



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

**DESENVOLVIMENTO DE UM CATALISADOR NACIONAL (33%Ir/Al₂O₃)
PARA A DECOMPOSIÇÃO DA HIDRAZINA EM PROPULSORES DE
SATÉLITES**

Cindy Aimi Yamamoto Salazar

Relatório de Iniciação Científica do programa PIBIC, orientada pelo Ely Vieira Cortez

INPE

Cachoeira Paulista

2023

AGRADECIMENTOS

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPq, pelo auxílio financeiro com uma bolsa de Iniciação Científica.

Ao Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE pela oportunidade de estudos e utilização de suas instalações.

Ao orientador Ely Vieira pela orientação e dedicação na realização deste trabalho.

RESUMO

O objetivo deste presente projeto é o desenvolvimento de um catalisador nacional (33%Ir/Al₂O₃) para ser empregado na decomposição da hidrazina em propulsores de satélites de baixo empuxo, cujo fim é o controle de órbita e altitude dos mesmos. O uso de hidrazina como monopropelente para sistemas de propulsão de satélite é amplamente utilizado por mais de meio século. Cabe destacar que apesar de existir um direcionamento na substituição da hidrazina por propelentes verdes, considerando os seus riscos inerentes, este é ainda o monopropelente mais empregado devido ao fato de se decompor cataliticamente em baixas temperaturas (~150 °C) e, por ser altamente energético, elimina gases altamente pressurizados, sendo, portanto, o monopropelente ideal para o controle de satélites. Também é relevante citar o fato de que o Brasil ainda não possui um catalisador nacional para a decomposição do monopropelente hidrazina, dificultando na autonomia nacional em relação a catalisadores importados utilizados em satélites do instituto. O projeto é dividido em duas etapas principais sendo elas a síntese do suporte (posteriormente a caracterização e a impregnação do metal no suporte) e a qualificação do catalisador em um propulsor 1N. Os precursores da alumina, Al(OH)₃ (gibbsita) e AlOOH (boehmita), foram obtidos no LCP/INPE e no Laboratório de Catálise Heterogênea da Univap, respectivamente. Para a síntese da boehmita, será realizada uma reação de precipitação utilizando como reagentes o sulfato de alumínio, hidróxido de sódio e aluminato de sódio. Após a síntese, será realizado o Ensaio da Área Superficial (BET) e avaliar as condições do suporte. Esta etapa é essencial, dado que o catalisador deve ser eficiente na decomposição da hidrazina; ter capacidade de iniciar a decomposição em baixa temperatura; ter resistência mecânica compatível adequada e ser estável, de modo a se ter longa durabilidade. Desse modo, espera-se resultados positivos em relação ao suporte do catalisador para seguir com as próximas etapas do projeto.

LISTA DE FIGURAS

1. Reator de vidro	3
2. Pseudoboehmita após seleção granulométrica.....	4
3. Fluxograma da síntese da pseudoboehmita	4
4. Fluxograma da síntese da gibbsita	5
5. Equipamento para análise de área superficial por BET	6

SUMÁRIO

1) INTRODUÇÃO.....	1
2) DADOS E METODOLOGIA	1
a) Estudo inicial.....	1
b) Síntese do suporte.....	1
c) Obtenção da pseudoboehmita.....	3
d) Obtenção da gibbsita	4
e) Análise BET	5
3) RESULTADOS.....	6
4) CONCLUSÃO.....	6
5) REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	6

1. INTRODUÇÃO

O objetivo principal deste projeto é o desenvolvimento de um catalisador (33%Ir/Al₂O₃), com tecnologia nacional, para ser empregado na decomposição da hidrazina em motores de satélites.

Os objetivos específicos deste projeto incluem a eficiência do catalisador na decomposição da hidrazina; capacidade de iniciar a decomposição em baixa temperatura; resistência mecânica compatível adequada e estabilidade, de modo a se ter longa durabilidade.

Para avaliar a evolução do projeto serão consideradas as características físico-químicas do catalisador esperadas e o seu desempenho no propulsor. Serão selecionados os catalisadores para testes no propulsor os catalisadores que tenham as propriedades similares ao do catalisador comercial. Posteriormente, o catalisador selecionado será testado em propulsor (1 N), onde será qualificado para uso prático em aplicações reais em sistemas micropropulsivos.

2. DADOS E METODOLOGIA

2.1. Estudo inicial

O projeto possui como primeiro objetivo específico a síntese do suporte de alumina para o catalisador. Dessa forma, a primeira atividade a ser realizada foi o estudo da literatura sobre a atuação da alumina como suporte de catalisador.

O projeto é dividido nas seguintes etapas: síntese do suporte (em síntese do precursor de alumina, autoclavagem, extrusão, esferoidização e calcinação), caracterização (físico-química e mecânica), impregnação do metal no suporte e qualificação do catalisador em um propulsor de 1 N.

2.2. Síntese do suporte

Basicamente, pode-se dizer que a síntese do suporte é a etapa crucial deste processo haja vista que é onde se definirão as principais propriedades do catalisador como o desenvolvimento da porosidade, a área superficial e a resistência mecânica. Este processo é ainda subdividido em síntese do precursor de alumina, autoclavagem, extrusão, esferoidização e calcinação.

A primeira etapa para a obtenção do suporte é a Síntese do Precursor de alumina: Al(OH)₃ (gibbsita) e AlOOH (bohemita).

Para realizar a síntese desses compostos, contamos com o apoio da equipe do laboratório de catalise heterogênea da UNIVAP em São José dos Campos, onde obtemos informações em relação ao procedimento da síntese das precursores da alumina, pseudoboehmita e gibbsita.

2.3. Obtenção da pseudoboehmita

A primeira etapa é a preparação das soluções dos reagentes. Em um béquer de 1000 ml foi pesado 179,28 g de sulfato de alumínio (marca Vetec, lote 0802193). Em seguida adicionou-se 350 ml de água deionizada sob agitação magnética de 700 rpm à temperatura ambiente, mantendo-se nessas condições até a dissolução completa do sal. Após a dissolução, a solução foi filtrada em um funil de Buchner. A solução apresentou pH 0,82 a 25°C. Em seguida completou-se o volume com água deionizada até 570 ml.

Para a solução de hidróxido de sódio utiliza-se um béquer de vidro de 1000 ml. Pesou-se 50,29g de hidróxido de sódio (marca MERCK, lote B0895598 315) e adicionou-se 300 ml de água deionizada sob agitação magnética a 400 rpm a temperatura ambiente até dissolução total e completou o volume até 365 ml. A solução apresenta um pH 13,52 a 25°C.

Para a última solução, utiliza-se um béquer de plástico de 1000 ml, pesou-se 46,10g de aluminato de sódio (marca Sigma-Aidrich, lote 60730). Adicionou-se lentamente 100 ml de água deionizada sob agitação magnética de 400 rpm a temperatura ambiente. Após dissolução, a solução filtrada em um funil de Buchner. O volume foi elevado com água deionizada até 130 ml. A solução apresentou pH 13,75 a 25°C.

Para a preparação da suspensão do hidróxido de alumina, o volume de 570 ml da solução de sulfato de alumínio foi transferida para o reator de vidro encamisado sob agitação mecânica em torno de 700 rpm. A temperatura do banho termostatizado foi setada em 78,5°C. A leitura da temperatura do meio reacional foi realizada com a introdução de um sensor do tipo PT 100 e pH=0,92.

Figura 1 – Reator de vidro



Fonte: elaborado pelo autor (2023).

Quando a temperatura do meio reacional atingiu 74°C a solução permaneceu límpida, iniciou-se a adição da solução de hidróxido de sódio. A adição foi realizada com o auxílio de uma bomba peristáltica a uma vazão 11 ml/minuto. Quando todo o volume de 365 ml foi adicionado o pH ficou em 3,25 a T=74,1°C.

Em seguida, adicionou-se a solução de aluminato de sódio na vazão de 11 ml/minuto e com a temperatura da suspensão em torno de 73,8°C e 74°C. O pH da suspensão foi elevado até pH=9,30.

A solução foi transferida para um funil de Buchner grande com um kitassato de 5L para proceder com a filtração à vácuo. Em seguida, realizou-se a lavagem do hidróxido de alumínio com 15L de água deionizada na temperatura entre 40 e 45°C.

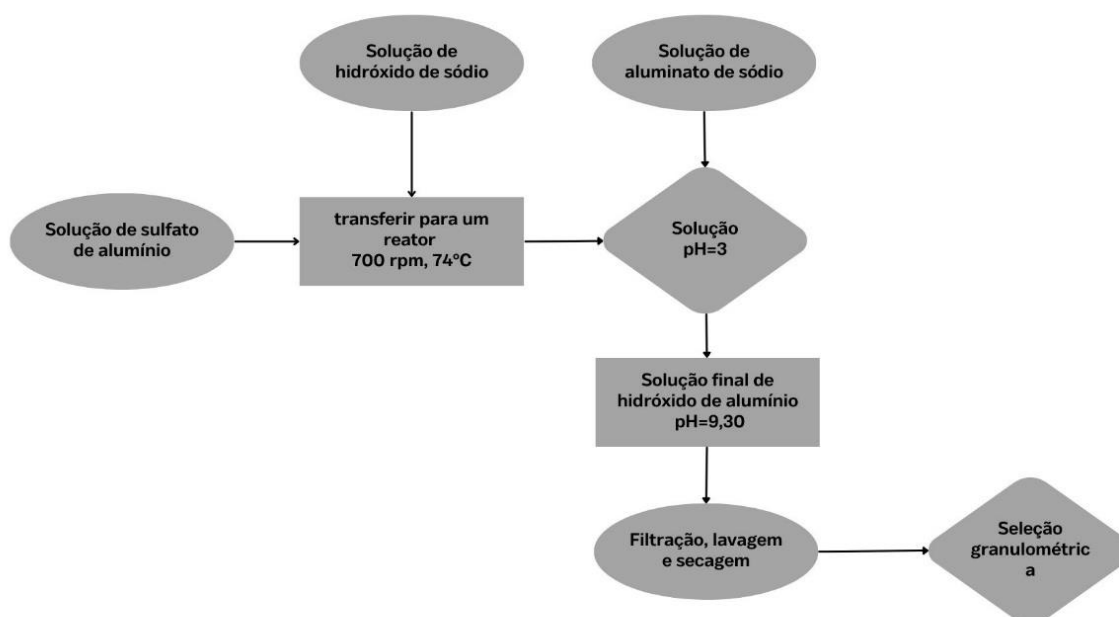
Após 20 horas na estufa a 120°C, o hidróxido foi removido e resfriado até temperatura ambiente. Na sequência foi realizado a seleção granulométrica com peneira de 38 µm.

Figura 2 – Pseudoboehmita após seleção granulométrica



Fonte: elaborada pelo autor (2023).

Figura 3 – Fluxograma da síntese da pseudoboehmita



Fonte: elaborado pelo autor (2023).

2.4. Obtenção da gibbsita

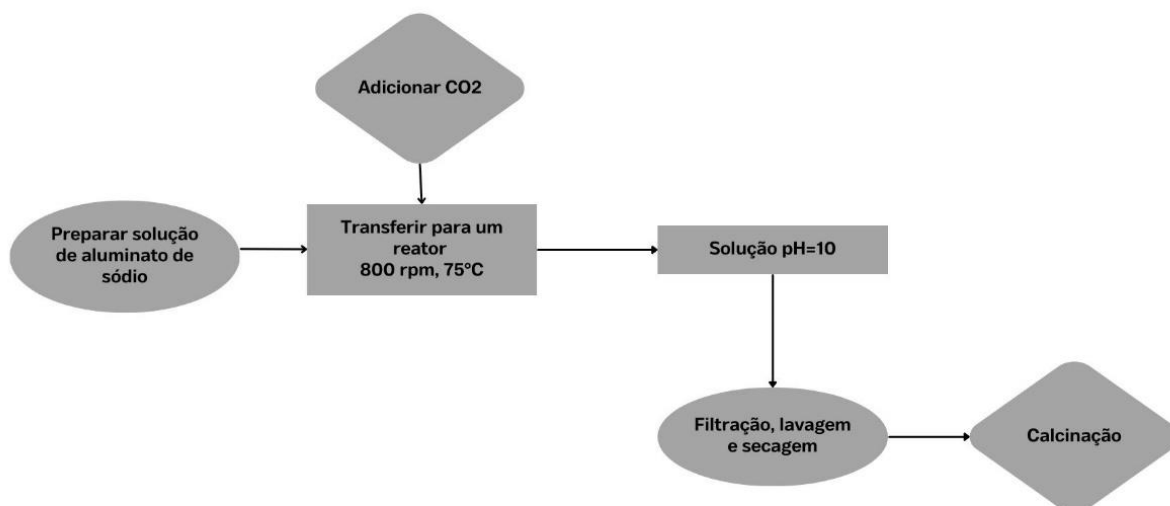
Em um béquer pesa-se 162,0g de aluminato de sódio. Adiciona-se 500 ml de água destilada e deionizada sob agitação magnética, até a dissolução completa. Em seguida, filtrar a solução à vácuo, utilizando-se de 1 papel de filtro qualitativo.

A solução é transferida para um reator de síntese sob agitação mecânica de aproximadamente 800 rpm. Deve-se ajustar o banho para manter a temperatura da solução em torno de 75°C.

Quando a solução de aluminato de sódio atingir a temperatura de 75°C e adicionado a mistura CO₂ 70% (CO₂ 70% + N₂ 30%) com fluxo de 48 ml/min até atingir o pH 10.

Depois da reação, a suspensão deve ser filtrado em funil de Buchner grande com 1 papel qualitativo à vácuo. A torta deve ser lavada com 20 litros de água destilada e deionizada aquecida a 80°C. Após a lavagem, transferir a torta para um vidro de relógio e colocar em uma estufa de recirculação forçada a 40°C.

Figura 4 – Fluxograma da síntese da gibbsita



Fonte: elaborado pelo autor (2023)

2.5. Análise BET

Com a massa da amostra obtida, foi realizada uma análise da área superficial da pseudoboehmita. Utilizou-se o equipamento Micromeritics ASAP 2020 com adsorção de N₂, método desenvolvido por Brunauer et al. (1938).

Figura 5 – Equipamento para análise de área superficial por BET



Fonte: elaborado pelo autor (2023).

3. RESULTADOS

Durante o período do projeto de iniciação científica foi possível obter a precursora da alumina, pseudoboehmita, porém não foram feitas análises suficientes na amostra, apenas a análise de área superficial BET. Foi coletado 1,2370 g da amostra e foi obtida uma área superficial de $170,4270 \pm 0,3502 \text{ m}^2/\text{g}$.

4. CONCLUSÃO

Nas diversas sínteses que foram realizadas no laboratório, várias foram prejudicadas por conta de algum fator como vencimento de algum reagente ou manutenção de algum equipamento, o que encurtou o tempo disponível para realizar os procedimentos. A próxima etapa do projeto seria a síntese da gibbsita e obter a alumina com as devidas proporções de cada precursor. Faz-se necessário insistir na etapa de síntese do suporte até obter uma amostra que atenda os critérios e seguir para as próximas etapas.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

JOFRE, J. B. F. **Catalisadores de Ir-Ru/Al₂O₃ e Ru/Al₂O₃ Aplicados em Sistemas Propulsivos**. 2008. 100 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo.

TANAKA et al. **Síntese e caracterização de aluminas para aplicação como suporte de catalisador**. 2004. Laboratório Associado de Combustão e Propulsão, Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais. 6 p.

SANTOS, R. G. N.; NETO, T. G. S. **Preparação e caracterização de catalisadores de Ir/Al₂O₃, Ru/Al₂O₃ e Ir-Ru/Al₂O₃**. 2014. 47 p. Relatório final de projeto de iniciação científica (PIBIC/CNPq) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais.

TRIMM, D. L.; STANISLAUS, A. **The control of pore size in alumina catalyst supports: a review**. Elsevier Science Publishers B. V., Amsterdã, Reino dos Países Baixos 24 p. 1985.

SAIZ, J. S. **Obtención de pseudobohmita mediante el método sol-gel**. 2006. 85 p. Trabalho de conclusão de curso (Engenharia Química) – Universidade dos Andes, Bogotá.

COELHO et al. **Specific surface area and structures of aluminas from fibrillar pseudobohmite**. Revista Matéria, v. 13, n. 2, p. 329 – 341, 2008.

