenij; ROSS MACDONALD, J. (ORGS.). **Impedance spectroscopy: Theory, experiment, and applications**. Nashville, TN, USA: John Wiley & Sons, 2018.

CRNKOVIC, F. C. **Estudo da reação de desprendimento de hidrogênio sobre níquel, ferro e suas ligas**. 1995. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 1995. Disponível em: https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/75/75131/tde-10102025-155510/publico/FernandoCesarCrnkovicME.pdf. Acesso em: 10 out. 2025

CHI, Jun; YU, Hongmei. **Water electrolysis based on renewable energy for hydrogen production**. Cuihua Xuebao/Chinese Journal of Catalysis, v. 39, n. 3, p. 390–394, 2018.

CHEN, Cong et al. **Review of Ni-based materials for industrial alkaline hydrogen production**. ChemSusChem, v. 18, n. 3, p. e202401415, 2025.

CHEN, Yong-Song; YANG, Chih-Wei; LEE, Jiunn-Yih. **Implementation and evaluation for anode purging of a fuel cell based on nitrogen concentration**. Applied energy, v. 113, p. 1519–1524, 2014.

DANTAS, Valdessandro Farias. **Eletrodeposição de revestimentos de Fex-Nix-1 de alta área e avaliação de sua atividade eletrocatalítica para a reação de desprendimento de hidrogênio em meio alcalino**. 2023. 52 f. Dissertação (Mestrado em Química) - Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2023.

DE CHIALVO, María R. Gennero; CHIALVO, Abel C. **Hydrogen diffusion effects on the kinetics of the hydrogen electrode reaction**. Part I. Theoretical aspects. Physical chemistry chemical physics: PCCP, v. 6, n. 15, p. 4009–4017, 2004.

DING, Yanhong et al. **Morphology-engineered NiMo alloy on nickel foam for enhanced hydrogen evolution reaction performance**. Molecules (Basel, Switzerland), v. 30, n. 11, p. 2396, 2025.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

ĎUROVIČ, Martin; HNÁT, Jaromír; BOUZEK, Karel. **Electrocatalysts for the hydrogen evolution reaction in alkaline and neutral media**. A comparative review. Journal of power sources, v. 493, n. 229708, p. 229708, 2021.

ELSHAMY, Mohamed et al. **Influence of nickel hydroxide catalyst ink formulation on direct bar coating of anion exchange membranes**. RSC advances, v. 14, n. 52, p. 38996–39003, 2024.

ELGRISHI, Noémie et al. **A practical beginner's guide to cyclic voltammetry**. Journal of chemical education, v. 95, n. 2, p. 197–206, 2018.

FRANCESCHINI, Esteban A.; LACCONI, Gabriela I.; CORTI, Horacio R. **Kinetics of the hydrogen evolution on nickel in alkaline solution: new insight from rotating disk electrode and impedance spectroscopy analysis**. Electrochimica acta, v. 159, p. 210–218, 2015.

GRDEŃ, Michał; JERKIEWICZ, Gregory. **Influence of surface treatment on the kinetics of the hydrogen evolution reaction on bulk and porous nickel materials**. Electrocatalysis, v. 10, n. 2, p. 173–183, 2019.

GONG, M. et al. **Nanoscale nickel oxide/nickel heterostructures for active hydrogen evolution electrocatalysis**. Nature Communications, v. 5, n. 1, 22 ago. 2014.

GUILBERT, Damien; VITALE, Gianpaolo. **Hydrogen as a clean and sustainable energy vector for global transition from fossil-based to zero-carbon**. Clean technologies, v. 3, n. 4, p. 881–909, 2021.

HAMMER, B.; NØRSKOV, J. K. **Theoretical surface science and catalysis—calculations and concepts**. Advances in Catalysis, v. 45, p. 71-129, 2000.

HALL, D. H.; BOCK, C.; MACDOUGALL, B. **The Electrochemistry of Metallic Nickel: Oxides, Hydroxides, Hydrides and Alkaline Hydrogen Evolution**. Journal of The Electrochemical Society, v. 160, n. 3, p. F235–F243, 1 jan. 2013.

HERRAIZ-CARDONA, I. et al. **Assessment of the roughness factor effect and the intrinsic catalytic activity for hydrogen evolution reaction on Ni-based electrodeposits**. International journal of hydrogen energy, v. 36, n. 16, p. 9428–9438, 2011.

HUANG, Jun et al. **Graphical analysis of electrochemical impedance spectroscopy data in Bode and Nyquist representations**. Journal of power sources, v. 309, p. 82–98, 2016.

HUO, Liuxiang et al. **Applications of nickel- based electrocatalysts for hydrogen evolution reaction**. Advanced Energy and Sustainability Research, v. 3, n. 4, p. 2100189, 2022.

IPCC. Climate Change 2022: **Impacts, Adaptation and Vulnerability. Contribution of Working Group II to the Sixth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change**. PÖRTNER, H.-O. et al. (eds.). Cambridge: Cambridge University Press, 2022. 3056 p. <https://www.ipcc.ch/report/ar6/wg2/>. Acesso em: 5 jul. 2025

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

LASIA, Andrzej. **Determination of Impedances**. In: Electrochemical Impedance Spectroscopy and its Applications. New York, NY: Springer New York, 2014. p. 67–84.

LASIA, Andrzej. **Mechanism and kinetics of the hydrogen evolution reaction**. International Journal of Hydrogen Energy, [S.L.], v. 44, n. 36, p. 19484- 19518, jul. 2019. Elsevier BV.

LIN, Bi-Li et al. **The research progress of ruthenium-based catalysts for the alkaline hydrogen evolution reaction in water electrolysis**. Catalysts (Basel, Switzerland), v. 14, n. 10, p. 671, 2024.

MAJEWSKI, Peter; SALEHI, Fatemeh; XING, Ke. **Green hydrogen**. AIMS energy, v. 11, n. 5, p. 878–895, 2023.

METALINOX. **Liga Inconel 625**. Disponível em: <https://www.metalinoxsp.com.br/liga-inconel-625>. Acesso em: 5 ago. 2025.

METALINOX. **Liga Inconel 718**. Disponível em: <https://www.metalinoxsp.com.br/liga-inconel-625>. Acesso em: 5 ago. 2025.

MICHELETTI, Danilo Hungaro et al. **A Transição Para Energias Renováveis: Impactos Econômicos E Ambientais Da Implementação De Tecnologias Sustentáveis**. IOSR journal of business and management, v. 27, n. 1, p. 13–24, 2025.

MOREIRA, A. J. **Obtenção de nanopartículas de platina para aplicação em células a combustível através do uso de plasma a baixa pressão**. Digital Library of Theses and Dissertations (Universidade de São Paulo), 22 maio 2013.

NELL (NÉE CAMPBELL), Kristy et al. **Sustainable resource management: The end of nickel mining?** Recycling, v. 9, n. 6, p. 102, 2024.

OGUNKUNLE, Samuel Akinlolu et al. **Navigating alkaline hydrogen evolution reaction descriptors for electrocatalyst design**. Catalysts (Basel, Switzerland), v. 14, n. 9, p. 608, 2024.

QUAINO, P. et al. **Volcano plots in hydrogen electrocatalysis – uses and abuses**. Beilstein Journal of Nanotechnology, v. 5, n. 1, p. 846–854, 13 jun. 2014.

RETTER, Utz; LOHSE, Heinz. **Electrochemical Impedance Spectroscopy**. In: Electroanalytical Methods. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2010. p. 159–177.

SALGADO, José Ricardo Cezar. **Estudo eletroquímico da reação de desprendimento de hidrogênio sobre ligas comerciais**. 2001. 94 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Química, Universidade Federal do Alagoas, Maceió, 2001.

SCARPARI, Maria Cristina. **Avaliação eletroquímica de ligas comerciais à base de níquel e ferro para a reação de redução de hidrogênio na eletrólise**. 2025. 64 f. Dissertação (Mestrado em Energia e Sustentabilidade) - Universidade Federal da Integração LatinoAmericana, 2025.

SOARES, J. S. **Desenvolvimento de eletrocatalisadores de rutênio depositado sobre**

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

nanopartículas de níquel para a reação de desprendimento de hidrogênio em eletrólito alcalino. 2024. 86 f. Dissertação (Mestrado em Energia e Sustentabilidade) - Universidade Federal da Integração Latino-Americana, Foz do Iguaçu, 2024.

TRASATTI, S. ELECTROCHEMICAL THEORY | **Electrokinetics**. In: Encyclopedia of Electrochemical Power Sources. [S.l.]: Elsevier, 2009. p. 23–31.

WANG, Mingyong et al. **The intensification technologies to water electrolysis for hydrogen production – A review**. Renewable and Sustainable Energy Reviews, v. 29, p. 573–588, 2014.

WANG, Mengjiao et al. **Review of renewable energy-based hydrogen production processes for sustainable energy innovation**. Global Energy Interconnection, v. 2, n. 5, p. 436–443, 2019.

WANG, Miao et al. **Alloying nickel with molybdenum significantly accelerates alkaline hydrogen electrocatalysis**. Angewandte Chemie (Weinheim an der Bergstrasse, Germany), v. 133, n. 11, p. 5835–5841, 2021.

WEI, Chao et al. **Approaches for measuring the surface areas of metal oxide electrocatalysts for determining their intrinsic electrocatalytic activity**. Chemical Society Reviews, v. 48, n. 9, p. 2518–2534, 2019.

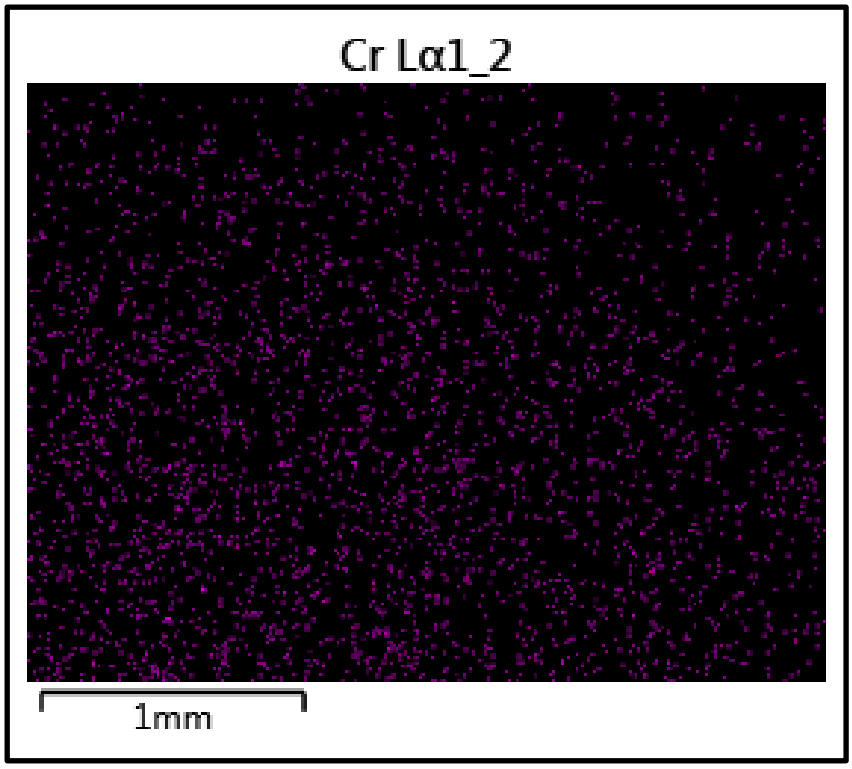
ZHANG, Xiaoxiang; GUO, Yuxuan; WANG, Congwei. **Multi-interface engineering of nickel-based electrocatalysts for alkaline hydrogen evolution reaction**. Energy Materials, 2024.

ZHU, Yanbing et al. **Nickel-based electrodes as catalysts for hydrogen evolution reaction in alkaline media**. Ionics, v. 24, n. 4, p. 1121–1127, 2018.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18

Apêndice A

Figura 28: Mapa elementar do Cr da liga Inconel 718.



Fonte: autor, 2025.

Versão Final Homologada
08/01/2026 14:18