



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA E  
INOVAÇÕES  
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS  
ESPACIAIS

**DESENVOLVIMENTO DE CATALISADORES A BASE DE ÓXIDOS  
SUPORTADOS EM ALUMINA PARA O USO EM SISTEMAS PROPULSIVOS  
LÍQUIDOS**

Júlia Lima Siqueira

Relatório Final de Iniciação Científica do  
programa PIBIC, orientado pela Prof<sup>a</sup>. Dr.<sup>a</sup>  
Sayuri Okamoto e coorientado pelo  
Prof. Dr. Luís Gustavo Ferroni Pereira.

INPE  
São José dos Campos  
2025





MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA E  
INOVAÇÕES  
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS  
ESPACIAIS

**DESENVOLVIMENTO DE CATALISADORES A BASE DE ÓXIDOS  
SUPORTADOS EM ALUMINA PARA O USO EM SISTEMAS PROPULSIVOS  
LÍQUIDOS**

Júlia Lima Siqueira

Relatório Final de Iniciação Científica do  
programa PIBIC, orientado pela Prof<sup>a</sup>. Dr.<sup>a</sup>  
Sayuri Okamoto e coorientado pelo  
Prof. Dr. Luís Gustavo Ferroni Pereira.

INPE  
São José dos Campos  
2025



## **Agradecimentos**

Agradeço ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo financiamento da bolsa de Iniciação Científica, que possibilitou o desenvolvimento deste trabalho e o meu crescimento acadêmico e profissional.

Expresso minha profunda gratidão à minha orientadora, Dra. Sayuri Okamoto, pelas contribuições valiosas e pelo suporte técnico essencial ao bom andamento do projeto. Agradeço também ao meu coorientador, Dr. Luís Gustavo Ferroni Pereira, pela orientação cuidadosa, apoio constante e incentivo ao longo de toda a pesquisa.

Agradeço à pesquisadora Renata Fraga Cardoso, por toda a ajuda prestada nos momentos em que mais precisei, com atenção, paciência e generosidade.

Registro meu agradecimento especial às minhas companheiras de laboratório, Emilly e Mariana, pela parceria, companheirismo e troca constante de aprendizados ao longo dessa jornada.

Agradeço também ao meu namorado, Pedro, por todo o apoio, carinho e incentivo nos momentos mais desafiadores.

Por fim, deixo meu mais sincero agradecimento à minha família, especialmente aos meus pais, que sempre estiveram ao meu lado, oferecendo amor, apoio e incentivo incondicional. Sem vocês, eu não teria chegado até aqui.



## 1 RESUMO

Este trabalho tem como objetivo o desenvolvimento de um catalisador à base de óxidos suportados em alumina, para ser empregado na decomposição de peróxido de hidrogênio ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) a 90% em massa. Inicialmente, será realizado um estudo exploratório com o intuito de selecionar os cátions mais promissores para a decomposição. Após essa seleção, serão preparados catalisadores com diferentes proporções desses cátions, visando maximizar a eficiência do material. Em seguida, serão otimizadas as condições de preparação do catalisador de melhor desempenho, buscando-se aumentar ainda mais sua eficiência. Todos os materiais preparados terão suas performances avaliadas por meio do teste da gota, o qual permite determinar o tempo de indução do catalisador, ou seja, o tempo necessário para promover a decomposição do  $\text{H}_2\text{O}_2$ .

Palavras-chave: catalisador, peróxido de hidrogênio, alumina.





## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Gráfico de Pareto dos sete fatores estudados na triagem de fatores.

Figura 2 – Gráfico de probabilidade normal dos experimentos realizados na triagem de fatores.

Figura 3 – Gráfico Versus Ajustados dos experimentos realizados na triagem de fatores.

Figura 4 – Gráfico de Pareto dos catalisadores preparados.

Figura 5 – Gráfico de probabilidade normal dos catalisadores preparados.

Figura 6 – Gráfico Versus Ajustados dos catalisadores preparados.

Figura 7 – Resposta para a decomposição do peróxido de hidrogênio.

Figura 8 – Gráfico com a variação de Y com  $X_2$  para diferentes valores de  $X_3$  (com  $X_1 = -1,68$ )

Figura 9 – Gráfico com a variação de Y com  $X_1$  para diferentes valores de  $X_3$  (com  $X_2 = -1,68$ )

Figura 10 – Gráfico com a variação de Y com  $X_1$  para diferentes valores de  $X_2$  (com  $X_3 = 0,4$ )

Figura 11 - Gráfico com a variação de Y com  $X_2$  para diferentes valores de  $X_1$  (com  $X_3 = 0,4$ )



## **LISTA DE TABELAS**

Tabela 1 – Matriz de experimentos codificada adotada para o estudo dos efeitos dos sete fatores.

Tabela 2 – Matriz de experimentos não codificada adotada para o estudo dos efeitos dos sete fatores.

Tabela 3 – Planejamento fatorial completo para o preparo dos catalisadores, com variação nos fatores: taxa de aquecimento, tempo de calcinação e tempo de secagem.

Tabela 4 – Resultados do teste gravimétrico: tempos de escoamento (em segundos) obtidos para cada ensaio, com três repetições.

Tabela 5 – Combinação de níveis dos fatores significativos da triagem de fatores.

Tabela 6 – Resultados obtidos no teste gravimétrico no preparo de catalisadores

Tabela 7 - Combinação de níveis dos fatores significativos dos catalisadores preparados.

Tabela 8 – ANOVA do modelo quadrático.



## Sumário

|        |                                                                                                          |     |
|--------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 1      | RESUMO .....                                                                                             | iii |
| 2      | PLANO DE TRABALHO .....                                                                                  | 1   |
| 3      | INTRODUÇÃO .....                                                                                         | 1   |
| 4      | DESENVOLVIMENTO .....                                                                                    | 2   |
| 4.1    | Parte Experimental .....                                                                                 | 3   |
| 4.1.1  | Lavagem do suporte catalítico .....                                                                      | 3   |
| 4.1.2  | Planejamento Fatorial Fracionário Saturado - Triagem de fatores do<br>Planejamento de Experimentos ..... | 3   |
| 4.1.3  | Análise de Resultados .....                                                                              | 7   |
| 4.1.4  | Preparo de catalisadores .....                                                                           | 8   |
| 4.2    | RESULTADOS E DISCUSSÃO .....                                                                             | 10  |
| 4.2.1. | Triagem de fatores do planejamento de experimentos .....                                                 | 10  |
| 4.2.2. | Preparo de catalisadores .....                                                                           | 13  |
| 4.2.3  | Análise dos resultados .....                                                                             | 16  |
| 6.     | REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....                                                                         | 23  |

## 2 PLANO DE TRABALHO

Como plano de desenvolvimento da pesquisa, enumerou-se as seguintes etapas:

1. Lavagem do suporte catalítico
2. Triagem de fatores
3. Preparo dos catalisadores
4. Teste gravimétrico

## 3 INTRODUÇÃO

Satélites são equipamentos colocados em órbita com diversas finalidades, como observação da Terra, monitoramento climático, telecomunicações, detecção de incêndios e previsão de desastres naturais, entre outras aplicações (Kuga, Carrara e Rao, 2011). Para que essas atividades sejam realizadas com precisão, é fundamental que o satélite mantenha sua posição adequada na órbita. No entanto, diversos fatores, como a ação do campo gravitacional terrestre, podem influenciar seu deslocamento (Pereira, 2014).

Diante disso, torna-se necessário realizar correções orbitais, geralmente conduzidas a partir de uma torre de comando. Atualmente, a maioria dos satélites utilizam sistemas propulsivos baseados em propulsores químicos, sendo os monopropelentes os mais empregados. Esses sistemas operam por meio da decomposição de um único composto químico para a geração de empuxo (Pereira, 2014).

A hidrazina tem sido amplamente utilizada como monopropelente devido à sua excelente estabilidade química e elevada eficiência em motores que operam por decomposição catalítica. No entanto, seu uso apresenta desvantagens significativas, principalmente por se tratar de um composto extremamente caro e altamente tóxico, com propriedades carcinogênicas (Lee e Lee, 2009; Torre et al., 2009; Ventura et al., 2007; Vieira et al., 2005).

Nos últimos anos, impulsionada pela crescente preocupação com a segurança ambiental, a pesquisa por propelentes líquidos estocáveis e não tóxicos, conhecidos como *green propellants*, tem ganhado destaque. Esses propelentes podem reduzir significativamente os custos operacionais, de armazenamento e de manuseio, por permitirem a simplificação dos procedimentos de segurança (Bonifacio, 2007). Para que possam substituir a hidrazina, esses compostos devem, contudo, oferecer desempenho comparável ou superior, e os custos de adaptação dos sistemas propulsivos não devem inviabilizar sua adoção (Pasini et al., 2007).

O peróxido de hidrogênio ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) tem se destacado como uma das alternativas mais promissoras por ser um composto limpo e não tóxico, cuja decomposição gera apenas oxigênio e água. Entretanto, o principal desafio para sua utilização como monopropelente está no desenvolvimento de catalisadores que promovam uma decomposição rápida e eficiente, e que possuam propriedades mecânicas compatíveis com as exigências dos sistemas propulsivos (Kappestein et al., 2012).

Catalisadores destinados a aplicações espaciais devem apresentar longa vida útil e desempenho confiável e repetitivo. Além disso, devem possuir elevada resistência mecânica, já que operam sob condições extremas de pressão e temperatura dentro da câmara do propulsor. É igualmente desejável que permitam a iniciação espontânea da reação, dispensando a necessidade de pré-aquecimento do leito catalítico (Wernimont, 2006).

Com base na literatura e em estudos preliminares, este trabalho tem como objetivo desenvolver um catalisador à base de óxidos suportados em alumina, voltado para aplicação em sistemas propulsivos de satélites que utilizam  $\text{H}_2\text{O}_2$  concentrado como monopropelente.

#### 4 DESENVOLVIMENTO

Para a consecução do desenvolvimento, o relatório abordará o tópico dividindo-o em duas seções: Parte Experimental e Discussão.

## 4.1 Parte Experimental

### 4.1.1 Lavagem do suporte catalítico

A lavagem do suporte catalítico foi realizada com o objetivo de eliminar sujidades tanto na parte externa quanto interna dos grãos de  $\gamma$ -alumina. Inicialmente, os grãos de  $\gamma$ -alumina (marca/fabricante) foram lavados com várias porções de água destilada, até que a água de lavagem usada se apresentasse visualmente límpida.

Em seguida, visando a limpeza interna do material, a  $\gamma$ -alumina foi submetida a sucessivas lavagens com água destilada, sendo posteriormente mantida em banho de ultrassom, por cerca de 10 minutos, onde algumas sujidades ainda eram vistas na água, que era descartada e substituída. Este procedimento foi repetido até que a água utilizada nas lavagens permanecesse completamente límpida, indicando a completa remoção de impurezas.

### 4.1.2 Planejamento Fatorial Fracionário Saturado - Triagem de fatores do Planejamento de Experimentos

Em experimentos envolvendo múltiplas variáveis, o planejamento fatorial fracionário saturado é uma estratégia estatística eficiente para investigar o maior número possível de fatores com o mínimo de experimentos necessários. Conforme descrito por Barros Neto, Scarminio e Bruns (2001), um planejamento é dito saturado quando todos os graus de liberdade disponíveis são utilizados exclusivamente para a estimação dos efeitos principais dos fatores, sem graus de liberdade restantes para a estimação independente do erro experimental. Essa abordagem é especialmente útil em etapas iniciais de experimentação, quando o objetivo principal é a triagem de variáveis importantes com o mínimo de recursos.



Com o objetivo de identificar os fatores mais significativos para a preparação dos catalisadores, foi adotada a metodologia de planejamento de experimentos, utilizando-se um planejamento do tipo fatorial fracionário saturado. Foram selecionados sete fatores para o estudo: concentração da solução ( $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ), volume de impregnação (mL), temperatura de secagem em estufa ( $^{\circ}\text{C}$ ), tempo de secagem em estufa (min), temperatura de calcinação ( $^{\circ}\text{C}$ ), taxa de aquecimento ( $^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ ) e tempo de calcinação (min).

Os códigos “+” e “-” presentes na Tabela 1 significam que os fatores estão codificados e, respectivamente, em seus níveis mais altos e mais baixos, no caso da concentração, os campos com “+” representam 3,0 mol/L, e os campos com “-” representam 0,5 mol/L.

As tabelas abaixo apresentam o planejamento experimental fracionário codificado e não codificado adotado para a investigação dos efeitos individuais desses sete fatores sobre o desempenho dos catalisadores.

Tabela 1 – Matriz de experimentos codificada adotada para o estudo dos efeitos dos sete fatores

| Experimento | Concentração | Volume de impregnação | Temperatura de calcinação | Tempo de calcinação | Taxa de aquecimento | Tempo de secagem | Temperatura de secagem |
|-------------|--------------|-----------------------|---------------------------|---------------------|---------------------|------------------|------------------------|
| 1           | -            | -                     | -                         | -                   | -                   | -                | -                      |
| 2           | +            | -                     | -                         | -                   | +                   | -                | +                      |
| 3           | -            | +                     | -                         | -                   | +                   | +                | -                      |
| 4           | +            | +                     | -                         | -                   | -                   | +                | +                      |
| 5           | -            | -                     | +                         | -                   | +                   | +                | +                      |
| 6           | +            | -                     | +                         | -                   | -                   | +                | -                      |
| 7           | -            | +                     | +                         | -                   | -                   | -                | +                      |
| 8           | +            | +                     | +                         | -                   | +                   | -                | -                      |
| 9           | -            | -                     | -                         | +                   | -                   | +                | +                      |
| 10          | +            | -                     | -                         | +                   | +                   | +                | -                      |
| 11          | -            | +                     | -                         | +                   | +                   | -                | +                      |
| 12          | +            | +                     | -                         | +                   | -                   | -                | -                      |
| 13          | -            | -                     | +                         | +                   | +                   | -                | -                      |
| 14          | +            | -                     | +                         | +                   | -                   | -                | +                      |
| 15          | -            | +                     | +                         | +                   | -                   | +                | -                      |
| 16          | +            | +                     | +                         | +                   | +                   | +                | +                      |

Fonte: Autor

Tabela 2 – Matriz de experimentos não codificada adotada para o estudo dos efeitos dos sete fatores

| Experi-<br>mento | Concentra-<br>ção | Volume<br>de<br>impregna-<br>ção | Temperat-<br>ura de<br>calcina-<br>ção | Tempo<br>de<br>calcina-<br>ção | Taxa de<br>aquecime-<br>nto | Temp-<br>o de<br>secagem | Temperat-<br>ura de<br>secagem |
|------------------|-------------------|----------------------------------|----------------------------------------|--------------------------------|-----------------------------|--------------------------|--------------------------------|
| 1                | 0,5               | 2                                | 760                                    | 240                            | 10                          | 24                       | 80                             |
| 2                | 3,0               | 2                                | 760                                    | 1                              | 5                           | 24                       | 120                            |
| 3                | 0,5               | 4                                | 760                                    | 1                              | 10                          | 0,5                      | 120                            |
| 4                | 3,0               | 4                                | 760                                    | 240                            | 5                           | 0,5                      | 80                             |
| 5                | 0,5               | 2                                | 1000                                   | 240                            | 5                           | 0,5                      | 120                            |
| 6                | 3,0               | 2                                | 1000                                   | 1                              | 10                          | 0,5                      | 80                             |
| 7                | 0,5               | 4                                | 1000                                   | 1                              | 5                           | 24                       | 80                             |
| 8                | 3,0               | 4                                | 1000                                   | 240                            | 10                          | 24                       | 120                            |
| 9                | 0,5               | 2                                | 760                                    | 240                            | 10                          | 24                       | 80                             |
| 10               | 3,0               | 2                                | 760                                    | 1                              | 5                           | 24                       | 120                            |
| 11               | 0,5               | 4                                | 760                                    | 1                              | 10                          | 0,5                      | 120                            |
| 12               | 3,0               | 4                                | 760                                    | 240                            | 5                           | 0,5                      | 80                             |
| 13               | 0,5               | 2                                | 1000                                   | 240                            | 5                           | 0,5                      | 120                            |
| 14               | 3,0               | 2                                | 1000                                   | 1                              | 10                          | 0,5                      | 80                             |
| 15               | 0,5               | 4                                | 1000                                   | 1                              | 5                           | 24                       | 80                             |
| 16               | 3,0               | 4                                | 1000                                   | 240                            | 10                          | 24                       | 120                            |

Fonte: Autor

#### 4.1.3 Análise de Resultados

Utilizando o software Minitab®, os resultados obtidos na triagem de fatores foram analisados e gráficos foram gerados para demonstrar a confiabilidade do método, assim como identificar os fatores significativos, através dos dados obtidos na triagem de fatores. Espera-se que os gráficos apresentem resultados satisfatórios, ou seja, que o gráfico de Pareto apresente fatores significativos, também, que o gráfico de probabilidade normal demonstre os pontos ao longo de uma linha reta, e por fim, que o gráfico de resíduos versus valores ajustados mostre os pontos distribuídos aleatoriamente em volta da linha horizontal.

De acordo com o livro *Como Fazer Experimentos* (Barros Neto, Scarminio e Bruns, 2001), o gráfico de Pareto organiza graficamente, em ordem decrescente, as causas ou categorias que contribuem para a variação de um processo. No eixo horizontal, são mostradas as categorias, e no eixo vertical, a frequência de ocorrência. Além disso, é apresentada uma linha que representa a porcentagem acumulada de ocorrência, facilitando a identificação dos fatores mais relevantes.

Além do gráfico de Pareto, outra ferramenta importante na análise de efeitos experimentais é o gráfico de probabilidade normal. Ele é utilizado para verificar se os dados seguem uma distribuição normal (ou gaussiana). Quando os dados seguem essa distribuição, os pontos no gráfico se alinham ao longo de uma linha reta.

Outro gráfico de extrema importância para a análise é o gráfico de Resíduos Versus Valores Ajustados. Ele compara os valores observados com os valores previstos pelo modelo, permitindo avaliar como o modelo se comporta em relação aos dados reais. O ideal é que os pontos estejam distribuídos aleatoriamente em torno de uma linha horizontal, indicando que os valores observados e ajustados coincidem. Se os pontos formarem um padrão, isso sugere que o modelo não está ajustado corretamente e precisa ser revisto. (Barros Neto, Scarminio e Bruns, 2001)

Após a análise dos gráficos, realizou-se a Análise de Variância (ANOVA – *Analysis of Variance*, em inglês) para avaliar a significância estatística do modelo, utilizando a

distribuição F de Fisher-Snedecor, com o auxílio do software Minitab®. O valor de F calculado ( $F_{calc}$ ) foi determinado conforme a Equação 1, em que MQR corresponde à média quadrática da regressão e MQr à média quadrática dos resíduos do modelo.

$$F_{calc} = \frac{MQR}{MQr} \quad (1)$$

As médias quadráticas são calculadas pela razão entre a soma dos quadrados e o número de graus de liberdade associado à respectiva fonte de variação. O valor de F calculado ( $F_{calc}$ ) é, então, comparado ao valor crítico da distribuição F, correspondente ao nível de significância previamente definido.

As ferramentas utilizadas no software Minitab® foram de suma importância, pois permitiram uma avaliação dos fatores significantes, garantindo a confiabilidade nos resultados e proporcionando uma base sólida para o estudo.

#### 4.1.4 Preparo de catalisadores

Com base nos fatores mais relevantes identificados na etapa anterior, foi elaborado um novo planejamento experimental, desta vez utilizando um delineamento fatorial completo, com o objetivo de otimizar o preparo dos catalisadores. A tabela a seguir apresenta a estrutura do novo planejamento experimental adotado, que variou os fatores: taxa de aquecimento, tempo de calcinação e tempo de secagem.

Tabela 3 – Planejamento fatorial completo para o preparo dos catalisadores, com variação nos fatores: taxa de aquecimento, tempo de calcinação e tempo de secagem.

| Ensaio | Taxa de aquecimento<br>(°C/min) | Tempo de calcinação<br>(min) | Tempo de secagem<br>(min) |
|--------|---------------------------------|------------------------------|---------------------------|
| 15     | 5                               | 61                           | 90                        |
| 6      | 7                               | 25                           | 144                       |
| 11     | 5                               | 1                            | 90                        |
| 2      | 7                               | 25                           | 36                        |
| 8      | 7                               | 96                           | 144                       |
| 16     | 5                               | 61                           | 90                        |
| 14     | 5                               | 61                           | 180                       |
| 7      | 3                               | 96                           | 144                       |
| 1      | 3                               | 25                           | 36                        |
| 12     | 5                               | 120                          | 90                        |
| 4      | 7                               | 96                           | 144                       |
| 17     | 5                               | 61                           | 90                        |
| 10     | 9                               | 61                           | 90                        |
| 3      | 3                               | 96                           | 36                        |
| 13     | 5                               | 61                           | 0                         |
| 9      | 1                               | 61                           | 90                        |
| 5      | 3                               | 25                           | 144                       |

Fonte: Autor

Para analisar os fatores variáveis da Tabela 3, a concentração da solução (3,0 mol/L), temperatura da estufa (120° C), volume de impregnação (3,2 mL) e temperatura de calcinação (760° C) foram mantidos constantes para fins de reprodutibilidade e controle do processo.

## 4.2 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.2.1. Triagem de fatores do planejamento de experimentos

O teste gravimétrico foi realizado em triplicata. Este teste consiste em verificar o tempo necessário (em segundos) para que uma amostra de 0,5g altere sua massa após a exposição ao monopropelente. Os resultados obtidos estão representados na Tabela 4.

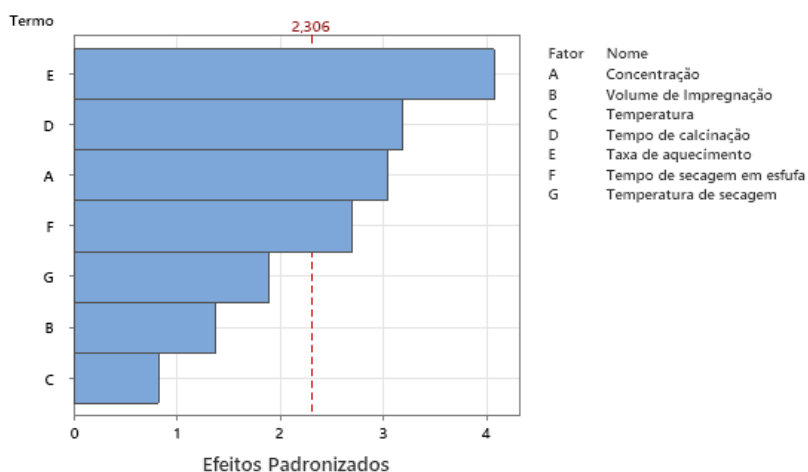
Tabela 4 – Resultados do teste gravimétrico: tempos de escoamento (em segundos) obtidos para cada ensaio, com três repetições.

| Ensaio | Repetição 1 (s) | Repetição 2 (s) | Repetição 3 (s) |
|--------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 1      | 111,11          | 105,46          | 115,16          |
| 2      | 54,28           | 43,96           | 52,28           |
| 3      | 64,81           | 79,58           | 79,24           |
| 4      | 79,81           | 82,47           | 74,66           |
| 5      | 51,61           | 57,61           | 59,86           |
| 6      | 66,39           | 70,54           | 55,88           |
| 7      | 79,91           | 89,11           | 92,49           |
| 8      | 90,64           | 102,79          | 90,91           |
| 9      | 106,16          | 125,69          | 124,09          |
| 10     | 72,03           | 59,23           | 55,89           |
| 11     | 101,24          | 84,29           | 94,67           |
| 12     | 69,43           | 80,11           | 58,96           |
| 13     | 74,66           | 94,19           | 77,31           |
| 14     | 68,38           | 68,74           | 77,93           |
| 15     | 74,74           | 75,36           | 83,91           |
| 16     | 112,62          | 92,09           | 72,81           |

Fonte: Autor

O Gráfico de Pareto mostrado na Figura 1 mostra que, acima da linha de 2,306 existem quatro fatores, que são: (E) taxa de aquecimento, (D) tempo de calcinação, (A) concentração da solução e (F) tempo de secagem indicando que estes quatro fatores são os principais parâmetros que influenciam no processo de obtenção do catalisador.

Figura 1 – Gráfico de Pareto dos sete fatores estudados



Fonte: Minitab®

Através do Software Minitab® foram apresentados os níveis dos fatores significativos que resultam em uma resposta mais favorável, ou seja, um menor tempo necessário para a decomposição do monopropelente. A combinação dos níveis desses fatores que proporcionou o melhor ajuste, está apresentada na Tabela 5.

Tabela 5 – Combinação de níveis dos fatores significativos.

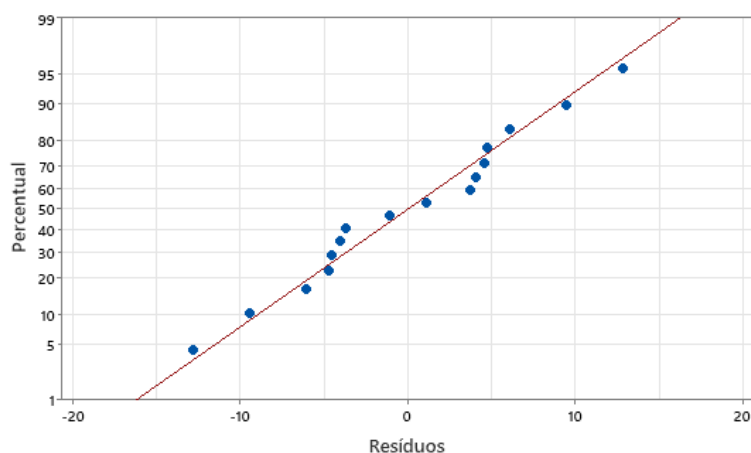
| A | D | E | F |
|---|---|---|---|
| + | - | - | - |

Fonte: Autor



Além da análise dos fatores significativos, também foi estudada a confiabilidade no estudo, representada através do gráfico de probabilidade normal e pelo gráfico Versus Ajustado, representados nas Figuras 2 e 3.

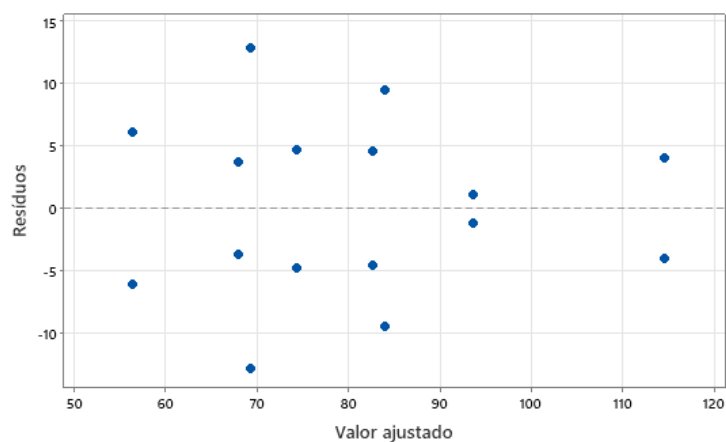
Figura 2 – Gráfico de probabilidade normal



Fonte: Minitab®

O gráfico de probabilidade normal apresentado na Figura 2 indica que os dados seguem, aproximadamente, uma distribuição normal. Isso é evidenciado pela boa aderência dos pontos à linha reta de referência, sem desvios significativos. Assim, os dados analisados atendem à suposição de normalidade.

Figura 3 – Gráfico Resíduos Versus Valores Ajustados



Fonte: Minitab®

O gráfico de resíduos em função dos valores ajustados, na Figura 3, mostra uma dispersão aleatória dos pontos em torno da linha horizontal zero, sem formar padrões sistemáticos. Essa característica indica que o modelo de regressão se ajusta bem aos dados, respeitando a suposição de variância constante dos erros. Portanto, os resíduos apresentam comportamento adequado, reforçando a validade do modelo ajustado.

#### 4.2.2. Preparo de catalisadores

Concluído o ensaio gravimétrico, no qual foi monitorada a variação de massa de uma amostra de 0,5 g em função do tempo (s) durante sua exposição ao monopropelente, obtiveram-se os resultados apresentados na Tabela 6.

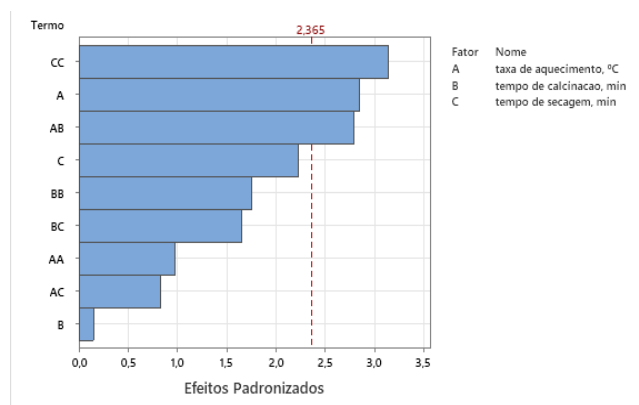
Tabela 6 – Resultados obtidos no teste gravimétrico no preparo de catalisadores

| Ensaio | Replicata 1 (s) | Replicata 2 (s) | Replicata 3 (s) |
|--------|-----------------|-----------------|-----------------|
| 1      | 59,99           | 90,02           | 83,01           |
| 2      | 119,51          | 103,62          | 83,24           |
| 3      | 84,79           | 82,01           | 85,73           |
| 4      | 86,52           | 73,02           | 72,01           |
| 5      | 60,71           | 75,78           | 58,34           |
| 6      | 94              | 73,98           | 104,74          |
| 7      | 79,71           | 80,96           | 80,61           |
| 8      | 89,44           | 84,43           | 87,07           |
| 9      | 66,03           | 70,29           | 67,38           |
| 10     | 80,16           | 80,08           | 74,81           |
| 11     | 78,32           | 72,47           | 78,12           |
| 12     | 76,89           | 73,22           | 84,76           |
| 13     | 94,17           | 93,27           | 98,37           |
| 14     | 74,89           | 71,76           | 76,64           |
| 15     | 61,63           | 59,88           | 66,28           |
| 16     | 73,29           | 98,52           | 63,47           |
| 17     | 71,98           | 68,51           | 70,24           |

Fonte: Autor

Com base nos resultados obtidos experimentalmente na Tabela 6 foram usados em cálculos estatísticos para identificar os fatores com influência significativa no desempenho do processo. Como resultado, foram destacados quatro fatores principais: taxa de aquecimento (A), tempo de calcinação (B) e tempo de secagem (C), sendo possível observar na Figura 4, o gráfico de Pareto onde estes fatores estão acima da linha de 2,365, que representa a porcentagem acumulada de ocorrência.

Figura 4 – Gráfico de Pareto



Fonte: Minitab®

A combinação dos níveis desses fatores que proporcionou o melhor ajuste, ou seja, nos níveis que garantem uma resposta satisfatória, de acordo com os testes realizados, está apresentada na Tabela 7.

Tabela7 - Combinação de níveis dos fatores significativos.

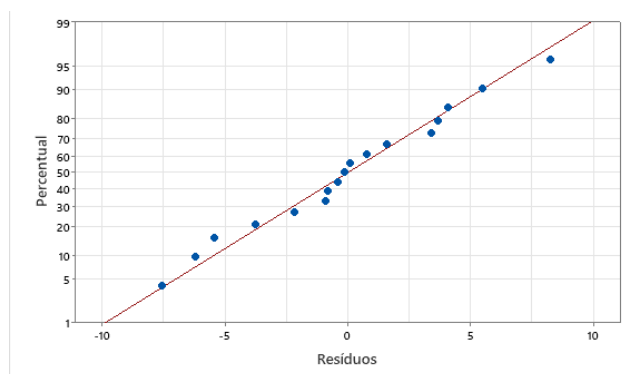
| A | B | C |
|---|---|---|
| - | - | + |

Fonte: Autor

Além da análise dos fatores significativos, também foi avaliada a confiabilidade do estudo por meio do gráfico de probabilidade normal. Observa-se que os pontos se alinham de forma satisfatória à linha reta, o que indica que a hipótese de normalidade dos resíduos é atendida. Segundo Montgomery (2017), quando os resíduos seguem uma distribuição normal, os testes estatísticos tornam-se mais robustos, reforçando a validade dos pressupostos do modelo. Essa suposição é ainda confirmada pelo gráfico *Resíduos versus Valores Ajustados*, no qual os pontos se distribuem aleatoriamente em torno da linha horizontal, indicando

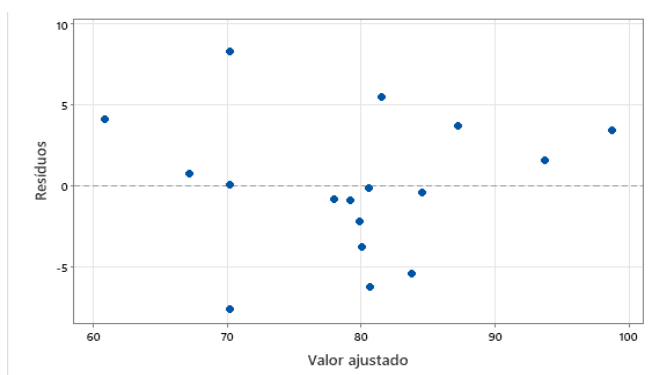
boa concordância entre os valores observados e ajustados, conforme ilustrado nas Figuras 5 e 6.

Figura 5 – Gráfico de probabilidade normal



Fonte: Minitab®

Figura 6 – Gráfico de Resíduos versus Valores Ajustados



Fonte: Minitab®

#### 4.2.3 Análise dos resultados

Após a realização dos experimentos conforme a tabela estabelecida, as amostras foram caracterizadas com o auxílio do software Minitab®, por meio do qual foram avaliadas a significância estatística dos fatores e os modelos preditivos obtidos. Os fatores

com significância pré-estabelecidos pelos métodos estatísticos, permitem obter um modelo matemático representado por uma equação, em que os fatores de significância são representados como  $x_1$ ,  $x_2$  e  $x_3$ . Deste modo, foi ajustado um modelo completo, contemplando os termos lineares, quadráticos e de interação entre os fatores, de acordo com a metodologia da Superfície de Resposta. O modelo quadrático que relaciona a taxa de aquecimento, o tempo de calcinação e o tempo de secagem é representado pela Equação 2.

$$y = 75.31021 + 4.9461x_1 - 0.25913x_2 - 3.8771x_3 + 4.829x_3^2 - 6.3567x_1x_2 \quad (2)$$

Nesse modelo,  $y$  representa a variável resposta, enquanto  $x_1$ ,  $x_2$  e  $x_3$  correspondem, respectivamente, à taxa de aquecimento, ao tempo de calcinação e ao tempo de secagem. Os termos  $x_3 \times x_3$  e  $x_1 \times x_2$  indicam os efeitos de interação entre esses fatores.

Para identificar os termos com maior influência sobre a variável resposta, foi utilizado o gráfico de Pareto padronizado, que evidencia quais coeficientes são estatisticamente significativos, conforme ilustrado no item 4.2.2 (*Preparo de catalisadores*). Essa análise foi complementada com o teste F.

A partir dessas avaliações gráficas e estatísticas, foi realizada a análise de variância (ANOVA) do modelo, apresentada na Tabela 8.

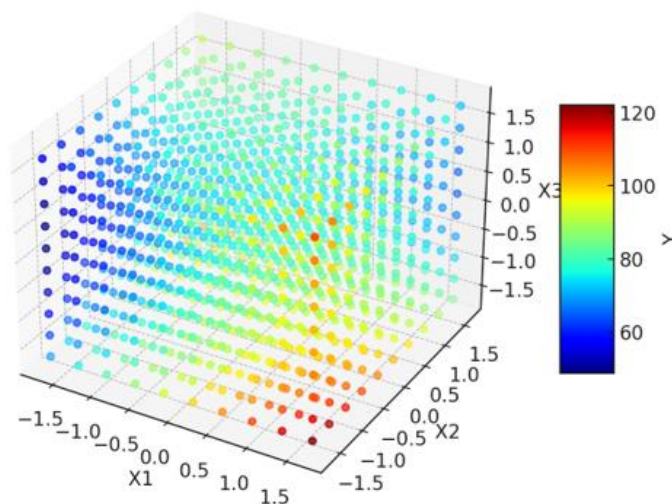
Tabela 8 – ANOVA do modelo quadrático

| Fonte           | DF    | SS       | MS      | Fcalc  | Ftab   |
|-----------------|-------|----------|---------|--------|--------|
| Regressão       | 5     | 1167,384 | 233.476 | 4.5319 | 3.2039 |
|                 |       | 4        | 9       |        |        |
| Resíduos        | 11    | 566.7093 | 51.519  | -      | -      |
| Falta de ajuste | 9     | 441.3668 | 49.0408 | 0.7825 | 19.384 |
|                 |       |          |         | 1      | 8      |
| Erro            | 2     | 125.3425 | 62.6712 |        |        |
| Total           | 16    | 1734.093 |         |        |        |
|                 |       | 6        |         |        |        |
| R2              | 67,32 |          |         |        |        |
|                 | %     |          |         |        |        |
| R2ajustado      | 52,46 |          |         |        |        |
|                 | %     |          |         |        |        |

Fonte: Autor

A análise do modelo de regressão reduzido mostra que o valor de F obtido (4,5319) excede o valor crítico da distribuição F para os respectivos graus de liberdade ( $F_{tab} = 3,2039$ ), evidenciando que a regressão é estatisticamente significativa ao nível de confiança de 95%. Desse modo, conclui-se que a Equação 1 descreve adequadamente os resultados dentro dos limites experimentais. Nesse contexto, a Figura 7 exibe a superfície de resposta para a decomposição do peróxido de hidrogênio em função da taxa de aquecimento, do tempo de calcinação e do tempo de secagem.

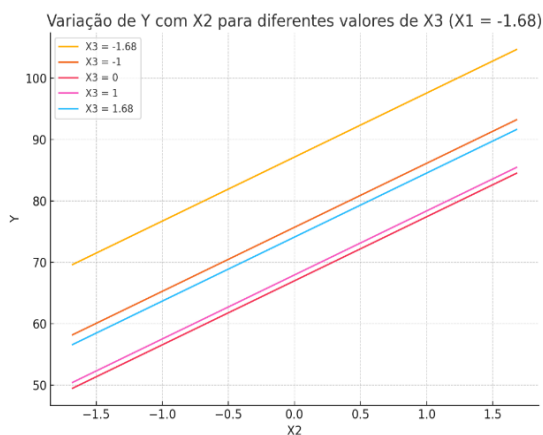
Figura 7 – Resposta para a decomposição do peróxido de hidrogênio



Fonte: Autor

Para facilitar a interpretação dos efeitos individuais da taxa de aquecimento, do tempo de calcinação e do tempo de secagem sobre a decomposição do peróxido de hidrogênio, foram elaborados gráficos que relacionam essa resposta a cada uma das variáveis isoladamente, mantendo as demais constantes. Esses resultados estão ilustrados nas Figuras 8, 9, 10 e 11.

Figura 8 – Gráfico com a variação de Y com  $X_2$  para diferentes valores de  $X_3$  (com  $X_1 = -1,68$ )

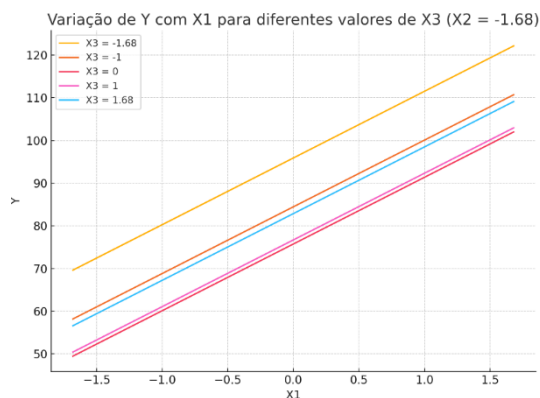


Fonte: Autor



O primeiro gráfico analisa o comportamento da variável resposta  $Y$  em função do tempo de calcinação ( $X_2$ ), mantendo a taxa de aquecimento ( $X_1$ ) constante no valor mais baixo ( $-1,68$ ), para diferentes valores do tempo de secagem ( $X_3$ ). Observa-se que o aumento do tempo de calcinação resulta em um aumento linear da resposta  $Y$  em todos os casos. No entanto, as curvas apresentam diferentes inclinações e interceptos, indicando que o efeito de  $X_2$  sobre  $Y$  varia conforme o valor de  $X_3$ . Isso sugere uma interação entre o tempo de calcinação e o tempo de secagem, em que valores mais altos de  $X_3$  intensificam o impacto positivo de  $X_2$  sobre a resposta.

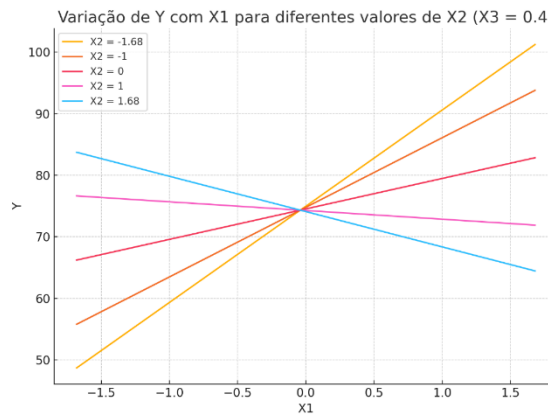
Figura 9 - Gráfico com a variação de  $Y$  com  $X_1$  para diferentes valores de  $X_3$  (com  $X_2 = -1,68$ )



Fonte: Autor

Neste gráfico, avalia-se o efeito da taxa de aquecimento ( $X_1$ ) sobre  $Y$ , com o tempo de calcinação ( $X_2$ ) mantido fixo no menor valor ( $-1,68$ ), enquanto o tempo de secagem ( $X_3$ ) varia. Assim como no gráfico anterior, observa-se uma tendência de crescimento da variável resposta com o aumento de  $X_1$ , independentemente do valor de  $X_3$ . Entretanto, a distância entre as curvas indica que a significância desse efeito depende do tempo de secagem. A resposta  $Y$  é mais alta quando  $X_3$  é maior, reforçando a existência de uma interação entre taxa de aquecimento e tempo de secagem.

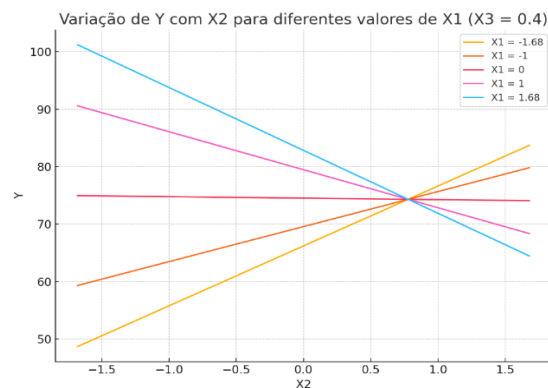
Figura 10 - Gráfico com a variação de Y com  $X_1$  para diferentes valores de  $X_2$  (com  $X_3 = 0,4$ )



Fonte: Autor

No terceiro gráfico, é apresentada a variação de Y com a taxa de aquecimento ( $X_1$ ), considerando diferentes valores do tempo de calcinação ( $X_2$ ), com o tempo de secagem ( $X_3$ ) mantido constante em 0,4. As curvas exibem comportamentos divergentes: algumas apresentam tendência crescente, outras decrescente, e todas convergem aproximadamente em um ponto comum. Esse padrão é comum de uma interação significativa entre os fatores analisados, indicando que o efeito da taxa de aquecimento sobre a variável resposta muda de direção dependendo do tempo de calcinação adotado.

Figura 11 - Gráfico com a variação de Y com  $X_2$  para diferentes valores de  $X_1$  (com  $X_3 = 0,4$ )



Fonte: Autor

Por fim, o quarto gráfico mostra a relação entre o tempo de calcinação ( $X_2$ ) e a variável resposta  $Y$ , com diferentes valores da taxa de aquecimento ( $X_1$ ) e o tempo de secagem fixado em 0,4. Observa-se novamente o cruzamento entre curvas, evidenciando que o efeito de  $X_2$  sobre  $Y$  não é constante: ele depende do valor adotado para  $X_1$ . Em algumas condições, o aumento do tempo de calcinação promove aumento de  $Y$ , enquanto em outras esse efeito é reduzido ou até invertido. Esse comportamento reforça a presença de uma interação entre os dois fatores.

## 5. CONCLUSÃO

Os resultados obtidos ao longo deste trabalho confirmam a viabilidade da aplicação de planejamento de experimentos como ferramenta promissora no desenvolvimento de catalisadores à base de óxidos suportados em alumina para a decomposição de peróxido de hidrogênio. A metodologia utilizada permitiu a triagem dos fatores significativos que influenciam no desempenho catalítico e a otimização dessas condições, resultando em materiais com respostas satisfatórias na decomposição do monopropelente.

A análise dos dados, por meio de gráficos e modelos matemáticos demonstrou confiabilidade nos resultados obtidos, reforçando o potencial dos catalisadores produzidos para futuras aplicações em sistemas propulsivos mais sustentáveis. Os fatores significativos identificados no experimento estão alinhados com a literatura, o que valida a confiabilidade do estudo.

Entende-se, porém, que os resultados obtidos até o momento representam uma etapa inicial do desenvolvimento tecnológico proposto. O desempenho observado nos testes experimentais é satisfatório, mas necessita de maior aprofundamento acerca da caracterização das propriedades físico-químicas dos catalisadores, etapa essencial para investigar sua morfologia e funcionalidade catalítica.

Com a prorrogação da bolsa, espera-se avançar nesse sentido, caracterizando os catalisadores produzidos nas condições otimizadas, o que permitirá avaliar com mais precisão a compatibilidade com as exigências técnicas de uso em sistemas espaciais.

Do ponto de vista do autor, os resultados obtidos respondem aos objetivos inicialmente propostos, e, abrem perspectivas reais para o desenvolvimento de monopropelentes menos tóxicos, alinhados às demandas atuais por tecnologias mais seguras e sustentáveis no setor aeroespaciais.

## 6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

KUGA, Hélio Koiti; CARRARA, Valdemir; RAO, Kondapalli Rama. *Satélites artificiais - movimento orbital*. São José dos Campos: Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), 2011. Disponível em: <http://urlib.net/8JMKD3MGP7W/3ARJ3NH>. Acesso em: 18 de março de 2025

PEREIRA, Luís Gustavo Ferroni. Desenvolvimento de materiais catalíticos à base de óxidos mistos para a decomposição do monopropelente peróxido de hidrogênio. 2014. Dissertação (Mestrado em Materiais Metálicos, Cerâmicos e Poliméricos) - Escola de Engenharia de Lorena, University of São Paulo, Lorena, 2014. doi:10.11606/D.97.2014.tde-24072014-152509. Acesso em: 2025-02-04.

Lee, S. L., & Lee, C. W. (2009). Performance characteristics of silver catalyst bed for hydrogen peroxide. *Aerospace Science and Technology*, 13(1), 12-17.

Torre, L., Pasini, A., Romeo, L., Cervone, A., & d'Agostino, L. (2009). Performance of a monopropellant thruster prototype using advanced hydrogen peroxide catalytic beds. *Journal of Propulsion and Power*, 25(6), 1291.

Mark Ventura, P. E., Wernimont, E., Heister, S., & Steve Yuan, P. E. (2007). Rocket grade hydrogen peroxide (RGHP) for use in propulsion and power devices-historical discussion of hazards. In 43rd AIAA Joint Propulsion Conference, p. 8 – 11.

Vieira, R., Bastos-Netto, D., Ledoux, M. J., & Pham-Huu, C. (2005). Hydrazine decomposition over iridium supported on carbon nanofibers composite for space applications: near actual flight conditions tests. *Applied Catalysis A: General*, 279(1), 35-40.

Bonifacio, S. (2007). Analysis and design of a multi-phase catalytic reactor for the decomposition of hydrogen peroxide in space propulsive systems (Doctoral dissertation, Università degli Studi di Napoli Federico II).

Pasini, A., Torre, L., Romeo, L., Cervone, A., d'Agostino, L., Musker, A. J., & Saccoccia, G. (2007). Experimental characterization of a 5 N hydrogen peroxide monopropellant thruster prototype. *AIAA Paper*, 5464, 2007.

Wernimont, E. J. (2006, July). System trade parameter comparison of monopropellants: hydrogen peroxide vs hydrazine and others. In 42nd AIAA Joint Propulsion Conference.

Kappestein, C. et al. Monopropellant decomposition catalysts: V. Thermal decomposition and reduction of permanganates as models for the preparation of supported MnO<sub>x</sub> catalysts. *Applied Catalysis* 234 (2012) 145-153.

Barros Neto, B., Scarminio, I. S., & Bruns, R. E. (2001). *Como fazer experimentos: Pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria* (2<sup>a</sup> ed.). Campinas: Editora da Unicamp.