

Otimização da Macroporosidade e Resistência Mecânica do Suporte Al_2O_3 para Propulsão Espacial

José P. S. Sene^{1,2}, Márcio S. Soares¹, Adriana M. da Silva^{1,*}

¹Instituto Nacional de Pesquisa Espaciais, Laboratório Associado de Combustão e Propulsão

²Universidade de São Paulo (USP), Lorena, Estrada Municipal do Campinho, s/n, Brasil

* adriana.silva@inpe.br

Resumo-Abstract

RESUMO – Este estudo avaliou o efeito da granulometria de uma gibbsita comercial e da razão de agente peptizante (ácido acético) sobre a resistência mecânica da Al_2O_3 . Os resultados mostraram que com o aumento da granulometria da gibbsita houve um ligeiro decréscimo na área superficial BET acompanhado por uma acentuada queda na resistência mecânica. Resultados de porosimetria de Hg mostraram um deslocamento da moda de distribuição de macroporos para maiores valores com o aumento da granulometria, indicando que além de acréscimos no volume de poros, houve também um aumento nas dimensões dos mesmos. De modo similar, com a adição de maiores quantidade de agente peptizante a resistência mecânica foi negativamente impactada, decrescendo drasticamente. Tal comportamento pode ser explicado em termos de uma modificação nas propriedades superficiais de interação da alumina (ponto isoelétrico), favorecendo à formação de agregados. Este estudo reforça a importância de se controlar a quantidade de macroporos bem a quantidade de agente peptizante de forma a se ter um material com resistência mecânica adequada (entre 4 e 5 N) para aplicações em motores de satélites.

Palavras-chave: 33%Ir/ Al_2O_3 , decomposição da N_2H_4 , resistência mecânica, macroporosidade, peptização

ABSTRACT – This study evaluated the role of the granule size of a commercial gibbsite and the peptizing agent ratio over the mechanical resistance of Al_2O_3 . The results showed the increase on the gibbsite granule size lead to a slight decrease on the BET surface area followed by a significant loss of the mechanical resistance. Hg porosimetry revealed a shift of the macropores distribution to higher values, indicating a raise on the pores volume and size. Analogously, upon the increase on the peptizing concentration was observed a loss on the mechanical resistance. This behavior can be associated to a modification on the surface interaction properties of the Al_2O_3 , promoting the particles aggregation. This study points out the relevance of controlling the amount of macropores and the peptizing agent in order to obtain a material with mechanical resistance suitable for thrusters satellites application.

Keywords: 33% Al_2O_3 , N_2H_4 decomposition, mechanical resistance, macroporosity, peptization

Introdução

A Al_2O_3 é o suporte catalítico mais amplamente empregado para aplicações industriais devido às suas excelentes propriedades. Na área aeroespacial, a alumina também se destaca como suporte para o catalisador 33% Ir, conhecido como o S-405, empregado para a decomposição da N_2H_4 em propulsores de satélites (1). Este processo é necessário para a correção de atitude e altitude de satélites. Embora o Brasil tenha trabalhado intensamente no desenvolvimento do referido catalisador, existem muitos desafios ainda a ser superados. Tal situação decorre do fato da engenharia deste catalisador ser bastante peculiar. Por um lado, a alta quantidade de metal, impregnada em 23 etapas, é necessária para preencher toda a superfície da rede de poros, aumentando, também a capacidade de

dissipação térmica do calor gerado. Somando-se a isso, uma alta dispersão metálica também é necessária. Por outro lado, o catalisador além de ter alta área superficial deve exibir uma rede de meso e macroporos interconectada para facilitar a expulsão dos gases gerados sem ocasionar danos aos grãos do catalisador, além de exibir resistência mecânica compatível com as condições de operação. Neste contexto, a alta resistência mecânica pode ser comprometida pela presença de macroporos, visto que são parâmetros antagônicos. Portanto, este trabalho apresenta um estudo detalhado da otimização da macroporosidade em relação à resistência mecânica, partindo de uma gibbsita comercial como precursor para a Al_2O_3 , avaliando o efeito acroporosidade e razão de agente peptizante sobre a resistência mecânica do suporte.

Experimental

Preparação dos suportes Al_2O_3 - A gibbsita comercial (C-30-ALCOA) foi empregada como precursor para a Al_2O_3 . O processo de síntese da alumina se baseou na metodologia desenvolvida pelo LABCP/INPE (1), na qual consistiu nas etapas de autoclavagem, peptização, moldagem por extrusão, esferoidização e calcinação.

Caracterização dos suportes Al_2O_3 - Os materiais foram caracterizados por: Fisissorção de N_2 (-196 °C) (Quantachrome / Nova 1000); Porosimetria de Hg (Quantachrome/ Poromaster 33 GT); medidas de força de ruptura à compressão (Chatillon/ 50 lb).

Resultados e Discussão

A Tabela 1 mostra os resultados de área superficial BET, porosimetria de Hg, volume poroso total e a média das forças de ruptura dos materiais preparados. Para fins comparativos, também são mostrados os resultados relativos a uma gibbsita sintetizada no LABCP/INPE, nomeada como Su01-17, com granulometria inferior a 0,038 mm.

Tabela 1 – Resultados de volumetria de nitrogênio dos suportes preparados com a gibbsita comercial e o suporte Su01-17.

Suporte	AE ($m^2 \cdot g^{-1}$)	V_m ($cm^3 \cdot g^{-1}$)	V_M ($cm^3 \cdot g^{-1}$)	V_T ($cm^3 \cdot g^{-1}$)	F.R. (N)
Su01-17	170	0,29	0,06	0,33	5,58
Su01GC	184	0,31	0,06	0,37	3,51
Su02GC	181	0,35	0,13	0,48	2,28
Su03GC	161	0,26	0,18	0,44	2,59
Su04GC	172	0,30	0,16	0,46	1,55
Su05GC	163	0,25	0,20	0,45	1,58
Su06GC	160	0,26	0,22	0,48	1,20

AE = Área específica (m^2/g) metodologia B.E.T.

V_m = Volume mesoporoso ($cm^3 \cdot g^{-1}$), poroso com diâmetro entre 3 a 20 nm, metodologia B.J.H.

V_M = Volume macroporoso, poroso com diâmetro entre 20 a 10000 nm

V_T = Volume total ($V_m + V_M$)

F.R. = Força de ruptura média

De acordo com os resultados da Tabela 01, verifica-se que os suportes com menores granulometria da gibbsita (Su01CG e Su02GC) conduziram a maiores valores de áreas específicas e volumes mesoporos dentre os materiais preparados. Por outro lado, a gibbsita com granulometria maior levou a maiores volume macroporosos. Com relação à distribuição de poros (não mostrada), foi observado um nítido deslocamento da moda da distribuição de macroporos para valores maiores, denotando que houve um aumento tanto no volume de macroporos como nas dimensões desses poros. Paralelamente, foi observado um decréscimo gradativo na resistência mecânica com o aumento da granulometria da gibbsita, como exibido pela média das forças de ruptura.

Um estudo da razão de agente peptizante foi realizado a fim de se verificar qual seria a melhor razão de agente

peptizante em relação à quantidade de material a ser extrudado. Na Tabela 2 são apresentados os resultado de razão de agente peptizante em função da força de ruptura.

Tabela 2- Resultados de força de ruptura em relação à razão de peptização

Razão de peptização (mL/g)	Média da força de ruptura (N)	Desvio padrão
0,65	3,6940	2,0795
0,70	3,2765	1,5512
0,75	3,0709	1,3530
0,80	2,1588	0,7945
0,85	1,9506	1,0257
0,90	1,7064	0,5150
0,95	1,6975	0,5243

Pelos resultados apresentados na Tabela 2 é possível verificar uma estreita relação entre a razão de agente peptizante e a resistência mecânica final dos suportes. Quanto maior a razão de peptização menor a resistência, porém uma maior homogeneização da força de ruptura, uma vez que o desvio padrão diminuiu. Efeito similar tem sido observado durante a peptização de sol de boehmita, tendo sido observado que para baixas razões as partículas se aglomeram até no máximo em duas unidades enquanto que com o aumento da quantidade de ácido os agregados vão se tornando maiores até ocorrer a floculação das partículas (2). No caso da alumina, a alta razão de ácido possivelmente alterou o ponto isoelétrico da Al_2O_3 , modificando suas interações superficiais, levando a agregados, resultando em perda da resistência mecânica.

Conclusões

Neste trabalho foi possível observar que a granulometria da gibbsita e a razão de agente peptizante são fatores que estão diretamente ligados a macroporosidade e a resistência mecânica do suporte. O aumento da razão de agente peptizante afetou negativamente a resistência mecânica, o que foi explicado pela modificação do ponto isoelétrico da Al_2O_3 , levando a formação de agregados.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao programa PCI/INPE/CNPq e ao PIBIC/CNPq e à empresa ALCOA

Referências

1. M. Soares, R.D. Barbosa, G.M. da Cruz, J.A.J. Rodrigues, S. Ribeiro, *Mat. Chem. Phys.* 2017,189, 153-161.
2. D.L. Trimm, A. Stanislaus, *Appl. Catal* 1986, 21, 215.