

Evaluación experimental de la interacción H₂ – sal: caracterización mediante SEM de un material de referencia

Sara Rocés (1,2*), Timea Kovács (1), Carolina Díaz (3), Fabián Suárez–García (3), Berta Ordóñez–Casado (1), Sergio Llana–Fúnez (2), Edgar Berrezueta (1)

(1) Instituto Geológico y Minero de España (CN IGME, CSIC), C/ Matemático Pedrayes 25, Oviedo 33005 (España)

(2) Universidad de Oviedo, C/ Jesús Arias de Velasco s/n, Oviedo 33005 (España)

(3) Instituto de Ciencia y Tecnología del Carbono (INCAR, CSIC), C/ Francisco Pintado Fe 26, Oviedo 33011 (España)

* corresponding author: s.roces@igme.es

Palabras Clave: Almacenamiento geológico de hidrógeno, Autoclave, Caverna salina, Halita. **Key Words:** Underground hydrogen storage, Autoclave, Salt cavern, Halite.

INTRODUCCIÓN

Las cavernas salinas constituyen un medio adecuado para el almacenamiento geológico de hidrógeno (Tarkowski, 2019). Su viabilidad se evalúa comúnmente mediante ensayos de laboratorio, complementados con estudios experimentales y modelización (Zivar et al., 2021). En este contexto, este trabajo aborda la caracterización petrográfica y mineralógica de una sal comercial homogénea (sal del Himalaya), empleada como material de referencia. Esta elección reduce la variabilidad mineralógica y permite establecer una base experimental. Las muestras se expusieron a hidrógeno (H₂) en un autoclave bajo condiciones controladas (30°C, 45 bar, 2 ciclos de 30 días). La evolución del material se estudió mediante microscopía electrónica de barrido complementada con espectroscopía de rayos X por dispersión de energía (SEM–EDS), microscopía óptica (MOp) y difracción de rayos X (DRX). Este estudio busca determinar de manera preliminar cambios mineralógicos y petrográficos producidos en contextos de almacenamiento geológico de hidrógeno a escala de laboratorio.

METODOLOGÍA

Para evaluar posibles cambios en las sales del Himalaya tras su exposición a hidrógeno en un autoclave se siguieron las siguientes etapas: i) preparación de muestras y selección de dos secciones representativas para la caracterización petrográfica antes y después de los ensayos; ii) análisis mediante DRX para determinar la composición de las muestras; iii) exposición de muestras a hidrógeno en un autoclave en condiciones secas y estancas (30°C, 45 bar), mediante dos ciclos de 30 días para simular procesos de inyección y extracción del gas; iv) caracterización de las rocas mediante SEM–EDS y MOp antes de la exposición a hidrógeno en el autoclave y después de cada uno de los ciclos y v) comparación de los resultados obtenidos en cada una de las fases.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados de DRX indican que las sales del Himalaya están compuestas principalmente por halita (NaCl) y polihalita (K₂Ca₂Mg(SO₄)₄ · 2H₂O). También se identificaron trazas de filosilicatos, feldespato potásico, cuarzo y sulfato cálcico mediante análisis EDS. Las observaciones mediante microscopía electrónica de las mismas escenas antes y después de cada ciclo revelan procesos de recristalización y redondeamiento de cristales de halita (Fig. 1), lo que sugiere una reorganización microestructural asociada a la presencia de pequeñas cantidades de agua (e.g., humedad ambiental, agua intersticial residual o liberación de inclusiones fluidas) (Kovács et al., 2025).

El redondeamiento preferencial de los cristales de menor tamaño es consistente con el fenómeno físico–químico de maduración de Ostwald (e.g., Oliva–Ramírez et al., 2016), lo que indica procesos de redistribución de masa a escala microscópica. Asimismo, las imágenes SEM muestran, ya tras el primer ciclo de exposición a hidrógeno, la aparición de cambios a lo largo de algunos bordes de grano. Estas estructuras podrían estar relacionadas con el desarrollo de microespacios intergranulares, procesos de disolución localizada en los contactos entre partículas, o procesos de

recristalización caracterizados por la migración de bordes mediante difusión de átomos a través de límites de grano (Hao et al., 2023). A pesar de las modificaciones microestructurales a escala microscópica, no se han identificado cambios mineralógicos significativos.

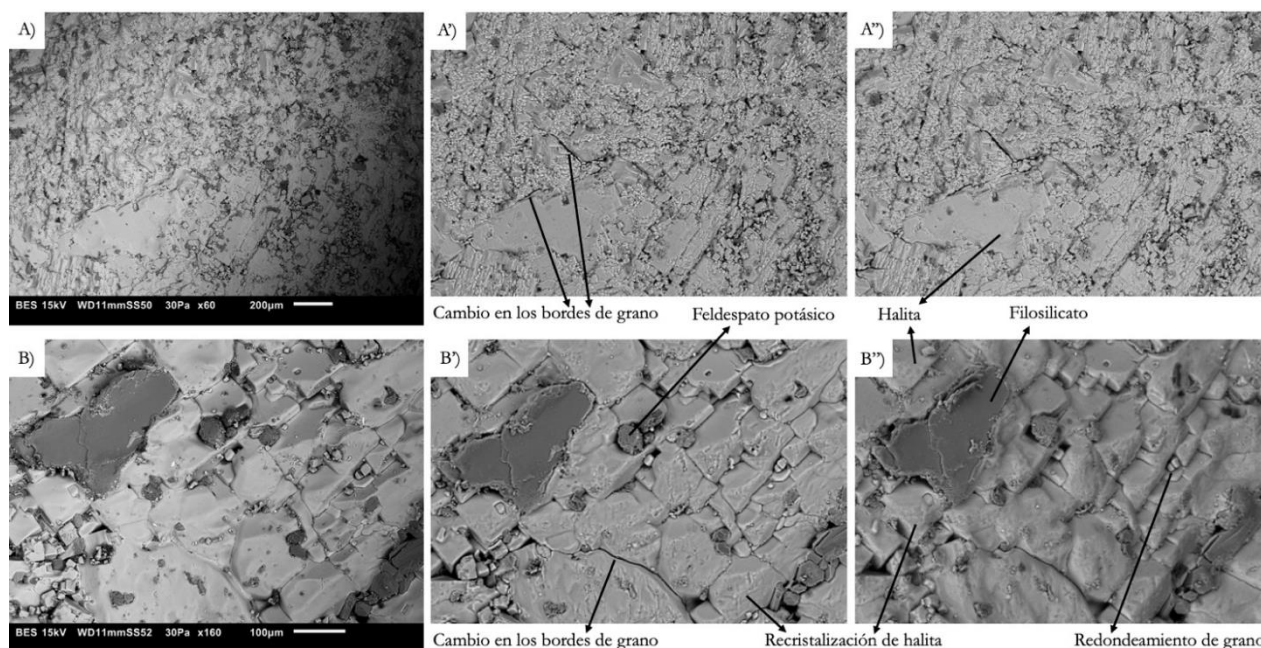


Fig 1. Imágenes de electrones retrodispersados por SEM antes de la exposición a hidrógeno (A y B), después del primer ciclo (A' y B') y después del segundo ciclo (A'' y B''). Ejemplos de recristalización de halita, redondeamiento de granos y cambio en los bordes de grano de la halita.

CONCLUSIONES

Las sales del Himalaya presentan una composición mineralógica dominada por halita, con menor presencia de polihalita y trazas de filosilicatos, feldespato potásico, cuarzo y sulfatos cálcicos. Son sales puras, químicamente estables, y no han mostrado cambios significativos tras dos ciclos de exposición. Esto respalda la idoneidad de formaciones salinas con esta mineralogía para el almacenamiento geológico de hidrógeno en las condiciones ensayadas. Este estudio constituye una base metodológica para futuras investigaciones en materiales salinos más complejos, procedentes de zonas con potencial para este tipo de almacenamiento en cavernas salinas.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo se desarrolló en el marco del proyecto PIEMAX-GEO4TREE y la red de colaboración Format-GEO (Ref. LINCGLOBAL 25008). El equipo JEOL JSM 6010 PLUS/LA ha sido parcialmente financiado por el Fondo Europeo de Desarrollo Regional (FEDER), (Ref: IGME 13-4E-1518).

REFERENCIAS

- Kovács, T., Mediato, J., Ordóñez, B., García-Mancha, N., Santolaria, P., Calvín, P., Sánchez-Guzmán, J., Gracia, J., Rocés, S., Mata-Campos, P., Berrezueta, E. (2025): Preliminary laboratory studies on hydrogen storage in a salt cavern of the Eocene Barbastro Formation, Southern Pyrenees, Spain. *Adv. Geosci.*, **67**, 15–24. DOI: 10.5194/adgeo-67-15-2025.
- Hao, B., Llorens, M.G., Griera, A., Bons, P.D., Lebensohn, R.A., Yu, Y., Gómez-Rivas, E. (2023): Full-Field Numerical Simulation of Halite Dynamic Recrystallization From Subgrain Rotation to Grain Boundary Migration. *J. Geophys. Res.: Solid Earth*, **128**, e2023JB027590. DOI: 10.1029/2023JB027590.
- Oliva-Ramírez, M., Macías-Montero, M., Borrás, A., González-Elípe, A.R. (2016): Ripening and recrystallization of NaCl nanocrystals in humid conditions. *RSC Adv.*, **6**, 3778–3782. DOI: 10.1039/c5ra22425j.
- Tarkowski, R. (2019): Underground hydrogen storage: Characteristics and prospects. *Renew. Sustain. Energy Rev.*, **105**, 86–94. DOI: 10.1016/j.rser.2019.01.051.
- Zivar, D., Kumar, S., Foroozesh, J. (2021): Underground hydrogen storage: A comprehensive review. *Int. J. Hydrog. Energy*, **46**, 23436–23462. DOI: 10.1016/j.ijhydene.2020.08.138.