



## **Sistema de Teste de Gota para Avaliação de Catalisadores na Decomposição de *High Test Peroxide (HTP)***

*Curso: PPGPM – Programa de Pós-Graduação em Processamento de Materiais*

*Quadro de aprovações:*

	<b>Responsável</b>
<b>Discente</b>	<i>Mariana Marciano Leite</i>
<b>Orientadora</b>	Prof <sup>a</sup> Dr <sup>a</sup> Ivone Regina de Oliveira

**Elaborado por:**

*Mariana Marciano Leite*

**Aprovado por:**

*Octávio Mathias Silva*



As informações contidas no presente documento incluem informações proprietárias da BIZU SPACE. Essas informações não podem ser copiadas ou usadas em qualquer forma, exceto se expressamente autorizado por escrito pela BIZU SPACE.

## CONTEÚDO

1. Objetivo .....	3
2. Documentos de referência .....	3
3. Acrônimos e definições .....	4
4. Introdução .....	5
5. Metodologia de Desenvolvimento .....	6
5.1. Versão inicial e suas limitações.....	6
5.2. Melhorias Implementadas no Sistema de Teste de Gota.....	8
6. Resultados Experimentais .....	12
6.1. Estabilidade e Reprodutibilidade dos Ensaios .....	12
6.2. Sensibilidade aprimorada à atividade catalítica .....	13
6.3. Confiabilidade do registro automático de dados .....	13
6.4. Comportamento geral observado .....	13
7. Conclusão Geral do DPA .....	14

## 1. Objetivo

### Objetivo geral

Desenvolver um protótipo funcional, seguro, reproduzível e sensível para análise comparativa de catalisadores sólidos para decomposição de *HTP*.

### Objetivos específicos

- Criar um aparato que permita depositar gotas precisas de *HTP* sobre o óxido;
- Medir em tempo real pressão (mbar) e temperatura (°C) com alta sensibilidade;
- Registrar automaticamente os dados via software (CHAVES BIZU);
- Garantir repetibilidade experimental;
- Permitir avaliação rápida de diversos óxidos para aplicação futura em impregnação;
- Fornecer base experimental para escolha do melhor óxido ativo para os catalisadores de alta eficiência em desenvolvimento no LabCat.

## 2. Documentos de referência

O desenvolvimento deste sistema experimental foi sustentado por trabalhos acadêmicos de relevância na área de decomposição catalítica do peróxido de hidrogênio, que forneceram embasamento técnico, metodológico e científico para as decisões de projeto, análises comparativas e validação do protótipo. Os principais documentos utilizados como referência foram:

- Souza, Amanda Cassiano de. *Catalisadores suportados em aluminas dopadas para decomposição do peróxido de hidrogênio em propulsores de satélites* / Amanda Cassiano de Souza. — São José dos Campos: Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), 2022. Tese (Doutorado em Engenharia e Tecnologia Espaciais / Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores).
- Pereira, Luís Gustavo Ferroni. *Desenvolvimento de materiais catalíticos à base de óxidos mistos para a decomposição do monopropelente peróxido de hidrogênio* / Luís Gustavo Ferroni. — [Reimp.; corr.] Lorena: Escola de Engenharia de Lorena — Universidade de São Paulo, 2014. Dissertação (Mestrado em Ciências — Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais).

### 3. Acrônimos e definições

Tabela de acrônimos e definições técnicas

<b>Acrônimo ou Termo</b>	<b>Definição</b>
<b>HTP</b> – <i>High-Test Peroxide</i>	Peróxido de hidrogênio de alta concentração ( $\geq 85\%$ ), utilizado como monopropelente em sistemas de propulsão
<b>LabCat</b> – <i>Laboratório de Catálise da UNIVAP</i>	Laboratório parceiro responsável pelo apoio técnico e infraestrutura para síntese, calcinação e caracterização dos materiais catalíticos
<b>DRX</b> – <i>Difração de Raios X</i>	Técnica analítica utilizada para identificar fases cristalinas e confirmar a formação dos óxidos após calcinação
<b>TGA</b> – <i>Termogravimetria</i>	Técnica utilizada para determinar a temperatura de decomposição e de formação de fases dos óxidos metálicos
<b>BET</b> – <i>Brunauer–Emmett–Teller</i>	Método de análise textural utilizado para determinar área superficial específica e volume de poros de sólidos
<b>MEV</b> – <i>Microscopia Eletrônica de Varredura</i>	Técnica usada para avaliar morfologia, textura superficial e presença de aglomerados ou microfissuras
<b>ID</b> – <i>Ignition Delay</i>	Tempo decorrido entre o contato da gota de peróxido e o início efetivo da decomposição catalítica
<b>P&amp;D</b> – <i>Pesquisa e Desenvolvimento</i>	Conjunto de atividades destinadas à criação, melhoria e validação de soluções tecnológicas
<b>CHAVES</b> – <i>Software</i>	Sistema de controle e monitoramento de dados desenvolvido pela BIZU Space
<b>DAQ</b> – <i>Data Acquisition</i>	Sistema de Aquisição de Dados Modular desenvolvido pela BIZU Space

Fonte: A autora

## 4. Introdução

O presente documento descreve o desenvolvimento de um sistema experimental de avaliação catalítica por teste de gota, projetado para analisar o comportamento de diferentes óxidos metálicos na decomposição do peróxido de hidrogênio de alta concentração (HTP). O projeto foi desenvolvido na BIZU Space, em parceria com o Laboratório de Catálise (LabCat), situado no IP&D/UNIVAP, como parte do programa de Pesquisa e Desenvolvimento (P&D) voltado à fabricação de catalisadores de alto desempenho para sistemas de propulsão baseados na decomposição catalítica de HTP.

A necessidade de atualizar o protótipo surgiu das limitações observadas no sistema anteriormente utilizado no LabCat para ensaios de gota. Embora houvesse um aparato básico capaz de realizar estudos preliminares, sua precisão e reprodutibilidade eram insuficientes para as exigências do atual estágio de desenvolvimento. Entre as principais limitações identificadas estavam:

- baixa sensibilidade, especialmente nas medições de pressão;
- falta de reprodutibilidade, devido à variação do volume das gotas aplicadas;
- ausência de padronização e de calibração precisa do sistema;
- falhas de vedação, que comprometiam a coerência dos dados de pressão;
- impossibilidade de registrar dados contínuos e confiáveis.

Diante dessas restrições, tornou-se necessário reconstruir o sistema em uma versão aprimorada, mais robusta, mais sensível e adequada às necessidades do projeto. A nova configuração foi projetada para fornecer dados confiáveis, repetíveis e comparáveis entre diferentes óxidos metálicos, permitindo a análise detalhada de parâmetros críticos da reação catalítica, tais como:

- *ignition delay* (tempo de ignição);
- perfil de pressão gerada durante a decomposição;
- perfil de temperatura ao longo da reação;
- eficiência comparativa entre óxidos candidatos à impregnação.

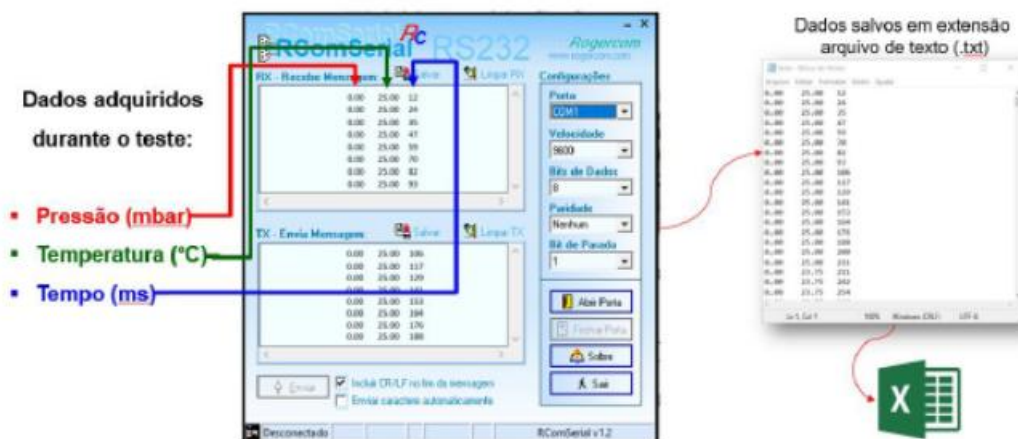
O sistema passou por algumas iterações de melhoria e, em sua versão atual, atende aos requisitos de sensibilidade, repetibilidade e confiabilidade necessários para ensaios de seleção catalítica, constituindo uma ferramenta essencial para o avanço do desenvolvimento de catalisadores de alto desempenho para *HTP*.

## 5. Metodologia de Desenvolvimento

### 5.1. Versão inicial e suas limitações

O primeiro passo deste projeto consistiu na avaliação do desempenho e da confiabilidade do sistema de teste de gota utilizado no LabCat (Laboratório de Catálise Heterogênea – UNIVAP) para a decomposição do peróxido de hidrogênio concentrado. O objetivo inicial foi verificar se o sistema existente era capaz de fornecer dados precisos de pressão e temperatura, com sensibilidade suficiente para caracterizar a eficiência catalítica de diferentes óxidos metálicos. Também foram avaliadas a reprodutibilidade dos ensaios, a responsividade dos sensores e a adequação do software de aquisição de dados, garantindo que o sistema pudesse servir como ferramenta confiável para as etapas subsequentes de desenvolvimento.

Figura 1: Interface do programa de aquisição utilizado no sistema anterior (tese da Amanda / LabCat)



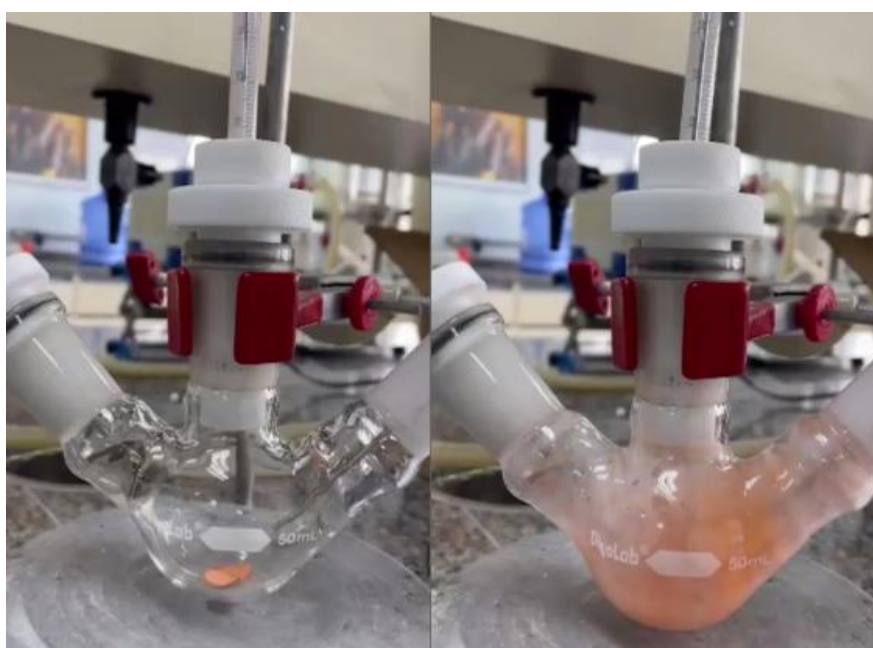
Fonte: Amanda, 2021.

Durante essa avaliação inicial, foram identificadas limitações relevantes no sistema do LabCat, especialmente no monitoramento da decomposição. O sensor de pressão instalado

atingia seu limite antes de registrar o pico real da reação, impedindo a captura completa do perfil de pressão. Isso comprometia a análise da atividade catalítica, já que o comportamento real não podia ser registrado com precisão.

A medição de temperatura também apresentou inconsistências. O termopar utilizado não possuía sensibilidade adequada para detectar pequenas variações térmicas. Considerando que a decomposição do  $H_2O_2$  é exotérmica e deveria apresentar aumento de temperatura e pressão, a ausência dessa correlação nas leituras indicava limitação instrumental e não comportamento químico real.

Figura 2: Primeiros testes de gota de HTP 90% com óxidos



Fonte: A autora.

Outras limitações estruturais também foram identificadas, como a ausência de um suporte para comportar o óxido, isso permitia que o contato da gota com o óxido se espalhasse, dificultando a interpretação dos resultados. Além disso, o sistema não possuía vedação eficiente: parte da pressão formada escapava pelas conexões, produzindo gráficos inconsistentes, com valores substancialmente menores do que o comportamento real dos óxidos testados.

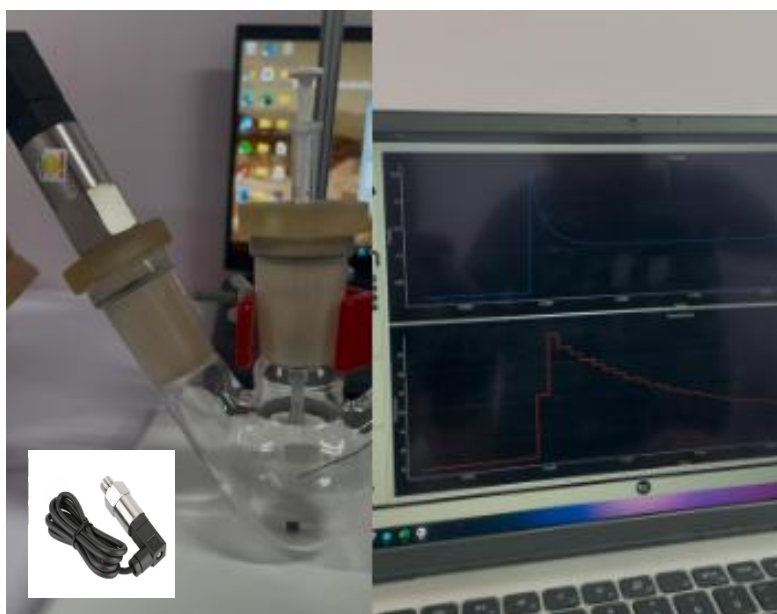
A soma dessas limitações demonstrou que o sistema não atendia aos requisitos necessários para o desenvolvimento de um catalisador de alto desempenho. Dessa forma, tornou-se evidente a necessidade de criar uma versão mais sensível e reproduzível.

## 5.2. Melhorias Implementadas no Sistema de Teste de Gota

Como o objetivo dessa nova versão era superar essas limitações identificadas, foi feita uma versão aprimorada e revisada do sistema experimental, garantindo maior confiabilidade nos resultados para estudos da seleção dos óxidos a serem impregnados no suporte catalítico posteriormente.

No novo sistema, o sensor implementado foi um transdutor de pressão com faixa nominal com valores mais próximos do esperado, capaz de operar com alta resolução após calibração integrada à DAQ da BIZU Space. Diferentemente do dispositivo utilizado no sistema anterior, que saturava antes mesmo de registrar o pico real da decomposição do  $H_2O_2$ , o novo sensor permite acompanhar toda a evolução da pressão durante a reação. A reconfiguração do circuito de leitura possibilitou trabalhar na faixa de milibar (mbar), ampliando significativamente a sensibilidade do monitoramento. Associado ao CHAVES, o sistema passou a registrar variações contínuas de pressão, garantindo maior precisão e permitindo comparar com clareza o desempenho catalítico entre os diferentes óxidos avaliados.

Figura 3: Implementação do novo transdutor de pressão e integração ao software desenvolvido pela BIZU

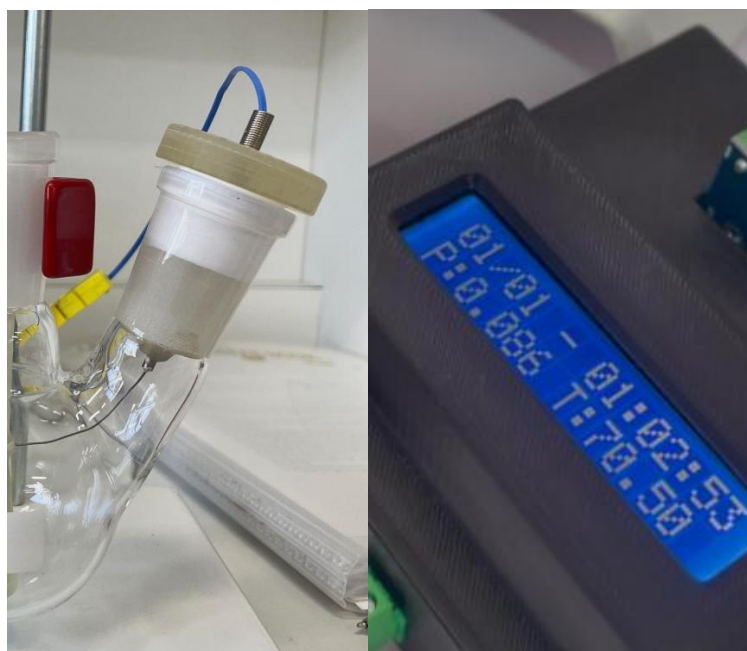


Fonte: A autora.

No novo sistema, o termopar implementado corrigiu uma das limitações mais significativas do aparato anterior: a baixa sensibilidade térmica. No sistema utilizado como referência, o sensor original apresentava dimensões maiores e resposta lenta, o que impedia o registro preciso da evolução térmica da reação, obrigando análises indiretas baseadas

apenas na comparação entre a temperatura do balão e a temperatura ambiente. Na versão aprimorada, foi adotado um termopar tipo K, com bainha fina, proporcionando maior responsividade e capacidade de detectar pequenas variações de temperatura associadas à decomposição exotérmica do *HTP*. Essa atualização possibilitou uma correlação mais robusta entre os perfis de temperatura e pressão, resultando em uma caracterização mais fiel do comportamento catalítico dos óxidos avaliados.

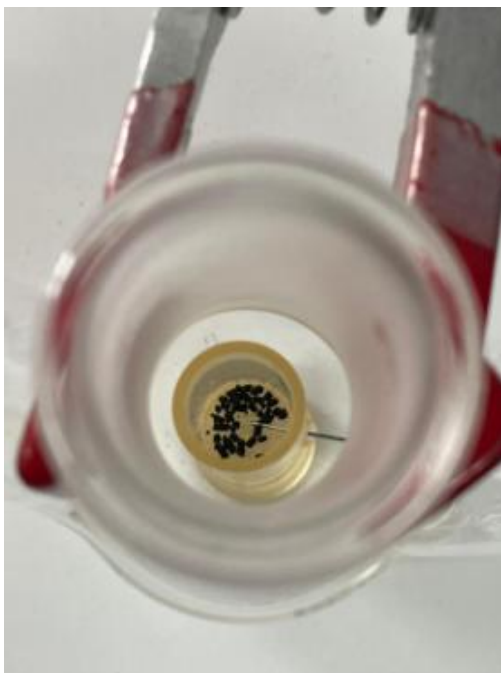
Figura 4: Novo termopar de alta sensibilidade implementado no sistema de gota



Fonte: A autora.

Para aumentar a precisão das medições térmicas, o suporte destinado ao óxido foi projetado e fabricado na BIZU. O novo modelo permite que o sensor permaneça em contato direto com o material e com a gota de peróxido durante todo o ensaio. Essa configuração otimizada garante leituras térmicas mais representativas da reação, aumentando significativamente confiabilidade na análise do desempenho catalítico.

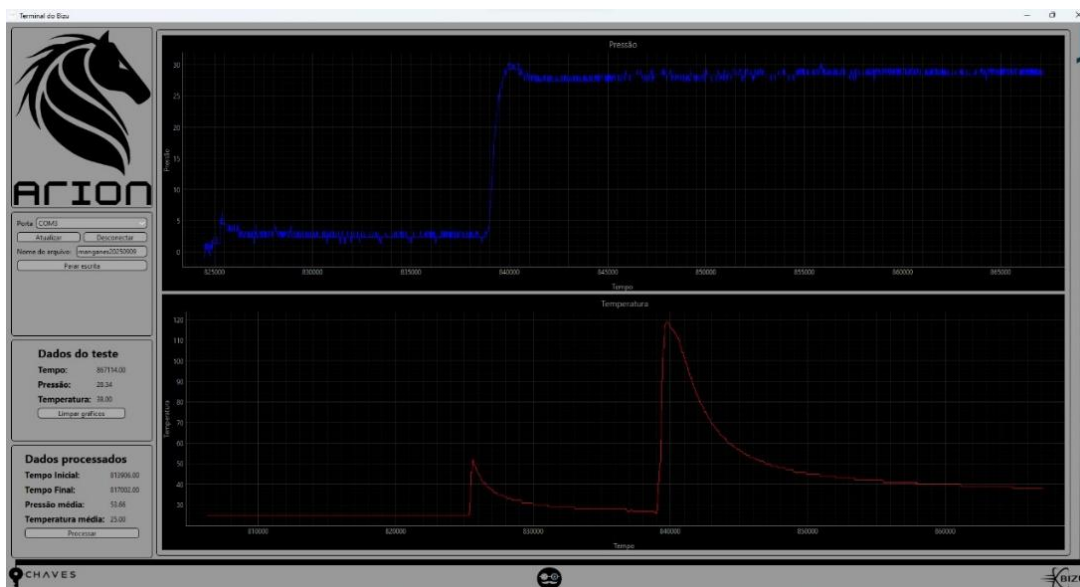
Figura 5: Suporte desenvolvido com encaixe lateral dedicado ao termopar



Fonte: A autora.

Além das melhorias nos sensores, a BIZU implementou modificações essenciais no sistema de vedação, um dos pontos mais críticos da versão anterior. A falta de estanqueidade permitia o escape parcial da pressão gerada durante a decomposição, distorcendo a curva pressão  $\times$  tempo e comprometendo a confiabilidade dos dados. Para solucionar o problema, foram instalados O-rings reforçados e readequado o encaixe da tampa, garantindo fechamento preciso e eliminação de vazamentos. Com a vedação estabilizada, tornou-se possível registrar fielmente toda a evolução pressórica da reação. Paralelamente, o código do sistema foi reescrito para aumentar a taxa de amostragem, incorporar filtros digitais de redução de ruído e habilitar integração total com o sistema CHAVES, permitindo o monitoramento contínuo e sincronizado dos sinais de pressão e temperatura.

Figura 6: Interface do programa de aquisição CHAVES no sistema de gotas atual



Fonte: A autora.

Outra adaptação fundamental foi a implementação de uma pipeta volumétrica ajustável garantindo controle preciso sobre o volume de cada gota de HTP aplicada no óxido. Para integrar esse novo método de dispensação ao sistema, foram produzidas rolhas customizadas que permitem o acoplamento adequado da pipeta ao balão. A validação dessa adaptação foi realizada por meio de testes comparativos utilizando diferentes volumes de peróxido, com o objetivo de identificar aquele que proporcionasse o melhor equilíbrio entre sensibilidade, reprodutibilidade e clareza nas curvas de pressão e temperatura. O volume ideal deveria gerar resposta catalítica mensurável sem saturação térmica e com diferenças suficientemente marcantes para distinguir o desempenho entre os óxidos. Com base nesses critérios, definiu-se o volume que passou a ser utilizado como padrão nos ensaios subsequentes.

Figura 7: Sistema adaptado para uma pipeta volumétrica no sistema de gotas



Fonte: A autora.

No conjunto, essas melhorias resultaram em um sistema moderno, sensível, reprodutível e robusto, atendendo às exigências do desenvolvimento de catalisadores de alto desempenho para a decomposição do HTP.

## 6. Resultados Experimentais

Após a implementação das melhorias estruturais, eletrônicas e operacionais, o sistema de avaliação catalítica por teste de gota demonstrou desempenho significativamente superior ao protótipo anterior, oferecendo leituras estáveis, reprodutíveis e sensíveis o bastante para suportar a seleção criteriosa de óxidos para impregnação.

### 6.1. Estabilidade e Reprodutibilidade dos Ensaios

Com a padronização do volume da gota e a melhoria na vedação, tornou-se possível executar séries experimentais consecutivas sem variação significativa entre os ensaios.

Os testes apresentaram:

- curvas de pressão  $\times$  tempo consistentes,

- variação térmica compatível com a reação exotérmica,
- redução expressiva no ruído experimental.

Esse comportamento demonstra que o sistema passou a operar com confiabilidade estatística às medições.

## **6.2. Sensibilidade aprimorada à atividade catalítica**

Com a integração do novo sensor de pressão (resolução em mbar) e do termopar de alta sensibilidade, o sistema mostrou-se capaz de:

- distinguir pequenas diferenças entre comportamentos catalíticos,
- identificar tendências de reatividade,
- registrar picos pressóricos completos sem saturação,
- correlacionar de forma clara temperatura e pressão durante a decomposição.

Essa alta resolução proporcionou curvas mais definidas, com comportamentos nítidos entre início, pico e relaxamento da reação, o que não era possível observar no sistema anterior.

## **6.3. Confiabilidade do registro automático de dados**

A integração total com o software CHAVES permitiu:

- aquisição contínua de pressão e temperatura em tempo real,
- sincronização precisa entre os sensores,
- armazenamento automático das curvas,
- padronização do procedimento e eliminação de erros humanos.

O tempo de ignição passou a ser medido de forma consistente, utilizando o cronômetro apenas como redundância.

## **6.4. Comportamento geral observado**

O sistema demonstrou ser capaz de diferenciar claramente:

- materiais altamente reativos,
- materiais que apresentam ignição lenta,

- materiais praticamente inativos.

Essa distinção é fundamental para o processo de seleção racional dos candidatos a impregnação e somente foi possível com as melhorias implementadas.

## **7. Conclusão Geral do DPA**

O protótipo desenvolvido alcançou pleno funcionamento e demonstrou elevada sensibilidade e confiabilidade, superando integralmente as limitações do sistema original e estabelecendo um novo padrão para a avaliação catalítica por teste de gota. As melhorias implementadas permitiram atingir repetibilidade consistente entre os ensaios, garantir a sensibilidade necessária para leituras em milibar e controlar o volume aplicado em cada gota de peróxido. Além disso, a integração com o sistema CHAVES possibilitou a coleta automatizada e contínua de dados, fornecendo curvas de pressão e temperatura de alta resolução que são fundamentais para análises comparativas entre diferentes óxidos metálicos.

Com essas evoluções, o sistema mostrou-se capaz de diferenciar perfis catalíticos distintos e de apoiar de maneira confiável a seleção dos materiais mais promissores para posterior impregnação nos suportes de alumina moldada, etapa que será conduzida no LabCat nas próximas fases do projeto. Assim, o protótipo representa um avanço expressivo no desenvolvimento de métodos nacionais de avaliação de catalisadores voltados à propulsão líquida e contribui diretamente para o fortalecimento da autonomia tecnológica brasileira no setor espacial.