

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO TECNOLÓGICO DE JOINVILLE
CURSO DE ENGENHARIA AEROESPACIAL

ANA CAROLINA DA SILVA LUZ

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE CATALISADORES Ni/γ-Al_2O_3 SUPORTADOS EM ESPUMA DE Al_2O_3 PARA A REFORMA A VAPOR DE ETANOL

Joinville
2025

ANA CAROLINA DA SILVA LUZ

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE CATALISADORES Ni/γ-Al_2O_3 SUPORTADOS EM ESPUMA DE Al_2O_3 PARA A REFORMA A VAPOR DE ETANOL

Trabalho apresentado como requisito para obtenção do título de bacharel em Engenharia Aeroespacial do Centro Tecnológico de Joinville da Universidade Federal de Santa Catarina.

Orientador: Dr. Rafael de Camargo Catapan

Coorientadora: Ellen Pietschmann

Joinville
2025

ANA CAROLINA DA SILVA LUZ

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE CATALISADORES Ni/γ-Al_2O_3 SUPORTADOS EM ESPUMA DE Al_2O_3 PARA A REFORMA A VAPOR DE ETANOL

Este Trabalho de Conclusão de Curso foi julgado adequado para obtenção do título de bacharel em Engenharia Aeroespacial, na Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico de Joinville.

Joinville (SC), 02 de Julho de 2025.

Banca Examinadora:



Documento assinado digitalmente
Rafael de Camargo Catapan
Data: 09/07/2025 15:42:54-0300
CPF: ***.036.159-**
Verifique as assinaturas em https://v.ufsc.br

Dr. Rafael de Camargo Catapan
Orientador
Presidente



Documento assinado digitalmente
ELLEN PIETSCHMANN
Data: 09/07/2025 20:38:50-0300
CPF: ***.948.379-**
Verifique as assinaturas em https://v.ufsc.br

Ellen Pietschmann
Coorientadora



Documento assinado digitalmente
Wagner Mauricio Pachekoski
Data: 09/07/2025 16:30:44-0300
CPF: ***.494.569-**
Verifique as assinaturas em https://v.ufsc.br

Prof. Dr. Wagner Maurício Pachekoski
Membro(a)
UFSC



Documento assinado digitalmente
MAIRA OLIVEIRA PALM
Data: 09/07/2025 16:01:19-0300
CPF: ***.372.359-**
Verifique as assinaturas em https://v.ufsc.br

Profa. Dra. Maíra Oliveira Palm
Membro(a)
Univille / UFSC

À minha mãe, meu pontinho de Luz, farol constante nesta e em tantas outras jornadas.

AGRADECIMENTOS

Quero iniciar meus agradecimentos com aquele dedicado àqueles aos quais eu não teria sequer cogitado sonhar tão alto. Sempre sonhei em seguir com o ensino superior e quando, da noite para o dia, eu decidi que seria na engenharia aeroespacial que focaria todos os meus esforços, minha família não hesitou em me apoiar. Rosa, Cláudio, Amanda e meu amado Sméagol foram os pilares para que eu hoje chegasse tão longe. Só fui capaz de passar por todas as dificuldades por sempre saber que se eu falhasse, ainda teria a maior torcida do mundo para me reerguer. Amo vocês!

Agradeço imensamente aos meus avós, Renê, Ana e Maria Helena, que me ensinaram desde cedo que trabalho honesto nos edifica e que tudo é efêmero, mesmo as adversidades.

Agradeço à minha família, minhas tias, tios, primas e primos por nunca duvidarem de que eu era capaz e, quando eu mesma duvidei, me lembrarem que hoje estou onde pouquíssimos na minha família estiveram e isso, por si só, já é uma vitória imensa.

Por fim, mas não menos importante, agradeço aos meus amigos, a família que escolhi. Amigos de longa data e amigos recentes, cada um teve sua contribuição na minha vida e pelas quais eu sou eternamente grata. Entre jogos de tabuleiro, jantinhas, cafézinhos, idas ao cinema, rolês planejados e feitos no impulso, noites no pilates, sessões de choro e de reclamações, os meus dias se tornaram completos e tão cheios de alegria. Nunca estive verdadeiramente só e sou tão grata por isso. Aos amigos que sempre me perdoam quando sumo das redes sociais e quando passo semanas sem dar notícia, obrigada por nunca desistirem de mim.

E, afinal de contas, sou grata a mim mesma por nunca ter desistido dos meus sonhos. Este é só o começo.

Sou imensamente grata ao Laboratório de Combustão e Catálise Aplicadas (LAC), ao Laboratório de Tratamento de Superfícies (LaTS) ambos da Universidade Federal de Santa Catarina - Campus Joinville e ao Laboratório da Qualidade (TWA) da BMW - Planta Araquari por toda a infraestrutura, disponibilidade de equipamentos e, aos colegas dos laboratórios, por todo o suporte dado neste semestre, fundamentais para o sucesso deste trabalho. Agradeço também pela infraestrutura do Centro Multiusuário do Centro de Ciências Tecnológicas da Universidade do Estado de Santa Catarina (CMU/CCT/UDESC).

Adicionalmente, agradeço ao meu orientador e à minha coorientadora por cada ajuda, conselho, dica, ensinamento e por terem embarcado comigo nessa jornada incrível (e um pouco caótica) de fazer o TCC acontecer em 4 meses. Eu não teria sido capaz sem vocês!

"I don’t need sleep, I need answers. I need to determine where in this swamp of unbalanced formulas squatteth the toad of truth."
Sheldon Cooper

RESUMO

Com o aumento da demanda energética culminando no crescimento das emissões de dióxido de carbono (CO_2) no mundo, é necessário implementar medidas para mitigar a poluição excessiva que resulta no aumento da temperatura média global. O hidrogênio (H_2) é uma das alternativas utilizadas para substituir os combustíveis fósseis, emissores de gases de efeito estufa, devido à elevada densidade energética. Contudo, seu uso apresenta dificuldades relacionadas ao armazenamento, tanto na forma líquida quanto na forma gasosa. Assim, com foco na produção embarcada de H_2 a partir da reforma a vapor de etanol para uso em uma SOFC-APU (*solid oxide fuel cell - auxiliary power unit*), propõe-se neste trabalho a produção e caracterização de um catalisador de reforma de Ni/y-Al_2O_3 sobre espuma comercial de alumina produzido por *dip-coating*. O recobrimento com y-Al_2O_3 e a impregnação com Ni foram eficazes e pôde-se observar que houve deposição de aproximadamente 0,0457 g de Ni sobre a superfície disponível, o que é comparável com as referências utilizadas. Os resultados obtidos para aderência da camada de recobrimento com y-Al_2O_3 foram superiores a 92%. Entretanto, observou-se com microscopia eletrônica de varredura a presença de trincas e descolamentos da camada de recobrimento após a realização de ciclos térmicos, embora a aderência após 20 ciclos ainda tenha sido superior a 93%. Por fim, a conversão do etanol foi superior a 98% entre 500℃ e 600℃ o que evidencia a eficácia do catalisador produzido para a reforma a vapor de etanol.

Palavras-chave: Catalisador estruturado de Ni/y-Al_2O_3. Espuma cerâmica. SOFC-APU. Reforma a vapor de etanol.

ABSTRACT

With the increase of energy demand resulting in the rise in global carbon dioxide (CO_2) emissions, it becomes necessary to adopt measures that help mitigate excessive pollution, which contributes to the increase in average global temperatures. Hydrogen (H_2) is one of the alternatives used to replace fossil fuels, which are major emitters of greenhouse gases, due to its high energy density. However, its use still faces challenges, especially regarding storage, both in liquid and gaseous form. Therefore, focusing on the onboard production of H_2 via ethanol steam reforming for use in a SOFC-APU (solid oxide fuel cell – auxiliary power unit), this work proposes the production and characterization of a Ni/y-Al_2O_3 reforming catalyst supported on commercial alumina foam, produced via dip-coating. The y-Al_2O_3 coating and Ni impregnation were effective, showing significant deposition over the available surface. The results for the adhesion of the y-Al_2O_3 coating layer were above 92%. However, scanning electron microscopy images revealed the presence of cracks and delamination of the coating layer after thermal cycling, although adhesion remained above 93% even after 20 cycles. Finally, ethanol conversion was higher than 98% between 500℃ and 600℃, demonstrating the efficiency of the produced catalyst for ethanol steam reforming.

Keywords: Ni/y-Al_2O_3 structured catalyst. Ceramic foam. SOF-APU. Ethanol steam reforming.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – *Solid Oxide Fuel Cell*. 17
Figura 2 – Caminhos existentes na reação de reforma à vapor de etanol. . . . 18
Figura 3 – Reação de reforma à vapor de etanol. 18
Figura 4 – Geometrias mais utilizadas em catalisadores estruturados. 20
Figura 5 – Espuma cerâmica do tipo *open-cell*. 21
Figura 6 – Formulação da pasta de alumina. 24
Figura 7 – Espuma comercial de alumina. 26
Figura 8 – Procedimento de *dip-coating*. 26
Figura 9 – Dispositivo de centrifugação. 27
Figura 10 – Representação da bancada de testes catalíticos. 29
Figura 11 – Representação do Reator de Quartzo. 30
Figura 12 – Microscópio eletrônico de varredura com amostras. 32
Figura 13 – Pastas de y-Al_2O_3 com variação de quantidade de PVA. 33
Figura 14 – Monólito S3 recoberto com y-Al_2O_3. 34
Figura 15 – Imagens MEV da amostra S3 recoberta com a pasta de y-Al_2O_3. . . 37
Figura 16 – Imagens MEV da amostra S4 com y-Al_2O_3 após 20 ciclos térmicos. 38
Figura 17 – Catalisador Ni/y-Al_2O_3 produzido. 39
Figura 18 – Medida da camada de catalisador. 39
Figura 19 – Mapeamento elementar por EDS do catalisador. 41
Figura 20 – Conversão vs temperatura. 42
Figura 21 – Cromatograma de saída 550 ℃. 44
Figura 22 – Fração molar corrigida. 45
Figura 23 – Catalisador após ESR. 46
Figura 24 – Imagens MEV da amostra S2 com Ni/y-Al_2O_3 antes dos testes catalíticos. 46
Figura 25 – Imagens MEV da amostra S5 com Ni/y-Al_2O_3 após testes catalíticos. 47
Figura 26 – Mapa EDS da superfície de uma trinca após testes catalíticos. . . . 48
Figura 27 – Controlador Digital Modelo FE50RPN. 56
Figura 28 – Localização dos pontos. 58
Figura 29 – Ponto 1. 58
Figura 30 – Ponto 2. 59
Figura 31 – Ponto 3. 59
Figura 32 – Ponto 4. 59
Figura 33 – Ponto 5. 60
Figura 34 – Mapeamento elementar por EDS do catalisador. 61

Figura 35 – Cálculos EES 300ºC. 62
Figura 36 – Cálculos EES 325ºC. 62
Figura 37 – Cálculos EES 350ºC. 63
Figura 38 – Cálculos EES 400ºC. 63
Figura 39 – Cálculos EES 450ºC. 64
Figura 40 – Cálculos EES 500ºC. 64
Figura 41 – Cálculos EES 550ºC. 65
Figura 42 – Cálculos EES 600ºC. 65

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Amostras produzidas e teor de deposição de y-Al_2O_3 obtido. 34
Tabela 2 – Comparação da deposição de y-Al_2O_3. 34
Tabela 3 – Aderência da y-Al_2O_3. 35
Tabela 4 – Aderência da y-Al_2O_3 após ciclos térmicos. 37
Tabela 5 – Deposição da fase ativa Ni. 40
Tabela 6 – Comparação da deposição da fase ativa Ni. 40
Tabela 7 – Conversão de etanol por ESR na amostra S5. 42
Tabela 8 – Fração molar corrigida. 43
Tabela 9 – Balanço de carbono. 44

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 12
1.1 Objetivo 14
1.1.1 Objetivo Geral 14
1.1.2 Objetivos Específicos 14

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA 15
2.1 O cenário ambiental atual 15
2.2 SOFC - APU 16
2.3 Reforma a vapor de etanol (ESR) 17
2.4 Catalisadores de reforma 19
2.5 Recobrimento com o suporte 22

3 METODOLOGIA 24
3.1 Preparação das Suspensões 24
3.1.1 Pasta de alumina 24
3.1.2 Suspensão de níquel 25
3.2 Recobrimento 25
3.3 Impregnação com a fase ativa 27
3.4 Caracterizações 28
3.4.1 Aderência 28
3.4.2 Ciclos térmicos 28
3.4.3 Testes em bancada catalítica 29
3.4.4 MEV e EDS 31

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES 33
4.1 Recobrimento com y-Al_2O$_3$ 33
4.1.1 Testes de aderência 35
4.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura 36
4.1.3 Ciclos On-Off 36
4.1.3.1 MEV após ciclos térmicos 37
4.2 Impregnação com a fase ativa 39
4.2.1 Testes em bancada catalítica 41
4.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura 46

5 CONCLUSÕES 49

REFERÊNCIAS 51

APÊNDICE A **55**

APÊNDICE B **58**

APÊNDICE C **61**

APÊNDICE D **62**

1 INTRODUÇÃO

Analisando a perspectiva para a demanda energética mundial com foco no uso de combustíveis fósseis, observa-se uma tendência exponencial da necessidade de energia para as diversas aplicações e, concomitantemente, o crescimento das emissões de dióxido de carbono (CO_2) (Abas; Kalair; Kahn, 2015). Nesse cenário, o aumento do consumo de combustíveis fósseis é um fator relevante para a situação climática, visto que os mesmos resultam na emissão de CO_2 e outros contaminantes que contribuem para o efeito estufa (Fernández *et al.*, 2016).

Proposto em 2015, o Acordo de Paris foi apresentado como uma série de diretrizes com medidas a serem tomadas para limitar aumento da temperatura média global a 1,5℃ e diminuir a emissão mundial de CO_2. Contudo, a realização de tal objetivo requer mudanças em escala global da maneira como energia é produzida e consumida na sociedade. O setor de transportes representa um quinto das emissões de CO_2 relacionadas à energia, onde aproximadamente 1 gigatonelada é referentes ao setor aeronáutico (Fernandes *et al.*, 2018; IRENA, 2025). Para atingir o objetivo do Acordo de Paris, é necessário que 84% da energia consumida no mundo seja oriunda de fontes renováveis até 2050 e, em decorrência, que as emissões de CO_2 sejam virtualmente zero (International Renewable Energy Agency - Irena, 2023).

Para isso, na aviação, propõe-se a substituição dos sistemas hidráulicos e pneumáticos por sistemas elétricos, conceito conhecido como *More Electric Aircraft* (MEA). Com esse aumento de demanda energética, há a necessidade de um sistema pra aumentar a autonomia, os *Auxiliary Power Units* (APUs), que atualmente contribuem com 20% da emissão de poluentes nas operações de solo e ruídos. Devido a isso, levantou-se a possibilidade da sua substituição por células combustíveis, especialmente as *Solid Oxide Fuel Cells* (SOFCs) (Fernandes *et al.*, 2018).

As células combustíveis são utilizadas para conversão direta de energia química para energia elétrica por meio da reação eletroquímica de hidrogênio (H_2) (O'Hayre *et al.*, 2016). O gás hidrogênio (H_2) é adequado para uso em SOFCs e é considerado um substituto eficaz para os combustíveis fósseis em uso por ser um dos compostos que resultam na menor emissão de poluentes e que, além de ter densidade energética de 142 $MJ.kg^{-1}$ (elevada em comparação aos 47 $MJ.kg^{-1}$ apresentados por hidrocarbonetos líquidos) pode ser obtido a partir de fontes renováveis (Fernández *et al.*, 2016). No entanto, o uso de hidrogênio puro na aviação não é uma solução pragmática, já que os reservatórios existentes apresentam dificuldades relacionadas à transferência de calor e tamanho, requerendo, assim, soluções complexas e dispendiosas (Zhang *et al.*, 2005; Peyrani, 2025).

No intuito de promover o desenvolvimento sustentável e solucionar os problemas relacionados ao armazenamento de H_2, atenta-se cada vez mais às fontes renováveis para produção embarcada de H_2, tais como biogás, bioetanol, bio óleo e bio butanol. Entre esses, o etanol se destaca em função da sua disponibilidade, elevada concentração de hidrogênio, não-toxicidade e a facilidade e segurança de manuseio e armazenamento. A reforma a vapor, oxidação parcial e reforma oxidativa à vapor são os processos de produção embarcada de H_2 a partir de etanol mais abordados pela literatura nos últimos anos (Hou *et al.*, 2015). O catalisador presente no reformador é composto por uma fase ativa, que é responsável pela decomposição do combustível e um suporte, que tem como principal função garantir a dispersão da fase ativa através da elevada área superficial. A escolha adequada de cada componente é crucial para a atividade do catalisador sob o risco de comprometimento na produção do H_2 devido à ocorrência de reações paralelas para formação de coque, que é uma das principais causas da desativação do catalisador durante a reação (Cordeiro, 2015). A reforma a vapor de Etanol (ESR), amplamente abordada na literatura, trata-se de uma reação endotérmica eficiente para casos onde níquel é utilizado como fase ativa. O uso de níquel é justificado pelo baixo custo em comparação a catalisadores de metais nobres e pela habilidade deste metal de romper ligações carbono-carbono (C-C) (Wang *et al.*, 2023). Para esse tipo de reação, os catalisadores estruturados são eficientes por apresentarem resistência mecânica, baixa queda de pressão e propriedades térmicas favoráveis para reações em altas temperaturas (Heck; Gulati; Farrauto, 2001). Contudo, é adequado que se adicione uma camada de recobrimento (também referido como suporte neste trabalho) entre o substrato e a fase metálica ativa de modo que a área superficial e a dispersão do metal sejam otimizadas e aprimorem a reação (Ogo; Sekine, 2019). Neste trabalho utiliza-se como substrato uma espuma comercial de Óxido de Alumínio (Al_2O_3), referido adiante como alumina, o suporte e a fase ativa adotados são alumina na fase gamma (y-Al_2O_3) e níquel (Ni), respectivamente. A definição da y-Al_2O_3 como suporte se deve à elevada área superficial e estabilidade inerentes a esse material (Ogo; Sekine, 2019).

A atividade catalítica e a eficácia do catalisador de reforma dependem diretamente da aderência da camada de y-Al_2O_3 e da metodologia utilizada para o recobrimento e impregnação (Chen *et al.*, 2024). Portanto, apresenta-se neste trabalho a produção e caracterização de um catalisador de Ni/y-Al_2O_3 de substrato cerâmico produzido pela metodologia *dip-coating* para a produção embarcada de H_2 visando sua utilização em SOFC-APU de aeronaves, seguido pela análise em reação de estabilidade. Esta é uma pesquisa experimental realizada no Laboratório de Combustão e Catálise Aplicadas (LAC), do Centro Tecnológico de Joinville (CTJ), da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC).

1.1 OBJETIVO

Visando a otimização de catalisadores Ni/y-Al_2O_3 de substratos cerâmicos para reforma a vapor de etanol (ESR), propõe-se os seguintes objetivos.

1.1.1 Objetivo Geral

Produzir, caracterizar e realizar a análise de desempenho de um catalisador de Ni/y-Al_2O_3 suportado em espuma de alumina (Al_2O_3) produzido por procedimento de *dip-coating* para a reforma a vapor de etanol.

1.1.2 Objetivos Específicos

- Produzir e avaliar catalisadores Ni/y-Al_2O_3 suportados em espuma cerâmica;
- Avaliar a deposição, aderência do recobrimento e morfologia por diferença de massa, procedimento de banho ultrassônico e MEV;
- Caracterizar e avaliar a morfologia da camada de recobrimento do suporte cerâmico antes dos testes de ciclagem térmica por MEV e EDS;
- Submeter o suporte cerâmico recoberto em alumina na fase gamma a ciclos térmicos em alta temperatura e avaliar a estabilidade da camada de recobrimento por diferença de massa, procedimento de banho ultrassônico e MEV.
- Submeter os catalisadores à reação de reforma a vapor de etanol em bancada de testes catalíticos para obter valores de conversão de etanol em hidrogênio;
- Caracterizar e avaliar a morfologia do catalisador após os testes catalíticos por MEV e EDS.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

A crescente da demanda energética nos diversos segmentos da sociedade levanta a necessidade de avaliar a forma como a energia é produzida e consumida. O uso de combustíveis de origem fóssil nos setores de transporte é significativo e este segmento atualmente representa mais de 20% da emissão de CO_2 e 14% da emissão de Gases de Efeito Estufa (GEEs). De modo a proteger o meio ambiente e minimizar o impacto da humanidade nas mudanças climáticas, medidas para a diminuição da emissão de GEEs foram pensadas e discutidas no Tratado de Paris, levantando a necessidade de desenvolvimento de tecnologias de obtenção de energia mais sustentáveis (Khan *et al.*, 2023).

As células combustíveis (FCs), propostas para uso associado às APUs(*Auxiliary Power Units*), funcionam por meio da conversão direta de energia química para energia elétrica pela reação eletroquímica de hidrogênio (H_2). Contudo, para uso em aplicações de mobilidade, é adequada a produção embarcada do H_2 a partir de hidrocarbonetos devido a dificuldades relacionadas ao armazenamento de hidrogênio tanto no estado líquido quanto no estado gasoso (O'Hayre *et al.*, 2016).

A reforma do etanol é realizada em um reformador acoplado à SOFC (*Solid Oxide Fuel Cell*) e a gama de materiais passíveis de uso como fase ativa é ampla (Cordeiro, 2015; Ogo; Sekine, 2019). Adicionalmente, utiliza-se óxido de alumínio em fase gamma (y-Al_2O_3) como suporte para aprimorar a dispersão da fase ativa sobre o substrato devido à elevada área superficial e estabilidade térmica (Wang *et al.*, 2023).

Por fim, a aderência do suporte ao substrato é relevante para evitar a parada do reator por entupimentos (Heck; Gulati; Farrauto, 2001). Portanto, uma medida em estudo é a síntese adequada do suporte e da fase ativa, o que interfere na interação dos diferentes materiais e a avaliação da eficácia do catalisador estruturado nas condições previstas de operação (Chen *et al.*, 2024).

2.1 O CENÁRIO AMBIENTAL ATUAL

Em 2015, durante a Conferência das Nações Unidas sobre as Mudanças Climáticas (COP21), o Tratado de Paris foi proposto e adotado por 196 países participantes da Organização das Nações Unidas (ONU) com o objetivo de combater as mudanças climáticas e seus impactos. Os dois acordos principais são limitar o aquecimento global a 1,5℃ e reduzir a emissão de gases de efeito estufa a virtualmente zero até 2050. O tratado é desenvolvido em ciclos de cinco anos, onde os países envolvidos propõem planos de ação, conhecidos como Contribuições Nacionalmente Determinadas (CNDs), como uma forma de representar o compromisso de cada nação

com os objetivos do Tratado (UNFCCC, 2025).

De acordo com a Agência Internacional de Energias Renováveis (IRENA), a emissão de CO_2 atingiu 37 gigatoneladas em 2022, onde 1 gigatonelada corresponde ao setor de aviação. A eletrificação do setor de transportes tem um papel fundamental nas metas de descarbonização e deve-se atingir 52% até 2050 para que seja eficaz. Contudo, setores como a aviação são de difícil eletrificação direta e uma solução possível é o uso de H_2 como fonte de energia para aeronaves elétricas ou híbridas (International Renewable Energy Agency, 2025).

Portanto, é essencial que haja uma transição progressiva da indústria de aviação para sistemas de obtenção de energia sustentáveis e de baixa emissão de carbono e, entre as alternativas, o uso de células combustíveis (FC) é promissor devido à emissão zero, baixo ruído e elevada eficiência (Chen; Eri; Yang, 2025).

2.2 SOFC - APU

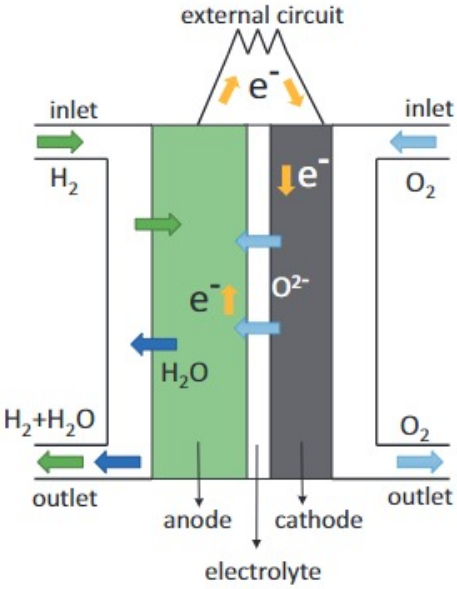
Auxiliary Power Units (APUs) são sistemas compostos de pequenas turbinas a gás utilizados para suprir a demanda de carga elétrica e pneumática de uma aeronave e, em geral, apresentam elevados níveis de ruído, alto custo de manutenção e baixa eficiência (eficiência máxima de 40% em voo e 20% em operações de solo). A finalidade primária das APUs é ligar os motores principais da aeronave, mas não limitadas a isso, também são utilizadas para promover iluminação para operações de solo, descongelamento, ar condicionado ou aquecedores, pressurização e controles (Fernandes, 2018). No entanto, nas operações de solo, as APUs são responsáveis por 20% da emissão total de poluentes, tais como dióxido de carbono (CO_2) e óxidos de nitrogênio (NOx) (Braun; Gummalla; Yamanis, 2009). Uma solução em estudo é o uso híbrido ou exclusivo de células combustíveis, por exemplo, as *Solid Oxide Fuel Cells* (SOFCs) e as *Proton Exchange Membrane Fuel Cells* (PEMFCs).

Se tratando das PEMFCs, estas são indicadas prioritariamente para casos com alimentação direta de H_2 e, nos casos com uso associado a reformadores, a complexidade e o peso elevado em comparação às SOFCs contraindicam a sua aplicação (Fernandes, 2018). Apesar da elevada densidade de potência apresentada pelas PEMFCs, existem empecilhos para sua aplicação na eletrificação de aeronaves como a necessidade de que o hidrogênio utilizado tenha alta pureza, a falta de infraestrutura para abastecimento e a dificuldade no armazenamento desse tipo de combustível (Peyrani *et al.*, 2025).

Já as SOFCs se destacam devido à ampla gama de combustíveis passíveis de uso, como o bioetanol, biometano, amônia, combustível de aviação e outros hidrocarbonetos, em especial os combustíveis sustentáveis obtidos de fontes renováveis. Contudo, independente da escolha, os combustíveis devem passar por um

processo de reforma para que haja conversão em H_2 que será usado na operação da célula combustível (FC). Neste contexto, o uso de etanol em oposição ao combustível de aviação pode ser justificado uma vez que o segundo apresenta alta concentração de enxofre e requer o uso de um dessulfurante associado ao reformador (Fernandes, 2018). As células combustíveis de óxido sólido são compostas de um ânodo, onde ocorre a reação inicial do H_2, um eletrólito e um cátodo, cujo esquema pode ser observado na Figura 1.

Figura 1 – *Solid Oxide Fuel Cell*.



Fonte: Colpan (2022, p. 149).

Ademais, as altas temperaturas de reação associadas às SOFCs não se mostram um empecilho na aplicação em aeronaves, visto que diversos componentes dessas estruturas são preparados e certificados para essas condições (Peyrani *et al.*, 2025). O uso das FCs em aeronaves não tripuladas já é abordado na literatura e é um cenário viável para a indústria aeroespacial. Contudo, a aplicação de FCs em aeronaves tripuladas ainda não é indicada, devido à falta de maturidade da tecnologia de células a combustível e, portanto, requer estudos mais aprofundados (Fernandes, 2018; Peyrani, 2025).

2.3 REFORMA A VAPOR DE ETANOL (ESR)

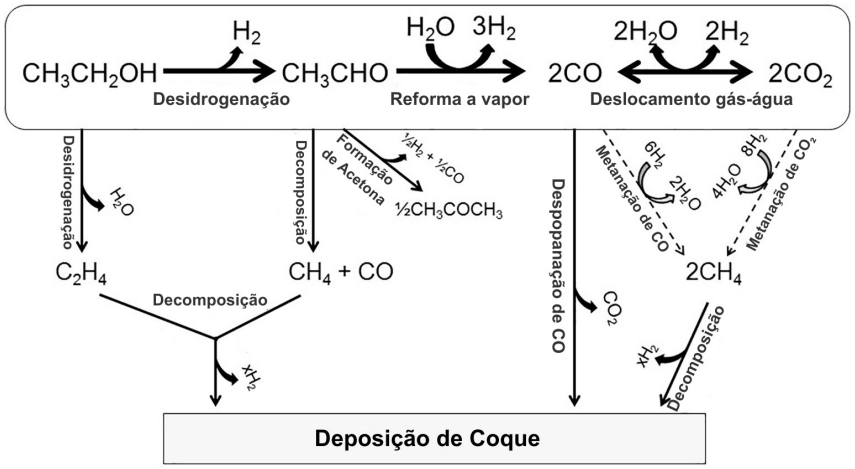
A reforma a vapor de etanol (ESR) é uma solução promissora para a produção de hidrogênio e, no que rege à fase ativa, os metais não nobres são apresentados como uma boa alternativa devido ao baixo custo em comparação aos metais nobres e eficiência adequada para a produção de hidrogênio com neutralidade de carbono, viabilizando a produção em escala industrial. Entre os metais não nobres, o níquel

(Ni) é amplamente utilizado como fase ativa devido à habilidade de romper ligações C-C (carbono-carbono) e custo reduzido (Wang *et al.*, 2023). A ESR é representada pela Equação 1 e é uma reação endotérmica realizada em temperaturas entre 300 °C e 600 °C, devido à mudança da energia livre de Gibbs para valores negativos acima de 200 °C, o que resulta na espontaneidade da reação. Adicionalmente, temperaturas entre 450 °C e 600 °C são muito utilizadas na literatura, devido à dificuldade de obter elevada atividade catalítica em baixas temperaturas de reação (Ogo; Sekine, 2019; Wang *et al.*, 2023).

$$C_2H_5OH(g) + 3H_2O(g) \rightarrow 2CO_2(g) + 6H_2(g) \quad \Delta H^{\circ}_{298} = +173.5\,\text{kJ*mol}^{-1} \tag{1}$$

Algumas rotas são possíveis na ESR, conforme a Figura 2 a seguir.

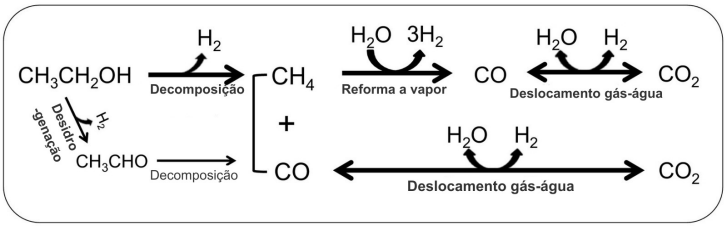
Figura 2 – Caminhos existentes na reação de reforma à vapor de etanol.



Fonte: Adaptado de Ogo e Sekine (2019, p. 2).

Um outro mecanismo foi proposto para os casos em que há uso de níquel devido à capacidade do metal de romper ligações C-C e pode ser observado na Figura 3 (Ogo; Sekine, 2019).

Figura 3 – Reação de reforma à vapor de etanol.



Fonte: Adaptado de Ogo e Sekine (2019, p. 3).

Inicialmente ocorre a decomposição do etanol em metano (CH_4) e monóxido de carbono (CO) seguido pela reforma a vapor do metano e a reação de deslocamento

gás-água para resultar na produção de H_2 e dióxido de carbono (CO_2). A formação de metano como subproduto explica a maior seletividade dessa molécula nos gases de saída da reação em comparação a outros metais não nobres utilizados como fase ativa, por exemplo, o cobalto (Co) (Ogo; Sekine, 2019).

O suporte escolhido também tem influência na eficiência do catalisador e a alumina (Al_2O_3) é amplamente utilizada devido à elevada área superficial e estabilidade térmica (Wang *et al.*, 2023). Contudo, a alumina conta com a presença de sítios ácidos que promovem a formação de etileno (C_2H_4) que, por sua vez, é um precursor promotor para a deposição de carbono em forma sólida (coque) que desativa os sítios ativos do catalisador (Ogo; Sekine, 2019).

Por fim, a dispersão da fase ativa sobre o suporte e a metodologia de produção do catalisador são fatores relevantes, uma vez que influenciam na atividade catalítica, na seletividade e na desativação do catalisador por sinterização e formação de coque (Palm *et al.*, 2020; Chen *et al.*, 2024).

2.4 CATALISADORES DE REFORMA

Os catalisadores de reforma podem ser utilizados em diferentes formas como, por exemplo, em *pellets*, em pó e estruturados. Os substratos monolíticos são estruturas compostas de canais ou poros interconectados e são amplamente utilizados devido à boa transferência de calor e à baixa queda de pressão do escoamento em comparação aos catalisadores de leito fixo aleatório (em pó ou *pellets*). Essas propriedades podem interferir positivamente na atividade catalítica e na seletividade do catalisador. (Heck; Gulati; Farrauto, 2001; Song; Bao; Jiao, 2025). A Figura 4 contém um resumo dos tipos de estruturas comumente utilizadas como substratos para catalisadores.

O tipo mais comum de estruturas celulares são os *honeycombs* e estes são formados por múltiplos canais paralelos que garantem baixa queda de pressão. Entretanto, geometrias do tipo *honeycomb* possuem transferência de massa radial praticamente nula e as espumas do tipo *open-cell* (espuma celular aberta), comumente compostas de materiais cerâmicos ou metálicos, são apresentadas como uma alternativa promissora (Busse; Freund; Schwieger, 2018).

No tocante às estruturas celulares abertas periódicas (POCS), estas são feitas pela repetição de uma célula unitária de geometria definida e permitem otimizações do substrato em função da flexibilidade de design. Contudo, são estruturas de complexa produção e, por isso, são fabricadas por manufatura aditiva (Busse; Freund; Schwieger, 2018).

Os substratos cerâmicos, em específico as espumas cerâmicas, são amplamente utilizados devido à elevada porosidade e tortuosidade, com a presença de poros interconectados que resultam em baixa queda de pressão e transferência de

Figura 4 – Geometrias mais utilizadas em catalisadores estruturados.

	Leito fixo aleatório	Espuma celular aberta	Estrututras celulares abertas periódicas	Honeycomb
Status	state-of-the-art	desenvolvimento	pesquisa	state-of-the-art
				
Padrão do fluxo	cruzado misto	cruzado misto	cruzado misto	cruzado misto
Transporte radial				
- massa	alto	alto	alto	nenhum
- calor	baixo	alto	alto	alto
Queda de pressão	alta	baixa	baixa	baixa
Morfologia	irregular	irregular	regular	regular
Liberdade design	mínima	mínima	alta	mínima

Fonte: Adaptado de Busse, Freund e Schwieger (2018, p.201).

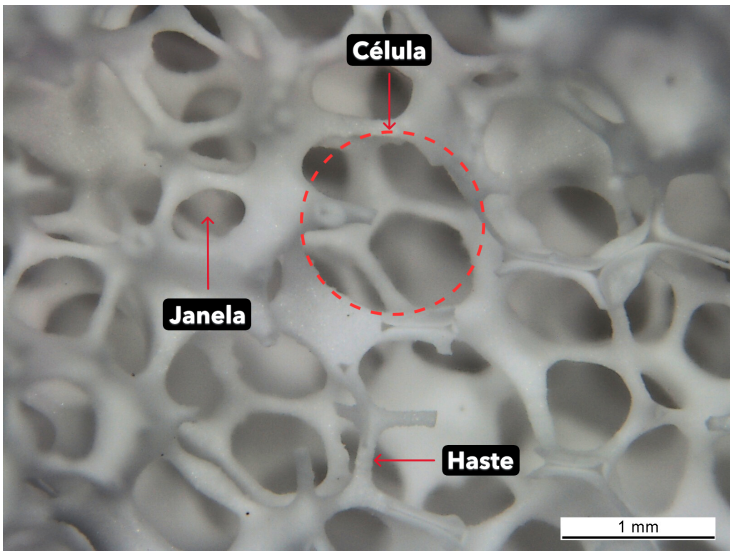
calor por convecção e transferência de massa aprimoradas (Twigg; Richardson, 2007; Faure *et al.*, 2010).

As espumas cerâmicas são estruturas celulares tridimensionais caracterizadas de duas maneiras: *open-cell* e *closed-cell*. As espumas do tipo *closed-cell* não apresentam interconexão entre as células e são unidas por faces sólidas, enquanto as espumas do tipo *open-cell* têm faces abertas e estruturas sólidas, permitindo escoamento de uma célula para outra (Twigg; Richardson, 2007).

A Figura 5 ilustra uma espuma cerâmica do tipo *open-cell* e três componentes principais podem ser observados: as hastes compostas de material cerâmico sólido, as células, que são poros ou espaços de vacância aproximadamente esféricos circundados pelas hastes, e, por fim, as janelas, que são aberturas nas hastes que conectam as células da estrutura (Twigg; Richardson, 2007).

As reações de reforma de hidrocarbonetos são aplicações com condições de operação severas, como altas temperaturas (entre 600℃ e 900℃) e atmosferas úmidas, a depender do reagente utilizado. Essas condições representam riscos para os catalisadores de reforma na forma de desativação por sinterização, corrosão devido ao vapor e desativação por superaquecimento do sistema (Faure *et al.*, 2010). Uma desvantagem do uso de substratos cerâmicos maciços é a possibilidade de surgimento de hot spots, que são pontos onde a temperatura local é mais alta que o restante do material. Contudo, quando utilizadas na forma de espumas, esses pontos de acúmulo

Figura 5 – Espuma cerâmica do tipo *open-cell*.



Fonte: Elaborada pela autora (2025).

de calor não são mais observados (Faure *et al.*, 2010).

As espumas de alumina são uma opção adequada para uso como substratos para catalisadores de reforma, pois são termodinamicamente estáveis em temperaturas até 950℃ e, portanto, são resistentes aos efeitos corrosivos do ambiente de reação. Adicionalmente, espumas de alumina permitem uma ampla flexibilidade de formas e tamanhos, bastando modificar o molde ou o método de manufatura utilizado (Faure *et al.*, 2010; Heck; Gulati; Farrauto, 2001). Entretanto, quando se trata da aplicação para a mobilidade urbana, os catalisadores de reforma devem possuir propriedades mecânicas relevantes, como resistência à tração e compressão, pois são estruturas que serão submetidas a vibrações, impactos durante o uso e gradientes de temperatura (Heck; Gulati; Farrauto, 2001).

O uso de materiais metálicos como substratos de catalisadores de reforma também é uma alternativa adequada e abordada pela literatura. A facilidade de manipulação desses materiais permite a fabricação de monólitos com paredes mais finas que as de monólitos cerâmicos, no geral, e, adicionalmente, são materiais tenazes com excelente condutividade térmica (Laguna *et al.*, 2016, p. 83). Contudo, um risco relacionado ao uso de monólitos metálicos em reatores é o fenômeno de *Metal Dusting* (MD) que pode ocorrer em altas temperaturas e é um fenômeno de corrosão que afeta a estrutura do material e também influencia nas reações químicas que ocorrem na fase gasosa. Ademais, existem duas principais dificuldades na implementação de substratos metálicos: a dificuldade de adesão da fase ativa e a suscetibilidade à corrosão sob condições extremas. Uma medida aceita é a incorporação de uma camada intermediária composta de material inerte que funcione como barreira protetora entre o substrato metálico e a fase ativa (Laguna *et al.*, 2016).

Segundo Chen *et al.* (2024) alguns trabalhos utilizam diferentes metodologias de produção do catalisador, visando a redução da quantidade de etapas necessárias para síntese. A mudança da metodologia de produção do catalisador resulta na variação do comportamento sob reação do catalisador, por exemplo, a variação da temperatura ideal de reação e da morfologia do coque depositado (coque encapsulado ou em filamentos). O tipo de coque depositado após a reação é relevante, visto que coque encapsulado tende a formar aglomerações de carbono sobre o sítio ativo, interferindo assim na atividade catalítica por obstrução da superfície disponível para reação, enquanto o coque em filamentos, apesar de ser depositado em maior quantidade, forma aglomerações em torno do metal ativo e não interfere significativamente na atividade catalítica, conforme testes conduzidos durante 55 horas de reação de reforma a vapor de etanol a 500℃ com catalisador de Ni/Al_2O_3 (Chen *et al.*, 2024).

2.5 RECOBRIMENTO COM O SUPORTE

O uso de catalisadores estruturados é uma alternativa consolidada em oposição aos catalisadores em *pellets* ou em pó. É proposta a implementação de materiais intermediários que estabilizem a fase ativa do catalisador sobre o substrato estruturado e também aumentem a área superficial disponível para deposição da fase ativa, visto que monólitos cerâmicos têm, em geral, área superficial de aproximadamente 1 m^2/g (Palm, 2016; Twigg; Richardson, 2007; Duran; Belzunce; Cadus, 2019).

Existem múltiplos procedimentos para o revestimento do substrato com o suporte, por exemplo, anodização, eletrodeposição, *dip-coating* e crescimento *in-situ* (Almeida *et al.*, 2010).

Se tratando da deposição por *dip-coating*, ou recobrimento por imersão, o procedimento é feito por etapas onde, inicialmente, prepara-se a pasta do suporte, atendendo a requisitos de homogeneidade e viscosidade até que a mistura esteja estável. Em seguida, o processo de recobrimento é realizado inserindo o monólito na mistura com velocidade controlada até que esteja completamente submerso e, por fim, a remoção do substrato é feita com velocidade controlada e o excesso de pasta deve ser retirado para promover maior homogeneidade da camada. Essa etapa é repetida quantas vezes forem necessárias para obter uma razão de massa de suporte por massa de monólito considerada adequada (Almeida *et al.*, 2010).

Quando a camada de recobrimento for considerada suficiente, o suporte deve secar completamente e passar por tratamento térmico à temperatura de 600℃ para eliminação de água, cátions e ânions que não são de interesse e estão presentes na solução precursora (Palm, 2016). A aderência e resistência mecânica dos materiais de recobrimento são relevantes, visto que podem resultar no descolamento da camada e possivelmente impedir o funcionamento do reator devido à excessiva queda de pressão

causada por entupimentos (Ma *et al.*, 2019).

3 METODOLOGIA

Neste capítulo apresenta-se a metodologia de produção de um catalisador de níquel sobre um substrato estruturado cerâmico composto de α-Al_2O_3. Para tanto, deve-se produzir a pasta de alumina em fase gamma (y-Al_2O_3), depositá-la por *dip-coating*, impregnar o suporte recoberto com a fase ativa, neste caso níquel (Ni), e, por fim, submeter o catalisador produzido aos testes de bancada catalítica para reforma a vapor de etanol (ESR). Este é um trabalho experimental realizado no Laboratório de Combustão e Catálise Aplicadas (LAC), no Centro Tecnológico de Joinville (CTJ), da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC).

3.1 PREPARAÇÃO DAS SUSPENSÕES

3.1.1 Pasta de alumina

A síntese da pasta de alumina para uso como recobrimento é diversa e varia conforme a literatura, contudo, algumas similaridades podem ser observadas e a referência principal adotada foi Pietschmann (2025), cuja composição detalhada da pasta de alumina pode ser observada na Figura 6.

Figura 6 – Formulação da pasta de alumina.

Componente	Concentração (%p/p)
Água deionizada	74%
γ-Al_2O_3	20%
PVA	3%
Ludox	2%
Ácido acético 0,2M	1%

Fonte: Pietschmann (2025, p. 53).

A formulação de Pietschmann (2025) consiste na adaptação dos trabalhos de Danaci *et al.* (2016) e Santander *et al.* (2017), autores estes que adotam o uso de álcool polivinílico (PVA), para alterar a viscosidade e evitar fissuras, e de sílica coloidal (Ludox), para aprimorar a ancoragem mecânica da pasta sobre a superfície, ambas com a finalidade de otimizar a pasta de alumina.

O procedimento de preparação da pasta de y-Al_2O_3 pode ser dividido em duas etapas principais: agitação com aquecimento e agitação em temperatura ambiente.

A primeira etapa consiste na adição do ácido acético na concentração 0,2 M (mol/L) (Ácido acético Glacial 99,8% P.A. da marca Neon) à água deionizada, referida adiante apenas como água DI, sob agitação constante de 300 rpm em um

agitador magnético (SolidSteel), seguida da adição gradual de PVA realizada durante o aquecimento do agitador magnético até que atinja 60℃, momento no qual se inicia a contagem de 2 horas em que a solução deve permanecer sob agitação e temperatura constantes (300 rpm e 60℃, respectivamente). Ao final do período de 2 horas, deixa-se a mistura em repouso e em temperatura ambiente por 16 horas.

A segunda etapa consiste na adição de sílica coloidal (Ludox TMA em suspensão aquosa 34%p/p da marca Sigma Aldrich) durante a agitação da solução a 300 rpm e temperatura ambiente, sequenciada pela adição gradual da alumina na fase gamma (marca Thermo Scientific pureza 99,997% e diâmetro médio de 2,5 μm). Quando finalizada a adição da y-Al_2O_3, mantém-se a solução em agitação de 300 rpm por 24 horas. Findo o período sob agitação, a pasta de y-Al_2O_3 está pronta para recobrimento. Duas pastas de y-Al_2O_3 foram produzidas com variação de álcool polivinílico (Mowiol 40-88 Sigma-Aldrich), uma com 1% e outra com 3% de PVA .

As propriedades reológicas e a estabilidade da pasta de y-Al_2O_3 são relevantes e influenciam na qualidade da camada depositada, devendo-se mantê-la sob agitação até o momento de uso para garantir que o material apresente a melhor homogeneidade possível (Almeida *et al.*, 2010).

3.1.2 Suspensão de níquel

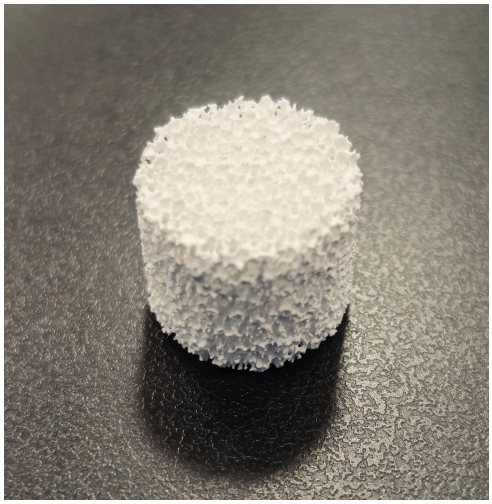
A fase ativa adotada para este trabalho é o níquel e sua obtenção se dá a partir de nitrato de níquel II hexahidratado P. A. ($Ni(NO_3)_2$*$6H_2O$, Neon, 99,3% de pureza) em solução aquosa (Zeitoune, 2024).

Palm (2018) utilizou solução de níquel com concentração 2,5 M e obteve um catalisador de 7,33%m/m Ni/y-Al_2O_3 depositado sobre uma espuma comercial de Al_2O_3, enquanto Pietschmann (2025) utilizou solução de Ni com concentração 2 M e obteve um catalisador de 13%m/m Ni/y-Al_2O_3 depositado sobre um monólito de aço inoxidável 316L produzido por manufatura aditiva. Por isso, optou-se por produzir uma solução de concentração 2 M de modo a garantir que a fase ativa depositada fosse intermediária aos dois trabalhos utilizados como referências principais e que não houvesse a necessidade de realizar múltiplos procedimentos de impregnação para que fosse depositada uma quantidade relevante de Ni sobre o suporte.

3.2 RECOBRIMENTO

Espumas de alumina da marca Goodfellow foram utilizadas como substratos cerâmicos e são referidas neste trabalho como monólitos de alumina, monólitos cerâmicos ou substratos cerâmicos. As espumas têm, em média, 15,63 mm de diâmetro e 14,01 mm de altura e estão representadas na Figura 7.

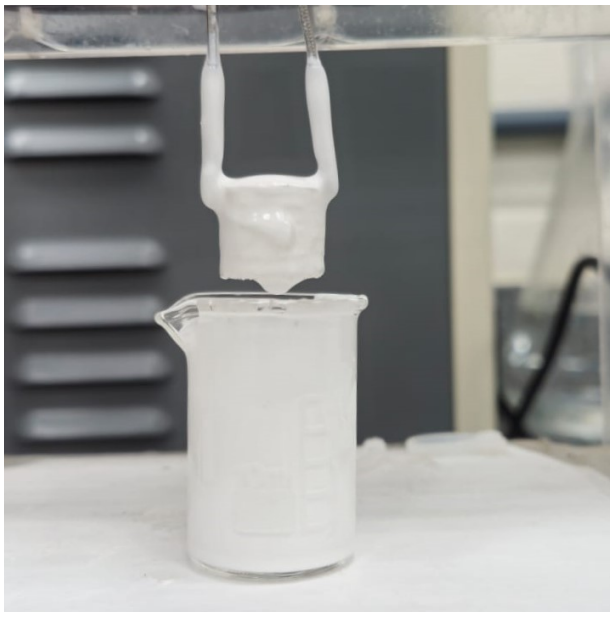
Figura 7 – Espuma comercial de alumina.



Fonte: Elaborada pela autora (2025).

Buscando a repetibilidade do método implementado por Pietschmann (2025) e para garantir que a infiltração da pasta de alumina ocorresse apenas em uma direção, envolveu-se a espuma de alumina com fita de politetrafluoretileno (PTFE), popularmente conhecida como fita veda-rosca, e, em sequência, realizou-se a deposição da pasta de y-Al_2O_3 por *dip-coating* utilizando uma impressora 3D modelo Minibot 130 adaptada, conforme procedimento representado na Figura 8. Durante a etapa de centrifugação, secagem e tratamento térmico do recobrimento, deve-se remover a fita de PTFE utilizada com o auxílio de uma pinça.

Figura 8 – Procedimento de *dip-coating*.

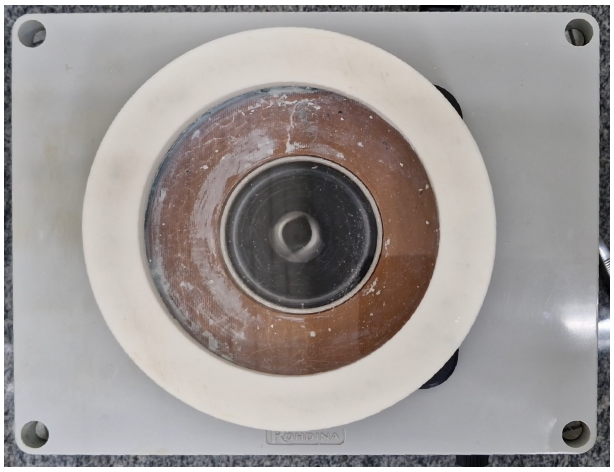


Fonte: Elaborada pela autora (2025).

O procedimento de recobrimento realizado consistiu na imersão do monólito

de alumina envolto em fita de PTFE em um béquer de 10 mL contendo a suspensão de y-Al_2O_3, desenvolvida previamente e apresentada no Capítulo 3.1.1, a uma velocidade de 3 cm/min. Quando a amostra foi completamente submersa na solução, manteve-se o monólito estático por 1 minuto e realizou-se a remoção do monólito de alumina com velocidade de 3 cm/min. Em seguida, a fita de PTFE foi removida utilizando uma pinça, removeu-se o excesso de pasta de alumina com leves batidas em uma placa de Petri de vidro e, por fim, foi feita a centrifugação do substrato a 2000 rpm por 2 minutos no equipamento de centrifugação desenvolvido no Laboratório de Tratamento de Superfícies (LaTS) da UFSC - Campus Joinville, apresentado na Figura 9.

Figura 9 – Dispositivo de centrifugação.



Fonte: Elaborada pela autora (2025).

Após o recobrimento, a secagem da espuma recoberta foi feita em mufla elétrica (Jung modelo LF0231312) a 100 °C por 16 horas e, em seguida, realizou-se o tratamento térmico em atmosfera ambiente a 500 °C com taxa de aquecimento de 6 °C/min e duração de 2 horas. A metodologia de resfriamento utilizada foi a inércia térmica até que atingisse a temperatura ambiente.

Por fim, calcula-se a deposição de gamma alumina a partir da massa de alumina depositada ($m_{Al_2O_3,dep}$), obtida pela diferença de massa da espuma antes do recobrimento (m_{espuma}) e depois ($m_{apos,rec}$), conforme a Equação 2 a seguir.

$$C_{Al_2O_3} = \frac{(m_{\text{apos,rec}} - m_{\text{espuma}})}{m_{\text{espuma}}} = \frac{m_{Al_2O_3\text{,dep}}}{m_{\text{espuma}}} \times 100\,(\%) \tag{2}$$

3.3 IMPREGNAÇÃO COM A FASE ATIVA

A impregnação da fase ativa de níquel é feita por imersão da espuma recoberta por y-Al_2O_3 em solução aquosa de nitrato de níquel II hexahidratado, preparada previamente, por 1 hora seguida de secagem em mufla elétrica (Jung modelo LF0231312) a 100 °C por 12 horas e, em sequência, a realização do tratamento

térmico a 600 ℃ por 2 horas, finalizado pelo resfriamento por inércia térmica.

O cálculo da quantidade real de níquel depositado pela metodologia de diferenças de massas não é adequado, pois o Ni formará diferentes ligações, por exemplo, o óxido de níquel (NiO). Contudo, considerando que toda a massa depositada corresponde a NiO, é possível calcular a quantidade teórica de níquel através da Equação 3, descrita a seguir.

$$m_{\text{Ni,teorico}} = \frac{(m_{\text{apos,imp}} - m_{\text{apos,rec}} \times MM_{\text{Ni}})}{MM_{\text{NiO}}} \tag{3}$$

Os valores MM_{Ni} e MM_{NiO} correspondem às massas molares do níquel e do óxido de níquel, respectivamente, e $m_{apos,imp}$ se refere à massa aferida após o procedimento de impregnação.

3.4 CARACTERIZAÇÕES

3.4.1 Aderência

A análise da aderência do suporte de alumina é feita ao submeter os monólitos recobertos com y-Al_2O_3 e tratados térmicamente em banho ultrassônico (Ultronique Q3.0/40 de frequência 40 kHz) em acetona P.A. por 30 minutos, seguido pela secagem em forno mufla (Jung modelo LF0231312) a 100 ℃ por 1 hora. Em seguida, obtém-se a massa de y-Al_2O_3 restante após o procedimento de cavitação em banho ultrassônico. A aderência de y-Al_2O_3 é calculada através da Equação 4, onde $m_{Al_2O_3,dep}$ se refere à quantidade de alumina depositada e $m_{Al_2O_3,per}$ se refere à perda de material obtida pela diferença das massas antes e após o banho ultrassônico.

$$\text{Ad}_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \left(\frac{m_{\text{Al}_2\text{O}_3\text{,dep}} - m_{\text{Al}_2\text{O}_3\text{,per}}}{m_{\text{Al}_2\text{O}_3\text{,dep}}} \right) \times 100\,(\%) \tag{4}$$

3.4.2 Ciclos térmicos

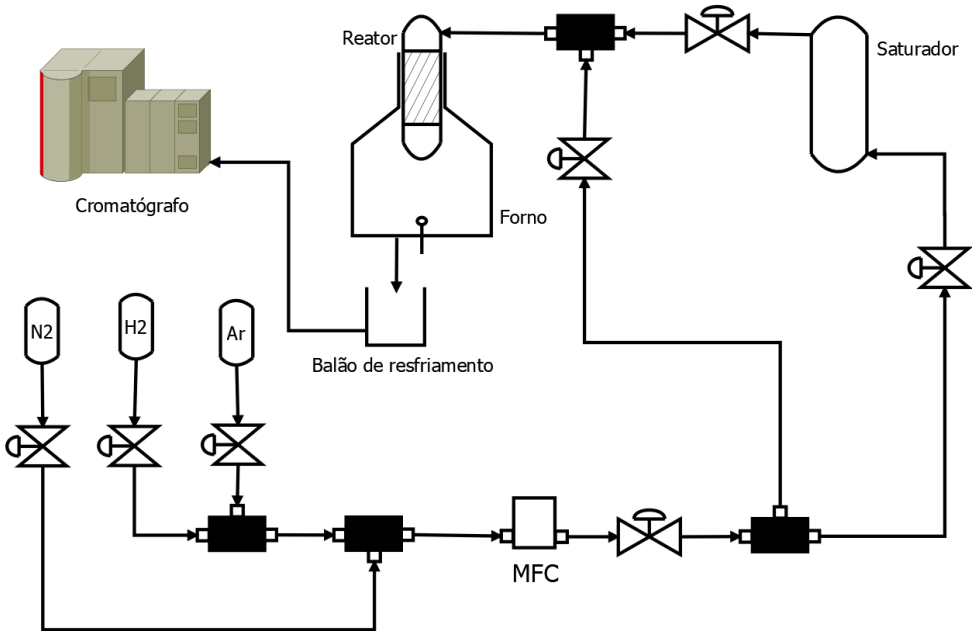
Os testes de ciclos térmicos (ou testes On-Off) foram realizados com amostra recoberta apenas com y-Al_2O_3, em forno mufla Fortelab em atmosfera ambiente e atingindo temperatura de 600 ℃ aquecido em rampa de 30 ℃/min onde permaneceu nessa temperatura por 10 minutos seguido por resfriamento em inércia térmica até 30 ℃. O ciclo é, então, repetido por 10 vezes consecutivas (Pietschmann, 2025).

Ao fim dos 10 ciclos iniciais, a amostra é submetida novamente aos testes de aderência feitos por cavitação em banho ultrassônico em acetona P. A., procedimento descrito no Capítulo 3.4.1, e a aderência é calculada. Em sequência, realizam-se mais 10 ciclos térmicos nas mesmas condições, totalizando 20 ciclos térmicos, seguidos de banho ultrassônico e cálculo da aderência.

3.4.3 Testes em bancada catalítica

A conversão de etanol e a concentração dos produtos do catalisador produzido foram obtidas por meio de testes em bancada catalítica produzida sob medida disponível no Laboratório de Combustão e Catálise Aplicadas (LAC) na UFSC - Campos Joinville. A Figura 10 contém um esquema representativo da bancada de testes utilizada. Foi utilizado um único saturador contendo a mistura de etanol e água na fase líquida que foram submetidos ao fluxo de nitrogênio (N_2) 5.0.

Figura 10 – Representação da bancada de testes catalíticos.



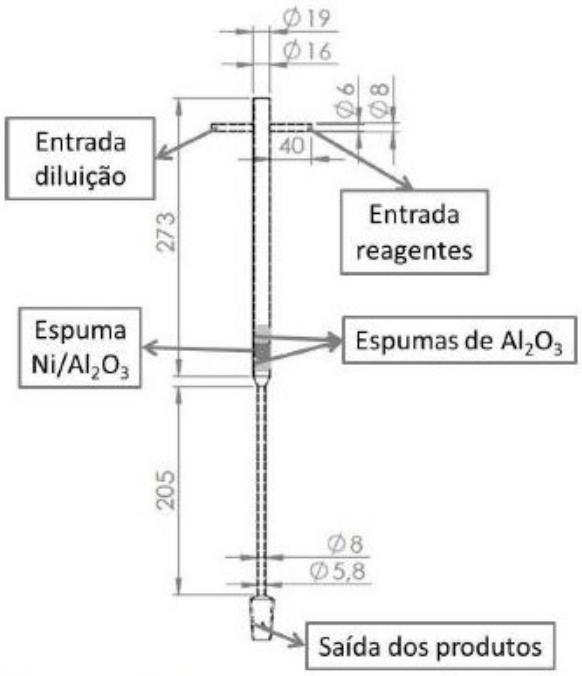
Fonte: Pietschmann (2025, p. 59).

Uma espuma em branco foi adicionada acima da espuma com recobrimento de y-Al_2O_3 (totalizando duas espumas) para homogeneizar o escoamento dentro do reator de quartzo, representado na Figura 11, e a vazão utilizada para todos os gases durante todas as etapas dos testes catalíticos foi de 0,418 litros por minuto (lpm) e esta foi medida utilizando um controlador de fluxo de massa (MFC). O procedimento dos testes catalíticos pode ser dividido em 4 etapas distintas: ativação, purga, reação e regeneração. O reator foi aquecido até a temperatura de 500 ℃ com um escoamento de nitrogênio (N_2) 5.0, momento no qual o N_2 deve ser fechado. A etapa de ativação consiste em submeter o catalisador ao fluxo de uma mistura de 5% de hidrogênio e nitrogênio (H_2/N_2) a 500 ℃ por 20 minutos e tem a finalidade de reduzir o óxido de níquel (NiO) a níquel metálico ativo (Pietschmann, 2025).

De modo a remover qualquer traço residual de H_2, o catalisador passa pela purga com N_2 5.0 por 20 minutos. Este processo foi feito durante a alteração da temperatura do reator para a temperatura desejada para a reação. Em seguida, é feita a introdução dos reagentes no reator para verificação dos valores de entrada e,

imediatamente em seguida, a reação de reforma a vapor de etanol é feita. Por fim, o catalisador deve ser regenerado para a remoção do carbono acumulado com um fluxo de Ar sintético (O_2) por 20 minutos a 500 ℃.

Figura 11 – Representação do Reator de Quartzo.



Fonte: Palm (2018, p. 45).

O reator possui um forno da marca Fortelab acoplado e um cromatógrafo gasoso modelo Agilent 8890 que foi utilizado para a identificação dos produtos da reação de reforma do etanol. Os parâmetros do método cromatográfico utilizado são: temperatura do aquecedor de 250ºC, fluxo de referência de 20 mL/min e fluxo da coluna de hélio de 5mL/min (fluxo *makeup* constante). As colunas utilizadas foram Frontal Injetor SS He - Agilent 22-7033:01, PCM A He - Agilent HP-PLOT e MOLSIEVE e Aux PCM A He - Agilent 19095P-QO3E. A partir dos dados obtidos, é possível calcular a taxa de conversão de etanol utilizando a Equação 5 a seguir (Wang *et al.*, 2022).

$$X_{\text{Etanol}} = \left(\frac{n_{\text{Etanol, in}} - n_{\text{Etanol, out}}}{n_{\text{Etanol, in}}} \right) \times 100\,(\%) \tag{5}$$

Onde X_{Etanol} corresponde à conversão percentual de etanol que é obtida pela diferença entre o número de mols de etanol na entrada ($n_{Etanol, in}$) e o número de mols de etanol na saída ($n_{Etanol, out}$).

A seletividade (S_n) de cada produto foi calculada conforme a Equação 6, sendo n_n o número de mols do produto desejado e n_i o número de mols de todos os produtos identificados pelo cromatógrafo gasoso. Um solver desenvolvido no Laboratório de Combustão e Catálise Aplicadas (LAC) utilizando o software EES foi utilizado para esse

cálculo.

$$S_n - \frac{n_n}{\sum_i n_i} \times 100\,(\%) \tag{6}$$

Os reagentes utilizados para a reforma a vapor de etanol estavam em concentração estequiométrica de três mols de água para um mol de etanol (S/E = 3/1) no estado líquido e o GHSV (Gas Hourly Space Velocity) definido foi de 10000 $h^{-}1$, equivalente ao utilizado por Pietschmann .

As temperaturas de reação avaliadas foram 300℃, 325℃, 350℃, 400℃, 450℃, 500℃, 550℃ e 600℃.

3.4.4 MEV e EDS

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) é uma ferramenta amplamente utilizada para a avaliação da morfologia de superfícies de materiais. Em distinção ao microscópio óptico (MO), o funcionamento do MEV se dá por meio de um feixe de elétrons que interage com o material em um ambiente a vácuo. As imagens geradas por um MEV são produzidas pela transmissão da energia de elétrons direcionados para a superfície da amostra e, em sequência, pela transformação dos diversos sinais em sinais elétricos, que são então utilizados para a geração da imagem da superfície da amostra. Desse modo, não existe um "caminho óptico"direto entre a amostra e a imagem gerada.

Pelo princípio de funcionamento do MEV, amostras com baixa ou nenhuma condutividade são difíceis de avaliar, pois as imagens não são tão nítidas. É necessário, então, que as amostras sejam preparadas e que passem por procedimento de recobrimento, ou *sputtering*, com um metal condutor de alto número atômico para que as imagens sejam obtidas (Ferrari *et al.*, 2019).

Os feixes de elétrons do equipamento são gerados em uma coluna de alto vácuo e, em seguida, são organizados por lentes eletromagnéticas que corrigem e ordenam o fluxo de elétrons. Este é o feixe primário. O feixe de elétrons varre e penetra a superfície da amostra, interagindo com seus elétrons e, como consequência, produzindo sinais distintos entre si, como os elétrons secundários, elétrons retroespalhados, raios X, elétrons Auger e luz visível. Esses sinais são captados pelos diversos tipos de detectores presentes no equipamento.

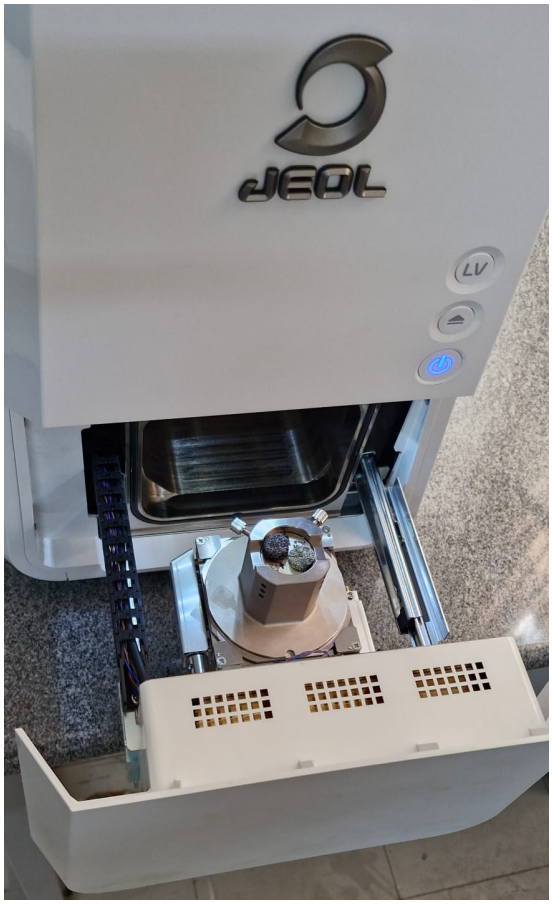
Por fim, os raios X característicos de um elemento são obtidos e compilados em um espectro de espectroscopia de energia dispersiva (EDS) que representa a concentração dos elementos presentes na amostra por meio de picos (Ferrari *et al.*, 2019).

Portanto, para que fosse possível analisar as amostras por MEV, foi necessário

preparar as amostras anteriormente. Os monólitos e os catalisadores foram cortados ao meio utilizando uma guilhotina, com atenção para não haver contaminação das amostras, secos em estufa (Quimmis estufa microprocessada com circulação forçada modelo Q314M243) a 100ºC por 24 horas e transportados em sacos plásticos do tipo zip loc contendo sílica gel azul (Neon diâmetro 1mm - 4mm). Foram avaliadas as regiões mais próximas ao centro das amostras e, devido à natureza não condutora da alumina, recobriu-se as amostras em ouro (Au) por procedimento de *sputtering*.

As análises MEV e EDS foram feitas em microscópio da marca Jeol modelo JCM-7000, apresentado na Figura 12, no Centro Multiusuário do Centro de Ciências Tecnológicas da Universidade do Estado de Santa Catarina (CMU/CCT/UDESC).

Figura 12 – Microscópio eletrônico de varredura com amostras.



Fonte: Elaborada pela autora (2025).

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 RECOBRIMENTO COM y-Al_2O$_3$

Na Figura 13a a seguir, é possível observar que a pasta de y-Al_2O_3 produzida com adição de 1% de PVA apresentou a formação de grandes bolhas durante a agitação a 300 rpm. Enquanto, conforme a Figura 13b, a pasta produzida com 3% de adição de PVA foi mais estável quanto à formação de bolhas e apresentava maior homogeneidade. As bolhas formadas eram de difícil remoção e, portanto, a suspensão foi considerada inadequada e optou-se por seguir com a deposição da pasta de y-Al_2O_3 produzida com 3% de PVA.

Figura 13 – Pastas de y-Al_2O_3 com variação de quantidade de PVA.



(a) 1% PVA (b) 3% PVA

Fonte: Elaboradas pela autora (2025).

Após a conclusão do processo de recobrimento das espumas, aferiu-se a massa dos suportes produzidos em balança de precisão e, por meio da Equação 2 apresentada na seção 3.2, obteve-se os resultados apresentados na Tabela 1. O cálculo da quantidade percentual de y-Al_2O_3 depositada é realizado utilizando o peso inicial dos monólitos. Devido a isso, utilizou-se os resultados em massa para garantir que a comparação com as referências fosse fidedigna.

A espuma recoberta com a pasta de y-Al_2O_3, apresentada na Figura 14 a seguir, não apresentou diferenças significativas da espuma em branco, Figura 7, quando observada a olho nu.

A formulação da pasta de alumina adotada neste trabalho foi idêntica à utilizada por Pietschmann (2025), portanto, em ambos os casos as pastas contêm 20% em massa de y-Al_2O_3. Contudo, para que Pietschmann (2025) obtivesse a deposição de

Tabela 1 – Amostras produzidas e teor de deposição de y-Al_2O_3 obtido.

Amostra	Deposição [%]	Deposição [g]
S1	5,6%	0,138
S2	3,6%	0,087
S3	4,5%	0,102
S4	3,8%	0,095
S5	4,1%	0,098
Média	4,3%	0,104
Desvio padrão	0,7%	0,018

Fonte: Elaborada pela autora (2025).

Figura 14 – Monólito S3 recoberto com y-Al_2O_3.



Fonte: Elaborada pela autora (2025).

0,152 g de y-Al_2O_3 no substrato de aço inoxidável 316L produzido por manufatura aditiva, foram necessárias 4 repetições do procedimento de recobrimento (dip-coating, secagem e tratamento térmico).

Enquanto Palm (2018) utilizou uma pasta de alumina contendo 40% em massa de y-Al_2O_3 e o valor aproximado de 0,135 g foi obtido com uma única imersão na suspensão. A quantidade em gramas de y-Al_2O_3 depositada foi calculada com base nos dados comerciais da espuma de alumina utilizada.

Tabela 2 – Comparação da deposição de y-Al_2O_3.

Trabalho	Peso do substrato [g]	Deposição [g]	Pasta	*Dip-coatings*
Este trabalho	2,41	0,104	20%	1
Pietschmann, 2025	6,09	0,152	20%	4
Palm, 2018	1,35	0,135	40%	1

Fonte: Elaborada pela autora (2025).

Por fim, obteve-se, com procedimento único de recobrimento por *dip-coating*, a deposição de 0,104 g de y-Al_2O_3, o que evidencia a eficácia do método e da pasta utilizados. O uso de soluções com menores concentrações de alumina visa

aprimorar a homogeneidade do recobrimento, uma vez que aglomerados de material no interior do catalisador estruturado podem causar o aumento da queda de pressão do escoamento por bloqueios e entupimentos. A presença de aglomerados de alumina também pode resultar na perda por descolamento durante reação de partes da camada de recobrimento, o que também removeria a fase ativa depositada sobre aquela superfície.

No caso do catalisador produzido por Pietschmann (2025), as células unitárias possuem maior área interna para escoamento dos reagentes. Contudo, no caso da espuma de alumina utilizada neste trabalho e também utilizada por Palm (2018), é estimado haver aproximadamente 26 poros/cm (conforme ficha técnica disponibilizada pelo fabricante) e, em qualquer um dos casos, entupimentos são indesejáveis. A quantidade de y-Al_2O_3 depositada foi considerada adequada devido à proximidade com os resultados das referências e os testes de aderência, que serão discutidos no Capitulo 4.1.1, reforçam a qualidade do recobrimento produzido.

4.1.1 Testes de aderência

Os testes de aderência servem para garantir que a camada de recobrimento está estável sobre o substrato e garantem que não há risco de entupimentos do catalisador em decorrência do descolamento do material adicionado. É importante ressaltar que a amostra S1, apresentada anteriormente, foi utilizada apenas para a validação da pasta de y-Al_2O_3 e foi destruída no processo de avaliar se a pasta foi capaz de infiltrar nos poros internos da espuma. Na Tabela 3 constam os resultados dos testes de aderência para as amostras S2, S3, S4 e S5.

Tabela 3 – Aderência da y-Al_2O_3.

Amostra	Aderência [%]
S2	96,3%
S3	92,9%
S4	94,9%
S5	94,6%
Média	94,7%
Desvio padrão	1,2%

Fonte: Elaborada pela autora (2025).

Com os testes de aderência, foi possível mensurar a perda de massa do recobrimento após o processo de cavitação em banho ultrassônico com Acetona e os resultados foram satisfatórios, pois a aderência de todas as amostras resultou em valores acima de 90%. No caso da amostra S3, a perda de pasta de alumina foi a mais significativa e, ainda durante o processo de banho ultrassônico, foi possível observar certa turbidez da acetona, apesar de se tratar de uma perda em massa de 0,0072 g,

pequena o suficiente para que ainda fosse considerada aceitável.

Pietschmann (2025) também realizou testes de aderência da pasta de alumina sobre um substrato metálico produzido por manufatura aditiva e obteve resultados superiores a 96,2%. Entretanto, algumas características da estrutura podem ter sido benéficas na retenção do material, por exemplo, a irregularidade da superfície formada pelos grãos de aço inoxidável parcialmente sinterizados. O fato de a quantidade de pasta depositada sobre o substrato cerâmico ter sido menor que a depositada por Pietschmann (2025) pode ser uma explicação para a redução observada nos resultados de aderência, visto que é um cálculo feito com referência na quantidade inicial de alumina. Apesar da diferença, os resultados foram satisfatórios.

4.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

A Figura 15a apresenta as imagens obtidas por MEV e, com estas, foi possível corroborar a hipótese inicial de que as hastes da espuma do substrato de fato continham aglomerados de pasta de alumina. Esses aglomerados reduzem o diâmetro médio das janelas conectoras entre as células e podem interferir no escoamento dentro do reator.

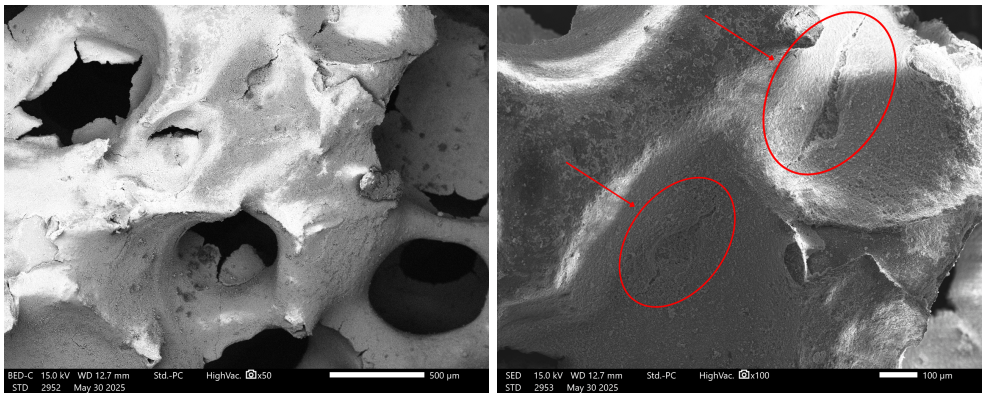
Outro fato observado nas imagens de microscópio foi a presença de trincas na camada de recobrimento onde o substrato ficou exposto. A Figura 15b contém um exemplo de trinca e, quando ampliada nas Figuras 15c e 15d é possível observar a interface entre a pasta de y-Al_2O_3 depositada e o substrato de alumina devido à diferença do tamanho médio dos grãos de alumina. Os grãos maiores são parte do substrato, enquanto os grãos menores, parte superior da Figura 15d, são as partículas de y-Al_2O_3.

4.1.3 Ciclos On-Off

Os testes de ciclos térmicos foram realizados com a amostra S4 conforme a metodologia apresentada no Capítulo 3.4.2. Os resultados obtidos para a aderência da camada de recobrimento após os ciclos podem ser observados na Tabela 4 a seguir. A primeira coluna representa a quantidade de ciclos, que são a variação de 30℃ para 600℃ seguida do resfriamento até 30℃ novamente, e a segunda coluna representa a quantidade percentual de y-Al_2O_3 restante no substrato.

Pietschmann (2025) avaliou a aderência da camada de y-Al_2O_3 sobre quatro amostras diferentes e os resultados variaram entre 93,8% e 95,7% para as amostras submetidas a 10 ciclos térmicos e 95,2% a 95,9% para as amostras após 20 ciclos térmicos. Observa-se que os valores de aderência da camada de recobrimento apresentaram comportamento oposto ao da referência, visto que a maior perda de material ocorreu após 20 ciclos de temperatura e isso pode indicar uma diminuição da resistência mecânica da camada de y-Al_2O_3 com a oscilação de temperatura. Entretanto,

Figura 15 – Imagens MEV da amostra S3 recoberta com a pasta de y-Al_2O_3.



(a) Ampliação de 50x. (b) Ampliação de 100x.

(c) Ampliação de 1000x. (d) Ampliação de 1500x.

Fonte: Elaboradas pela autora (2025).

a aderência nos dois testes ainda foi maior que 93% e, como esse valor é calculado com referência na diferença de massa antes e depois do banho ultrassônico e na quantidade de y-Al_2O_3 depositada, a quantidade efetiva de perda de massa se tratou de 0,00196 g após 10 ciclos e 0,0065 g após 20 ciclos e foi considerada pequena o suficiente para que não representasse um risco crítico para a parada do reator por entupimentos.

Tabela 4 – Aderência da y-Al_2O_3 após ciclos térmicos.

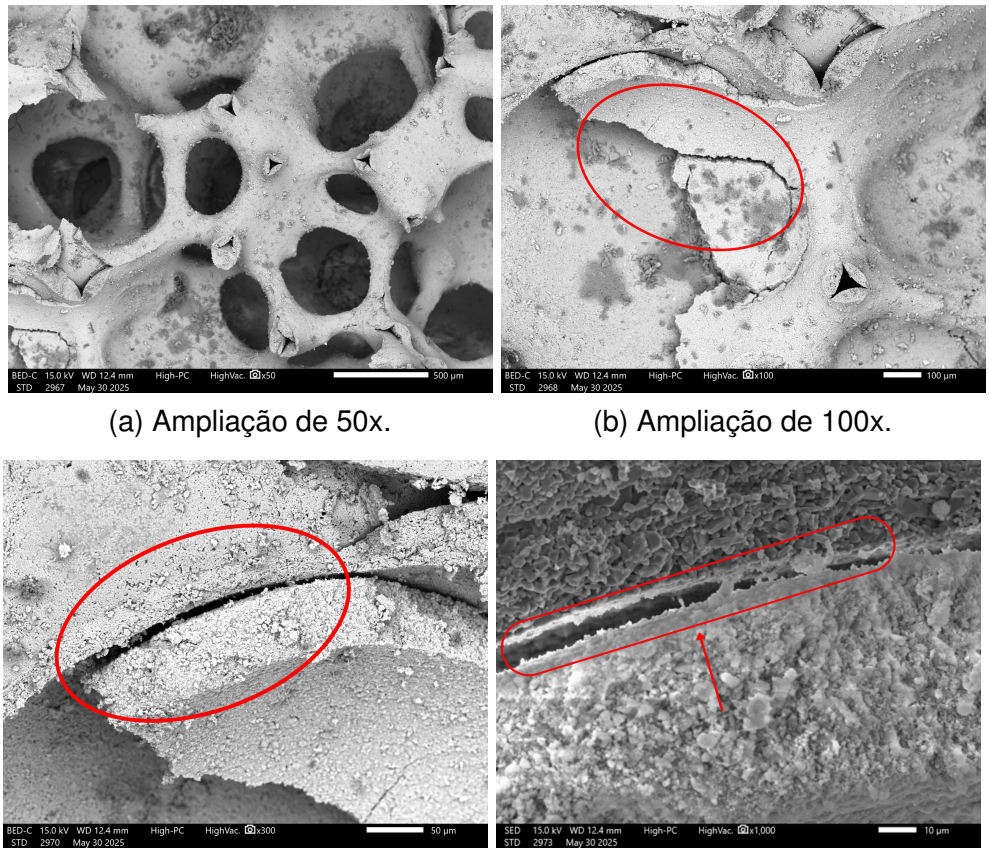
Ciclos	Aderência [%]
10	97,94%
20	93,17%

Fonte: Elaborada pela autora (2025).

4.1.3.1 MEV após ciclos térmicos

As imagens obtidas por MEV após a amostra S4 ser submetida a 20 ciclos térmicos estão compiladas na Figura 16 a seguir.

Figura 16 – Imagens MEV da amostra S4 com y-Al_2O_3 após 20 ciclos térmicos.



(a) Ampliação de 50x. (b) Ampliação de 100x.

(c) Ampliação de 300x. (d) Ampliação de 1000x.

Fonte: Elaboradas pela autora (2025).

Na Figura 16b foi possível observar em diversos pontos da amostra que o recobrimento trincou e, em algumas partes, completamente descolou da espuma de alumina, conforme a Figura 16d. Conforme a Figura 16b, partículas foram observadas em aglomerações ao longo de toda a amostra e existe a possibilidade de se tratar de impurezas que acabaram entrando em contato com a amostra e depositando sobre a superfície, visto que o teste foi realizado dentro do reator de quartzo aberto, apresentado na Figura 11.

Outra possibilidade é a de que as partículas menores do material de recobrimento tenham sinterizado ao longo dos ciclos e formado pequenos aglomerados sobre o monólito (Faure *et al.*, 2010). Recomenda-se para trabalhos futuros que seja feita a avaliação e o mapeamento elementar por EDS.

Apesar da ocorrência de trincas e regiões com falta da camada de recobrimento, os resultados de aderência justificam que o catalisador não perde material em quantidade suficiente para resultar em entupimentos catastróficos.

4.2 IMPREGNAÇÃO COM A FASE ATIVA

As amostras S2 e S5 foram impregnadas com a fase ativa para caracterização por MEV, EDS, conversão de etanole concentração por fração molar corrigida dos produtos por cromatografia gasosa. A amostra S2 está representada na Figura 17 e é possível observar a diferença de coloração em comparação ao monólito recoberto somente com y-Al_2O_3, apresentado na Figura 14.

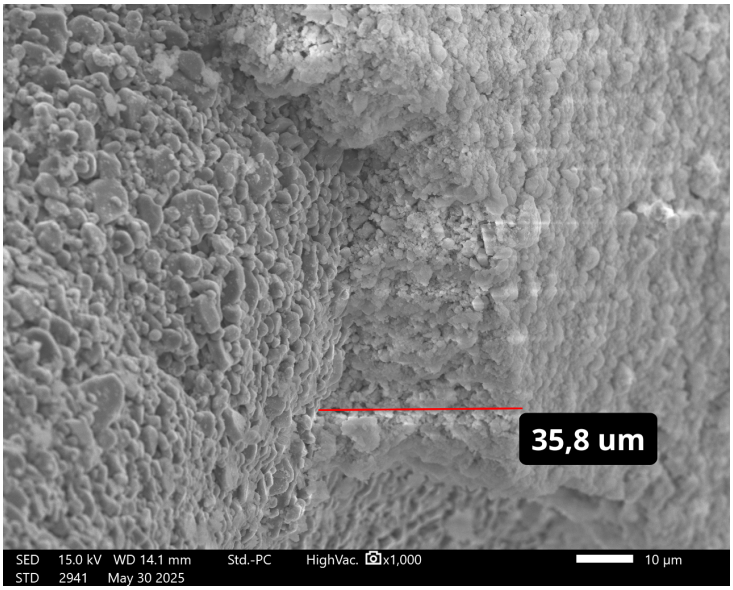
Figura 17 – Catalisador Ni/y-Al_2O_3 produzido.



Fonte: Elaborada pela autora (2025).

A medição da camada de y-Al_2O_3 e níquel depositados foi feita utilizando-se o software ImageJ em imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura representada na Figura 18 a seguir. Foram tomadas medidas de múltiplos pontos da camada e o valor médio da espessura da camada obtido nessa região foi de 30,5μm.

Figura 18 – Medida da camada de catalisador.



Fonte: Elaborada pela autora (2025).

A metodologia utilizada para mensurar a quantidade de fase ativa depositada diverge entre os trabalhos de Pietschmann (2025) e Palm (2018). Enquanto Pietschmann (2025) considera a deposição calculada com relação à quantidade de y-Al_2O_3 depositada, Palm (2018) considera o peso total do monólito para o cálculo. Portanto, assim como a comparação feita da deposição de y-Al_2O_3, a comparação da quantidade de fase ativa depositada foi feita utilizando os valores aproximados em massa de Ni para que haja equivalência na avaliação. A Tabela 5 contém os resultados da quantidade de níquel depositado nos dois catalisadores produzidos neste trabalho, S2 e S5, e a média simples obtida foi de 0,0457 g.

Tabela 5 – Deposição da fase ativa Ni.

Amostra	Deposição [g]
S2	0,0523
S5	0,0391
Média	0,0457
Desvio padrão	0,0066

Fonte: Elaborada pela autora (2025).

A deposição de níquel com uma impregnação nos monólitos de alumina variou consideravelmente entre uma amostra e outra. A amostra S2 apresentou uma deposição de 0,0523 g de Ni, enquanto a amostra S5 obteve deposição de 0,0391 g de fase ativa, reiterando que considerou-se que toda a deposição se trata de NiO. A Tabela 6 contém o resumo da comparação da deposição da fase ativa.

Tabela 6 – Comparação da deposição da fase ativa Ni.

Amostra	Deposição [g]	Concentração [mol/L]	Tempo de impregnação
Este trabalho	0,0457	2	1h
Palm, 2018	0,0990	2,5	16h
Pietschmann, 2025	0,0227	2	1h

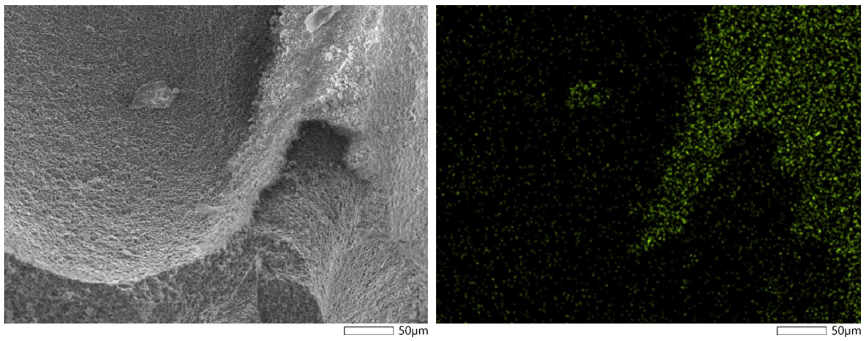
Fonte: Elaborada pela autora (2025).

Avaliando comparativamente a impregnação da fase ativa, observa-se que a deposição de níquel obtida neste trabalho foi aproximadamente 2 vezes maior que a deposição obtida por Pietschmann (2025) sobre substrato metálico e aproximadamente 2 vezes menor que a deposição obtida por Palm (2018) sobre substrato cerâmico. Considerando-se que a concentração molar da suspensão de níquel utilizada neste trabalho foi 2 M e que Pietschmann (2025) e Palm (2018) utilizaram concentrações 2 M e 2,5 M em substratos metálico e cerâmico, respectivamente, o resultado obtido experimentalmente condiz com o esperado e corrobora que a deposição da fase ativa é mais eficiente nos casos onde se utiliza substratos cerâmicos. Adicionalmente, a metodologia de impregnação foi considerada uma otimização em comparação ao

método utilizado por Palm (2018), visto que há a redução do tempo de impregnação de 16h para 1h.

Com relação à morfologia da camada de fase ativa, foi feito o mapeamento elementar da superfície do catalisador por EDS, Figura 19, e, apesar de a camada depositada aparentar homogeneidade, foi possível identificar aglomerados de níquel sobre a superfície do monólito, Figuras 19a e 19b. A presença de alumínio (Al), níquel (Ni) e oxigênio (O) na superfície da amostra confirma que a composição da camada de recobrimento é de Al_2O_3 e níquel e o espectro dos respectivos mapas EDS constam no Apêndice C.

Figura 19 – Mapeamento elementar por EDS do catalisador.



(a) Ampliação de 300x. (b) Ni.

Fonte: Elaboradas pela autora (2025).

O mapeamento elementar pontual da camada apresentada na Figura 18 foi feito e, com base nos elementos obtidos para cada seção da camada, foi possível identificar a separação gradual das camadas de alumina e de níquel. Os espectros de cada ponto constam no Apêndice B e, em resumo, obteve-se 72,3% de Ni e 15,3% de Al no ponto 1 mais superficial e 3,1% de Ni e 49,9% de Al no ponto 5 sobre o substrato, condizendo com a expectativa de que haveria maior concentração de níquel na superfície (ponto 1) e maior concentração de Al_2O_3 nos pontos intermediários e na superfície do substrato (ponto 5).

4.2.1 Testes em bancada catalítica

O procedimento de operação do reator consta no Apêndice A e, nessa etapa foi feita a validação do catalisador produzido por meio da avaliação da conversão de etanol em hidrogênio e da concentração dos produtos. Os testes catalíticos foram realizados com a amostra S5, cuja massa de catalisador (níquel) equivale a 0,0391 g. Os resultados de conversão obtidos estão sumarizados na Tabela 7 e no gráfico da Figura 20 a seguir.

Segundo Ogo e Sekine (2020), a reação ESR é eficaz no intervalo de temperaturas entre 300℃ e 600℃, contudo, o que pôde ser observado nos resultados

obtidos com os testes em reator é que, em temperaturas mais baixas, a conversão é reduzida, apesar de já apresentar atividade catalítica.

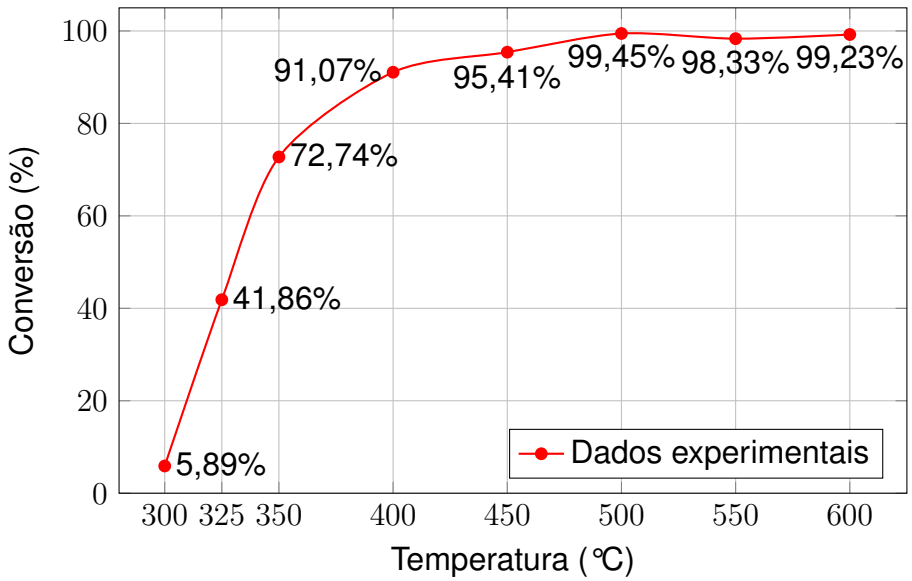
Tabela 7 – Conversão de etanol por ESR na amostra S5.

Temperatura	Conversão
300 ℃	6%
325 ℃	42%
350 ℃	73%
400 ℃	91%
450 ℃	95%
500 ℃	99%
550 ℃	98%
600 ℃	99%

Fonte: Elaborada pela autora (2025).

A conversão aos 300 ℃ foi de 5% o que é um indicativo de que a reação, altamente endotérmica, ainda não possui energia suficiente para que haja atividade significativa. Entretanto, um comportamento crescente foi observado nos resultados de conversão entre 300 ℃ e 400 ℃, conforme o gráfico representado na Figura 20. Apesar de não ser possível assumir linearidade dos resultados de conversão, foi possível identificar certa estabilidade dos resultados a partir de 500 ℃ e, estes, estão acima de 98% de conversão.

Figura 20 – Conversão vs temperatura.



Fonte: Elaborada pela autora (2025).

A equação 6, apresentada anteriormente, rege o cálculo da seletividade dos elementos obtidos nos produtos da reação e é a relação utilizada no software EES. Os resultados estão compilados no Apêndice D.

A identificação dos compostos é um fator particularmente relevante, uma

vez que fornece informações que podem indicar quais rotas estão ocorrendo ou são predominantes em cada temperatura. Conforme os resultados compilados na Tabela 8 foi possível observar que, com o incremento da temperatura, a presença de diversos subprodutos é minimizada e a concentração de H_2 permaneceu significativa em relação às espécies químicas identificadas. A avaliação das rotas identificadas foi feita com base nas Figuras 2 e 3 apresentadas anteriormente.

Tabela 8 – Fração molar corrigida.

Temperatura	C2H4	CH3COCH3	CH4	CO	CO2	C2H4O	H2	C2H5OH
300℃	0,0004	0	0,0021	0	0	0,0139	0,0203	0,2041
325℃	0,0008	0,0002	0,0335	0	0	0,0324	0,1067	0,1209
350℃	0,0037	0,0005	0,0809	0	0	0,0261	0,2205	0,0586
400℃	0,0004	0	0,1317	0	0,1553	0,0014	0,3922	0,0198
450℃	0	0	0,0724	0,0225	0,1927	0,0004	0,5193	0,0097
500℃	0	0	0,0513	0,0263	0,1683	0	0,6590	0,0012
550℃	0,0069	0	0,0102	0,0400	0,1493	0,0004	0,6853	0,0036
600℃	0	0	0,0020	0,0815	0,1774	0	0,7842	0,0015

Fonte: Elaborada pela autora (2025).

Aos 300℃ é possível observar a presença de acetaldeído (C_2H_4O ou CH_3CHO) o que indica que a rota de desidrogenação é predominante nessa temperatura. Com o aumento da temperatura, a presença de C_2H_4O nos produtos é reduzida até que, a partir dos 400℃, é de aproximadamente 0. Enquanto isso, observa-se o incremento da produção de metano (CH_4) entre as temperaturas 300℃ e 350℃, indicando que a rota de decomposição (tanto do etanol quanto do acetaldeído) é predominante e, em seguida, há a redução constante desse composto.

Adicionalmente, a presença de etileno (C_2H_4) foi mínima em múltiplas temperaturas: 300℃=0,0004, 325℃=0,0008, 350℃=0,0037, 400℃=0,0004 e 550℃=0,0069. A presença de etileno é indesejada devido ao seu papel como precursor promotor para a deposição de coque. Uma explicação para a formação de etileno é a presença em grande quantidade de alumina e, consequentemente, de seus sítios ácidos que, por sua vez, promovem a deposição de carbono pelo estímulo da produção de etileno (Ogo; Sekine, 2019).

A partir do momento em que a presença de acetaldeído se aproxima de zero (400℃), verifica-se que há início do aparecimento de dióxido de carbono (CO_2, com concentração máxima identificada aos 450℃) e, em seguida, de monóxido de carbono (CO, com concentração máxima identificada aos 600℃).

Conforme o gráfico representado pela Figura 22, em temperaturas entre 550℃ e 600℃, observou-se uma predominância da concentração de H_2, CO_2 e CO . Esse comportamento pode indicar que, apesar de haver favorecimento de reações de reforma completa (redução significativa da presença de acetaldeído até aproximadamente 0), a rota de deslocamento água-gás não está sendo eficiente

em vista do aumento da concentração de CO. Por fim, a fração molar representada pelo hidrogênio (H_2) se mostrou significativa em comparação aos demais compostos identificados, com valores entre 0,0203, aos 300 °C, e 0,7842, aos 600 °C.

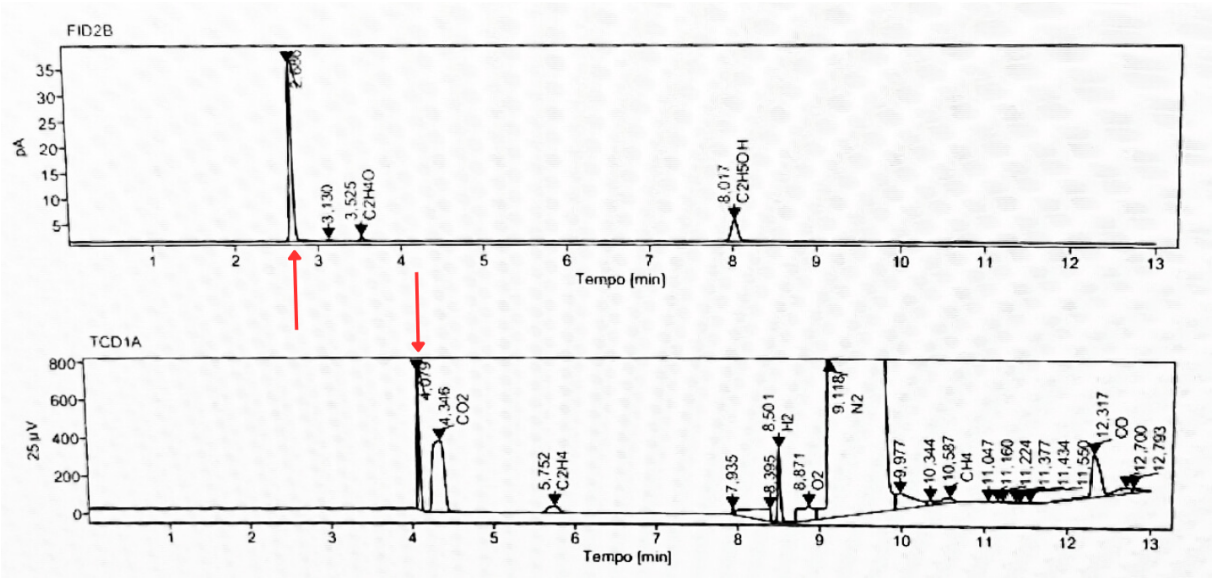
Tabela 9 – Balanço de carbono.

Temperatura	Balanço [%]	Erro [%]
300 °C	101	-1%
325 °C	82%	18%
350 °C	60%	40%
400 °C	75%	25%
450 °C	73%	27%
500 °C	55%	45%
550 °C	51%	49%
600 °C	66%	34%

Fonte: Elaborada pela autora (2025).

O balanço de carbono foi calculado pela diferença entre a quantidade de carbono na entrada e na saída e o erro, em geral, pode ser associado à deposição de coque sobre o catalisador e à incerteza da acurácia no fluxo dos reagentes (Palm *et al.*, 2020). Entretanto, conforme pode ser observado na Tabela 9, o erro do balanço de carbono de diversas temperaturas foi elevado e um valor máximo de 49% foi obtido aos 550 °C, muito acima da expectativa. A causa pode ser associada à não detecção de espécies químicas nos cromatogramas e cujos picos estão indicados por setas na Figura 21.

Figura 21 – Cromatograma de saída 550 °C.

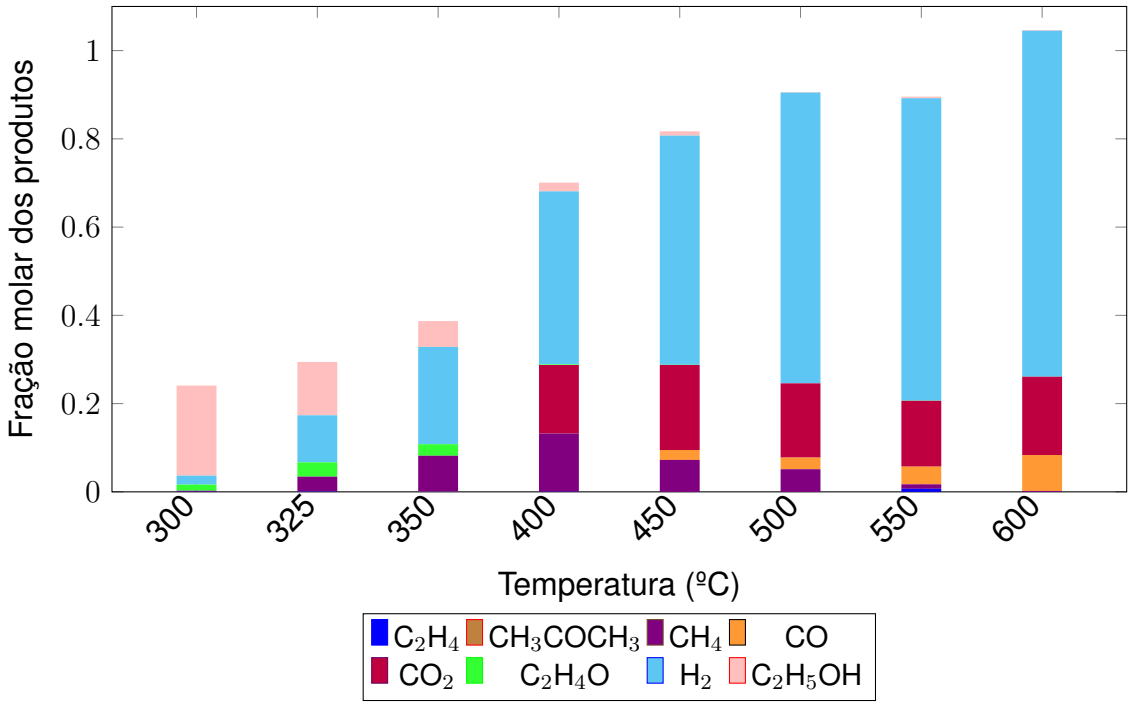


Fonte: Elaborada pela autora (2025).

Devido à elevada discrepância do balanço de carbono possivelmente associada à não identificação de espécies químicas e ao próprio erro inerente ao método, é

indicado que a metodologia de cálculo da concentração dos compostos químicos seja feita pela fração molar corrigida de cada composto. Neste caso, considerando-se que a diluição do gás inerte (N_2) utilizada foi de 0,9, recalculou-se os resultados conforme as concentrações identificadas por cromatografia gasosa e estes estão compilados na Tabela 8 que foi utilizada para a discussão dos resultados. No gráfico representado na Figura 22 pode-se observar que a identificação geral dos compostos aumenta conforme há o incremento da temperatura. Entretanto, entre 300 ℃ e 350 ℃ observa-se que houve identificação de poucos compostos, visto que valores mais próximos de 1 representam uma maior identificação de compostos e são, portanto, mais adequados. Recomenda-se para trabalhos futuros que a comparação dos resultados na forma de fração molar corrigida com os resultados de seletividade seja realizada.

Figura 22 – Fração molar corrigida.



Fonte: Elaborado pela autora (2025).

As reações de reforma foram feitas em dois dias de testes e, a cada nova temperatura de reação, foi feita a medição dos reagentes por cromatografia gasosa para que os valores de entrada fossem obtidos. Finalizada a etapa de reações, o catalisador foi retirado do reator e, conforme a Figura 23, apresentava uma mudança brusca de coloração em comparação ao estado anterior, Figura 17. Este é um forte indicativo de que houve deposição de coque, entretanto, devido à natureza não condutora da alumina, ampliações superiores a 2500 vezes no microscópio eletrônico de varredura não foram possíveis e, por isso, também não foi possível identificar e caracterizar os depósitos de coque sobre o catalisador.

Figura 23 – Catalisador após ESR.



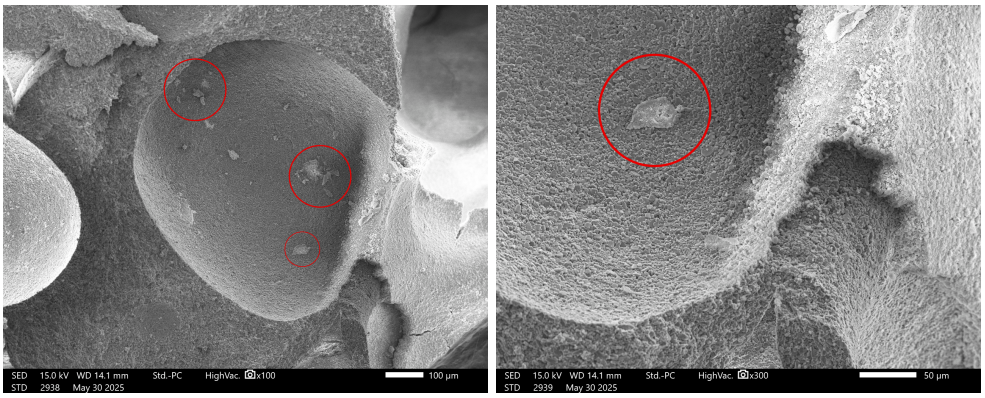
Fonte: Elaborada pela autora (2025).

4.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

As análises de MEV e EDS foram realizadas com as amostras S2 e S5, de modo que fosse possível representar os diferentes estados pré e pós testes catalíticos da reação de reforma a vapor.

Na Figura 24, é possível observar que houve acúmulo de níquel em alguns pontos do monólito, evidenciado nas Figuras 24a e 24b. O mapeamento EDS dessa região foi feito e confirma que as partículas maiores sobre a superfície se tratam de níquel, Figura 19b.

Figura 24 – Imagens MEV da amostra S2 com Ni/y-Al_2O_3 antes dos testes catalíticos.



(a) Ampliação de 100x. (b) Ampliação de 300x.

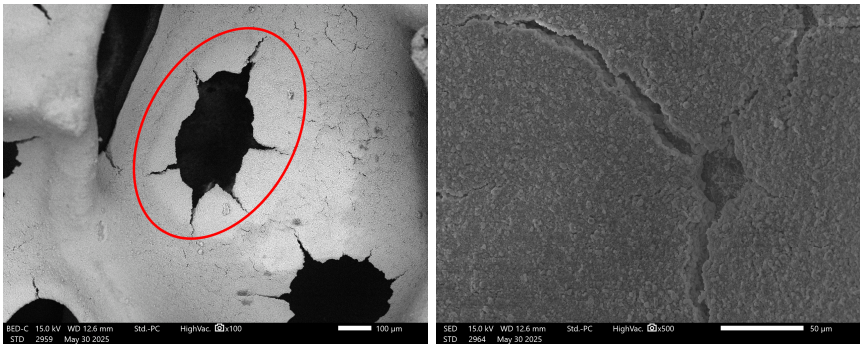
Fonte: Elaboradas pela autora (2025).

A análise morfológica da amostra após ser submetida aos testes de reforma a vapor em todas as temperaturas foi feita, conforme Figura 25, e um fator visual em destaque foi a presença significativa de microtrincas e defeitos na camada de recobrimento, Figuras 25b e 25c.

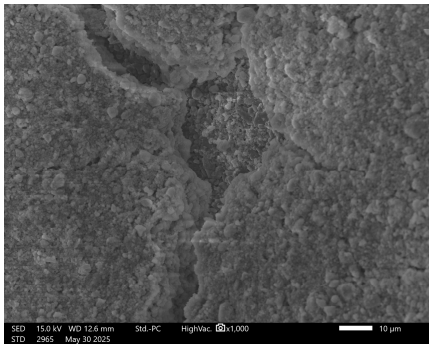
A amostra ficou em ambiente de reação por um período total de

aproximadamente 12 horas. Apesar do período relativamente longo em ambiente hostil, para determinar que há correlação entre a degradação da camada de recobrimento e o tempo sob reação, é necessário que testes catalíticos por períodos mais longos sejam feitos, preferencialmente superiores a 55 horas para que seja possível comparar com os resultados de Chen *et al.* (2024).

Figura 25 – Imagens MEV da amostra S5 com Ni/y-Al_2O_3 após testes catalíticos.



(a) Ampliação de 100x. (b) Ampliação de 500x.

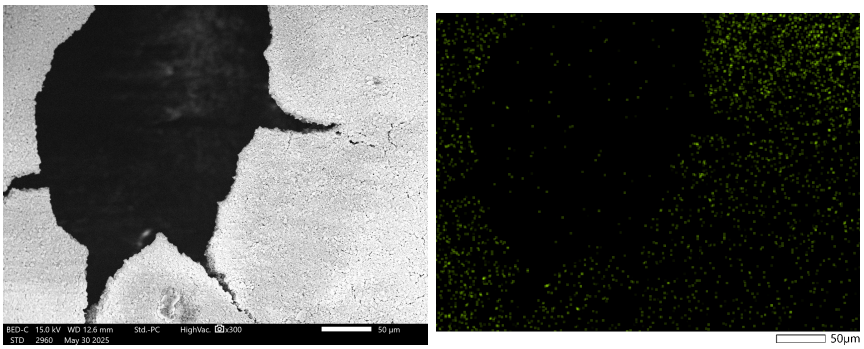


(c) Ampliação de 1000x.

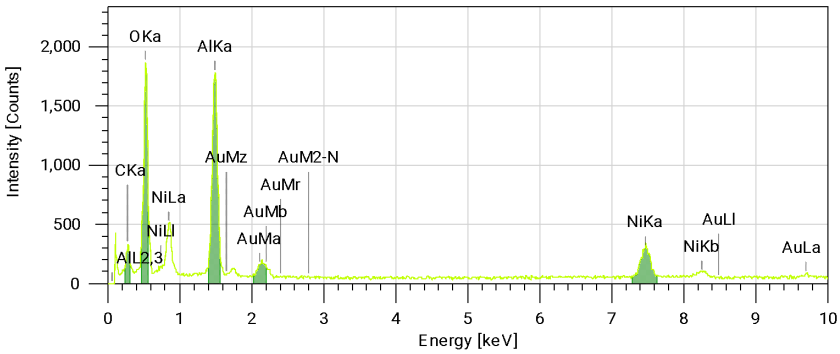
Fonte: Elaboradas pela autora (2025).

Contudo, apesar de haver deterioração da camada de recobrimento, ainda foi possível observar que a presença de níquel ativo é significativa inclusive nas regiões próximas de tricas e janelas, conforme o mapa de EDS representado na Figura 26.

Figura 26 – Mapa EDS da superfície de uma trinca após testes catalíticos.



(a) MEV da região. (b) Mapa de níquel.



(c) Espectro de elementos superficiais.

Fonte: Elaboradas pela autora (2025).

5 CONCLUSÕES

A proposta para este trabalho foi a produção e caracterização de um catalisador estruturado de Ni/y-Al_2O_3 sobre uma espuma comercial de alumina feito pela metodologia de dip-coating para a reação reforma a vapor de etanol em H_2. Uma das etapas relevantes era a reprodutibilidade da metodologia desenvolvida por Pietschmann (2025), que utilizou um substrato metálico, e a etapa de produção do catalisador exibida neste trabalho evidenciou que a metodologia também é adequada para o recobrimento de espumas cerâmicas.

O recobrimento por dip-coating com uma pasta de y-Al_2O_3 contendo 3% de PVA foi eficaz, incluindo o recobrimento das estruturas internas do monólito, sendo necessária apenas uma etapa de recobrimento para a deposição de aproximadamente 0,104 g de y-Al_2O_3 sobre a espuma, enquanto no caso de Pietschmann (2025) foram necessárias 4 repetições para obter 0,152 g. A etapa de impregnação com o níquel também foi eficaz e obteve-se a deposição de 2 vezes mais níquel do que Pietschmann (2025). Contudo, a deposição de níquel foi 2 vezes menor que a de Palm (2018), que utilizou a mesma espuma comercial utilizada neste trabalho. Entretanto, a metodologia desta consistia na imersão em suspensão de níquel por 16 horas, enquanto a metodologia usada neste trabalho foi a imersão por 1 hora, sendo assim, considerou-se que a metodologia utilizada é uma possibilidade de otimização do processo de impregnação da fase ativa adequada.

A camada de Ni/y-Al_2O_3 apresentou variação de espessura e houve presença de aglomerados de níquel sobre a superfície da espuma. No entanto, foi possível observar por imagens obtidas por MEV que a deposição do níquel e da y-Al_2O_3 ocorreu na maior parte da superfície disponível. Os testes de ciclos térmicos resultaram no descolamento parcial da camada de y-Al_2O_3, no surgimento de trincas na superfície de recobrimento e no surgimento de partículas não identificadas, que podem se tratar de impurezas do ambiente, devido ao teste ter sido realizado no reator sem a tampa superior. Contudo, a aderência obtida após os ciclos térmicos foi superior a 93% e indica boa estabilidade da camada sobre o substrato, apesar do surgimento das falhas mencionadas.

Os testes em bancada catalítica para a reação de reforma a vapor de etanol do catalisador de Ni/y-Al_2O_3 resultaram em conversões superiores a 98% entre 500℃ e 600℃ e equiparam-se aos resultados obtidos com o catalisador suportado em metal feito por Pietschmann (2025). Adicionalmente, a concentração de H_2 nos produtos da reação se mostrou majoritária em relação aos outros compostos. Entretanto, a aumento da concentração de CO pode indicar que não está havendo a reforma completa do

etanol pela rota de deslocamento água-gás.

Por fim, os resultados obtidos neste trabalho evidenciam a eficácia da metodologia de impregnação da pasta de y-Al_2O_3 e da fase ativa sobre um substrato cerâmico para reforma em bancada de testes catalíticos. Os valores de conversão obtidos foram satisfatórios e indicam a adequação do catalisador produzido para ambientes com condições agressivas, como a reação de reforma a vapor de etanol.

A otimização da produção de catalisadores de Ni/y-Al_2O_3 e o amadurecimento da tecnologia de catalisadores de reforma são encorajados, pois o potencial da aplicação da catálise heterogênea para a descarbonização do setor de aviação é evidente.

Sugestões de trabalhos futuros:

- Realizar testes catalíticos por longos períodos de tempo de modo a avaliar a estabilidade dos catalisadores produzidos.
- Produzir catalisadores com diferentes formulações de y-Al_2O_3 e múltiplos procedimentos de dip-coating e avaliar a morfologia após testes de ciclos térmicos.
- Avaliar experimentalmente a influência da aplicação da camada de recobrimento na queda de pressão do escoamento.
- Caracterizar os depósitos de carbono depositado após testes catalíticos.

REFERÊNCIAS

ABAS, N.; KALAIR, A.; KHAN, N. Review of fossil fuels and future energy technologies. **Futures**, v. 69, n. 5, p. 31–49, 2015.

ALMEIDA, L. C. et al. Washcoating of metallic monoliths and microchannel reactors. **Studies in Surface Science and Catalysis**, v. 175, n. 10, p. 25–33, 2010.

BRAUN, R. J.; GUMMALLA, M.; YAMANIS, J. System architectures for solid oxide fuel cell-based auxiliary power units in future commercial aircraft applications. **Journal of Fuel Cell Science and Technology**, v. 6, n. 3, p. 15–31, 2009.

BUSSE, C.; FREUND, H.; SCHWIEGER, W. Intensification of heat transfer in catalytic reactors by additively manufactured periodic open cellular structures (pocs). **Chemical Engineering and Processing - Process Intensification**, v. 124, p. 199–214, 2018. ISSN 0255-2701. Disponível em: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0255270117308942.

CHEN, Y. et al. Synthesis of a ni/al2o3 catalyst for hydrogen production via bioethanol steam reforming: Role of the preparation method. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 96, p. 309–320, 2024. ISSN 0360-3199. Published by Elsevier.

CHEN, Z.; ERI, Q.; YANG, L. Study on the comprehensive performance of a hybrid power system based on hydrogen-driven solid oxide fuel cells for green unmanned aerial vehicles. **Energy Conversion and Management**, v. 327, p. 119611, 2025. ISSN 0196-8904. Disponível em: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0196890425001347.

COLPAN C. O.; KOVAč, A. **Fuel Cell and Hydrogen Technologies in Aviation**: Sustainable aviation. 1st. ed. Switzerland: Springer Cham, 2022.

CORDEIRO, G. L. **Estudo de síntese de catalisadores de níquel suportados em alumina-lantânia para aplicação na produção de hidrogênio a partir da reforma a vapor do etanol**. Dissertação (Mestrado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Materiais) — Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2015.

DANACI, S. et al. Efficient co2 methanation over ni/al2o3 coated structured catalysts. **Catalysis Today**, Elsevier B.V., v. 273, n. 9, p. 234–243, 2016.

DURAN, F. G.; BELZUNCE, P.; CADUS, L. E. Thermal treatment and deposition of alumina in metallic microchannels. **Surface Engineering**, v. 36, n. 5, p. 465–476, 2019.

FAURE, R. et al. Alumina foam catalyst supports for industrial steam reforming processes. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 31, n. 3, p. 303–312, 2011. ISSN 0955-2219. Disponível em: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S095522191000453X.

FERNANDES, M. D. et al. Sofc-apu systems for aircraft: A review. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 43, n. 8, p. 16311–16333, 2018.

FERNÁNDEZ, A. et al. Investigation of a pt containing washcoat on sic foam for hydrogen combustion applications. **Applied Catalysis B: Environmental**, v. 180, n. 1, p. 336–343, 2016.

FERRARI, T. C. et al. Microscopia eletrônica aplicada em nanomateriais: catalisador sol-gel cuo/zno/al2o3 / electronic microscopy applied to nanomaterials: sol-gel catalyst cuo / zno / al2o3. **Brazilian Applied Science Review**, v. 3, n. 6, p. 2718–2738, 2019. Disponível em: https://ojs.brazilianjournals.com.br/ojs/index.php/BASR/article/view/5699.

FLYEVER TECNOLOGIA ELETRNICA. **Manual de operação Controlador Digital Modelo FE50RPN**. São Paulo, 2014.

HECK, R. M.; GULATI, S.; FARRAUTO, R. J. The application of monoliths for gas phase catalytic reactions. **Chemical Engineering Journal**, v. 82, n. 1, p. 149–156, 2001.

HOU, T. et al. Hydrogen production from ethanol reforming: Catalysts and reaction mechanism. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 44, n. 1, p. 132–148, 2015.

International Renewable Energy Agency. **World Energy Transitions Outlook 2023: 1.5℃ Pathway**. Abu Dhabi: International Renewable Energy Agency, 2023. ISBN 978-92-9260-527-8.

International Renewable Energy Agency. **How to Decarbonise Global Transport and Industry**. 2025. Acesso em: 29, maio, 2025. Disponível em: https://www.irena.org/Digital-content/Digital-Story/2025/May/How-to-decarbonise-global-transport-and-industry/detail.

KHAN, M. Z. A. et al. Potential of clean liquid fuels in decarbonizing transportation – an overlooked net- zero pathway? **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 183, p. 113483, 2023. ISSN 1364-0321. Disponível em: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1364032123003404.

LAGUNA, O. et al. Chapter 4 - catalysts on metallic surfaces: Monoliths and microreactors. In: PARVULESCU, V. I.; KEMNITZ, E. (Ed.). **New Materials for Catalytic Applications**. Amsterdam: Elsevier, 2016. p. 81–120. ISBN 978-0-444-63587-7. Disponível em: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780444635877000044.

MA, C. et al. Efficient coating method via matching rough surface of stainless steel with al2o3 particles. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 58, n. 5, p. 1848–1856, 2019.

OGO, S.; SEKINE, Y. Recent progress in ethanol steam reforming using non-noble transition metal catalysts: A review. **Fuel Processing Technology**, v. 199, n. 106238, p. 1–11, 2019.

O'HAYRE, R. et al. **Fuel Cell Fundamentals**. 3rd. ed. New Jersey: John Wiley & Sons Incorporated, 2016. ISBN 9781523110247.

PALM, M. O. **Produção e caracterização de monólitos catalíticos para reação de reforma autotérmica de combustíveis automotivos**. Estudo dirigido (Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciências Mecânicas) — Centro Tecnológico de Joinville, Universidade Federal de Santa Catarina, Joinville, 2016.

PALM, M. O. **Produção e caracterização de monólitos catalíticos para reação de reforma a vapor e oxidação parcial de etanol**. Dissertação (Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciências Mecânicas) — Centro Tecnológico de Joinville, Universidade Federal de Santa Catarina, Joinville, 2018.

PALM, M. O. et al. On the effect of the washcoat on the partial oxidation and steam reforming of ethanol on ni/al2o3 monolith in short-contact-time reactors. **Energy & Fuels**, v. 34, n. 2, p. 2205–2213, 2020. Disponível em: https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.9b03655.

PEYRANI, G. et al. Solid oxide fuel cells for aviation: A comparative evaluation against alternative propulsion technologies. **eTransportation**, v. 24, p. 100408, 2025. ISSN 2590-1168. Disponível em: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2590116825000153.

PIETSCHMANN, E. **Análise de monólito metálico de Aço Inox 316L como suporte para catalisadores de Ni/y-Al2O3 em reações de alta temperatura**. Dissertação (Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciências Mecânicas) — Centro Tecnológico de Joinville, Universidade Federal de Santa Catarina, Joinville, 2025.

SANTANDER, J. A. et al. Ni/ceo2–mgo catalysts supported on stainless steel plates for ethanol steam reforming. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 42, n. 15, p. 9482–9492, 2017. ISSN 0360-3199. Disponível em: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0360319917312119.

SONG, X.; BAO, Z.; JIAO, Y. Numerical simulation of ethanol steam reforming on structured sic foam catalyst with direct electrical heating. **Fuel**, v. 396, p. 135332, 2025. ISSN 0016-2361. Disponível em: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0016236125010579.

TWIGG, M. V.; RICHARDSON, J. T. Fundamentals and applications of structured ceramic foam catalysts. **Ind. Eng. Chem. Res.**, v. 46, n. 12, p. 4166–4177, 2007.

CLIMATE CHANGE UNFCCC, U. N. F. C. on. **The Paris Agreement**. 2025. Acesso em: 29, maio, 2025. Disponível em: https://unfccc.int/process-and-meetings/the-paris-agreement.

WANG, M. et al. Effect of active sites distributions on temperature dependent-coke formation over ni/$ce_xzr_{1-x}o_2$-al_2o_3 catalysts for thanol steam reforming: Coke precursor gasification. **Applied Surface Science**, v. 644, n. 158746, p. 1–16, 2023.

WANG, M. et al. Influence of metal-support interactions on reaction pathways over ni/cezrox-al2o3 catalysts for ethanol steam reforming. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 47, p. 33765–33780, 2022. ISSN 0360-3199. Published by Elsevier.

ZEITOUNE, J. F. **Synthesis and characterization of a trimetallic Ni-Cu-Pt/Al2O3 catalytic monolith for hydrogen generation through autothermal ethanol reforming**. Dissertação (Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciências Mecânicas) — Centro Tecnológico de Joinville, Universidade Federal de Santa Catarina, Joinville, 2024.

ZHANG, J. et al. A Review of Heat Transfer Issues in Hydrogen Storage Technologies. **Journal of Heat Transfer**, v. 127, n. 12, p. 1391–1399, 2005.

APÊNDICE A - METODOLOGIA DE TESTES COM A BANCADA DE TESTES CATALÍTICOS

O procedimento completo para teste na bancada catalítica está descrito neste tópico.

ATIVAÇÃO

- Inicia-se com todas as linhas de gases conectadas e todas as válvulas fechadas;
- Abrir as válvulas da linha direta para o reator;
- Abrir a válvula do N_2 e aquecer o forno até 500 ºC. Esse procedimento será descrito na seção Controlador.
- Quando a medição do termopar atingir 500 ºC, fechar a válvula de N_2;
- Abrir a válvula da mistura H_2/N_2 e marcar 20 minutos;
- Após os 20 minutos, fechar a válvula da mistura H_2/N_2, abrir a válvula de N_2 e colocar a programação no controlador para a temperatura desejada de reação.

VERIFICAÇÃO

- Fechar todas as válvulas e esperar a vazão medida no controlador de vazão zerar completamente;
- Desconectar a linha do saturador do reator de Quartzo (tubo branco);
- Conectar o tubo do cromatógrafo gasoso no tubo brando do saturador;
- Abrir a válvula alavanca do saturador;
- Abrir devagar a válvula de N_2 (os reagentes na fase líquida irão borbulhar, muito cuidado nessa etapa);
- Ligar a bomba por 30 segundos;
- Desligar a bomba;
- Fechar a válvula de N_2 (etapa opcional);
- Desconectar tubo do CG do reator e reconectar no CG;
- Iniciar a leitura no cromatógrafo (botão "Play"); O teste de entrada irá rodar por 13 minutos.

REAÇÃO

- Fechar todas as válvulas;
- Reconectar todos os tubos no reator;
- Abrir a válvula do saturador e a válvula que conecta o saturador com o reator de Quartzo;
- Abrir devagar a válvula da linha de N_2 (etapa crítica, reagentes em fase líquida não podem entrar no reator);

- Marcar 3 minutos e, finalizado esse tempo, conectar o tubo do CG no tubo da base do reator;
- Ligar a bomba por 30 segundos;
- Desligar a bomba;
- Iniciar a leitura no cromatógrafo gasoso (pressionar botão "Play");
- Desconectar tubo do CG do reator e reconectar no cromatógrafo;
- Fechar válvula de N_2 até que a vazão esteja zerada no controlador de vazão;
- Fechar válvulas do saturador;
- Iniciar procedimento de purga.

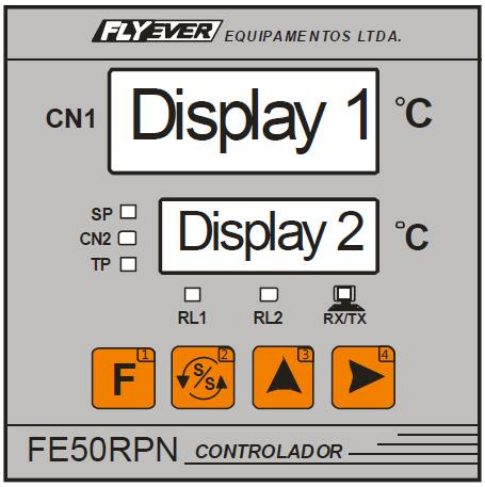
PURGA

- Conferir que todas as válvulas estão fechadas;
- Abrir válvulas da linha do reator;
- Abrir devagar a válvula de N_2;
- Aquecer o forno até 500 ºC;
- Quando atingir 500 ºC fechar a válvula de N_2;
- Abrir devagar a válvula de Ar sintético;
- Marcar 20 minutos;
- Finalizados os 20 minutos, fechar a válvula do ar sintético,
- Iniciar procedimento de ativação.

CONTROLADOR

O controlador digital modelo FE50RPN do forno Fortelab utilizado no reator está representado na Figura 27.

Figura 27 – Controlador Digital Modelo FE50RPN.



Fonte: Flyever Equipamentos Ltda. (2014, p. 2).

- Usar o botão  para acessar a tela de controle;
- Usar o botão  para acessar o parâmetro desejado, nesse caso, a temperatura

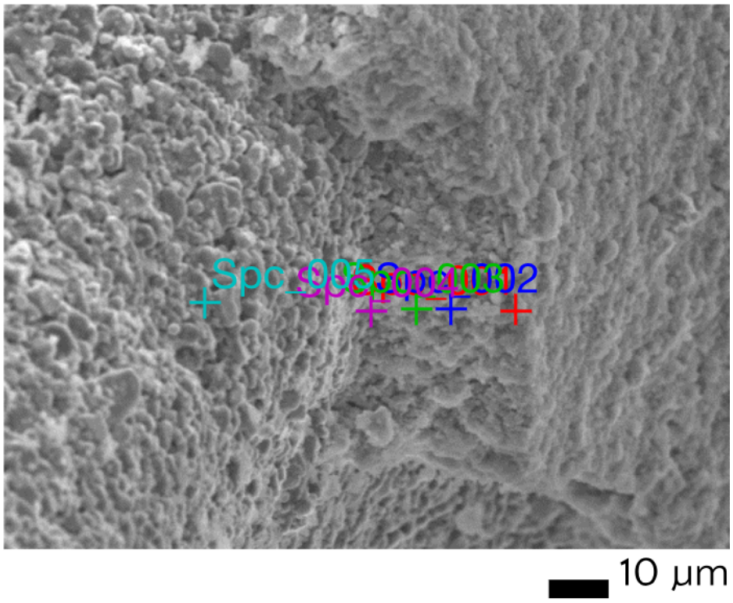
(SP);

- Com as setas do controlador, inserir a temperatura desejada;
- Usar o botão  para acessar o parâmetro seguinte;
- Inserir a rampa de aquecimento desejada em ºC/min (RP);
- Usar o botão  para acessar o parâmetro seguinte;
- Inserir o período de permanência na temperatura desejada em minutos;
- Usar o botão  até que o Display 2 retorne para a tela de temperatura;
- Usar o botão  para iniciar a rampa de aquecimento no software;
- Pressionar o botão I para iniciar a carga e efetivamente aquecer o forno.

APÊNDICE B - MAPEAMENTO ELEMENTAR PONTUAL POR EDS

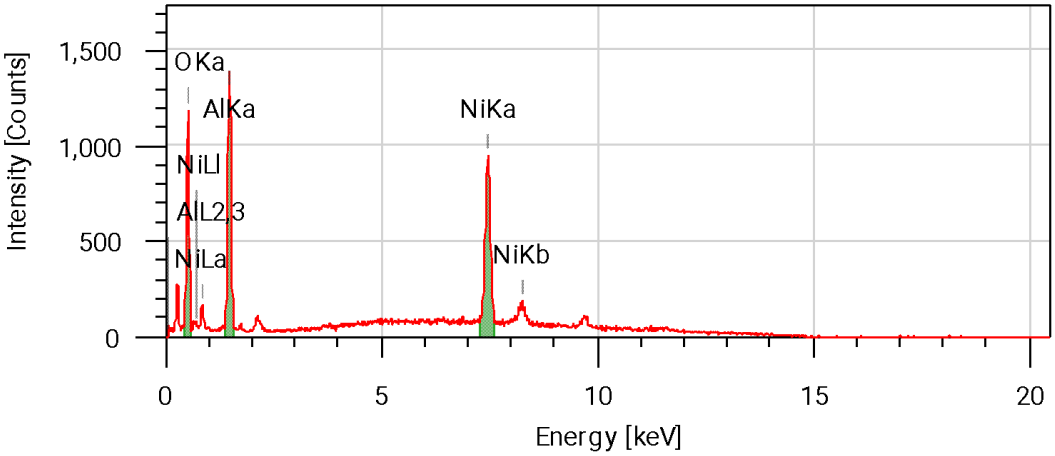
Nessa seção encontra-se o mapeamento elementar pontual obtido por EDS.

Figura 28 – Localização dos pontos.



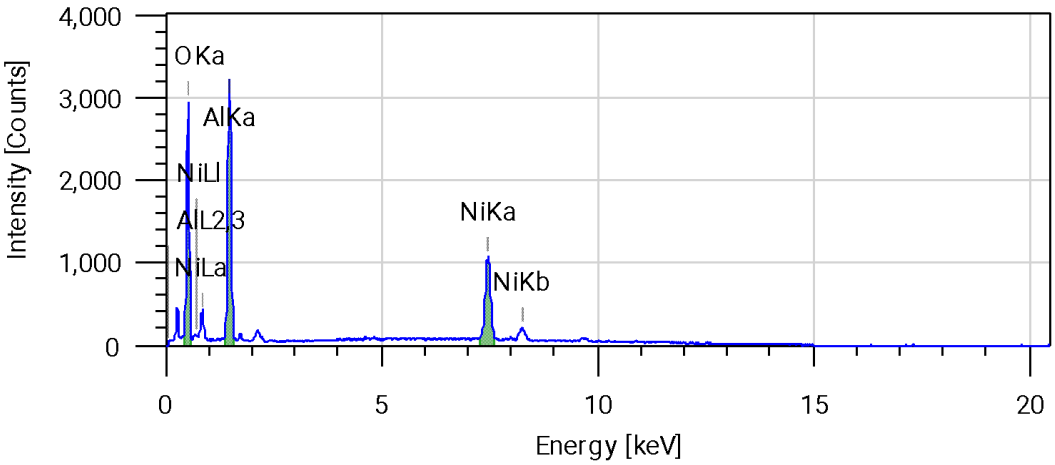
Fonte: Elaborada pela autora (2025).

Figura 29 – Ponto 1.



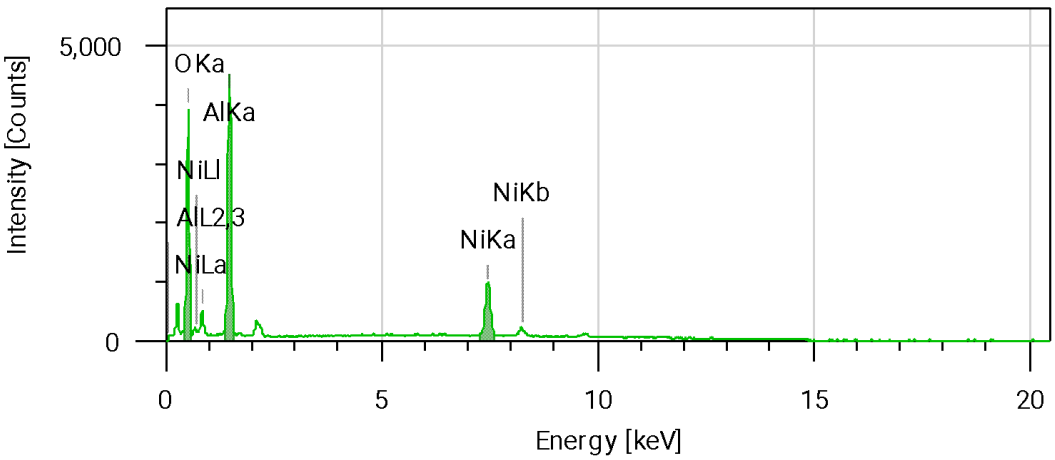
Fonte: Elaborada pela autora (2025).

Figura 30 – Ponto 2.



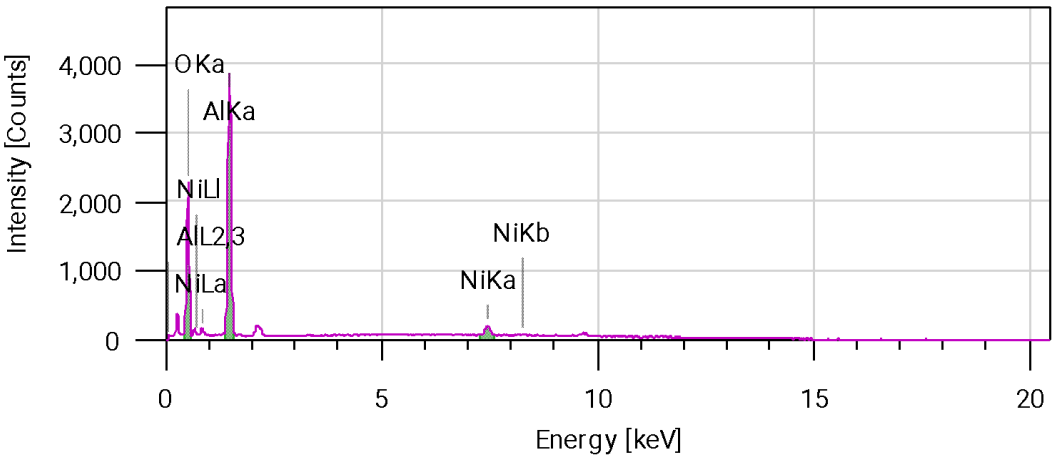
Fonte: Elaborada pela autora (2025).

Figura 31 – Ponto 3.



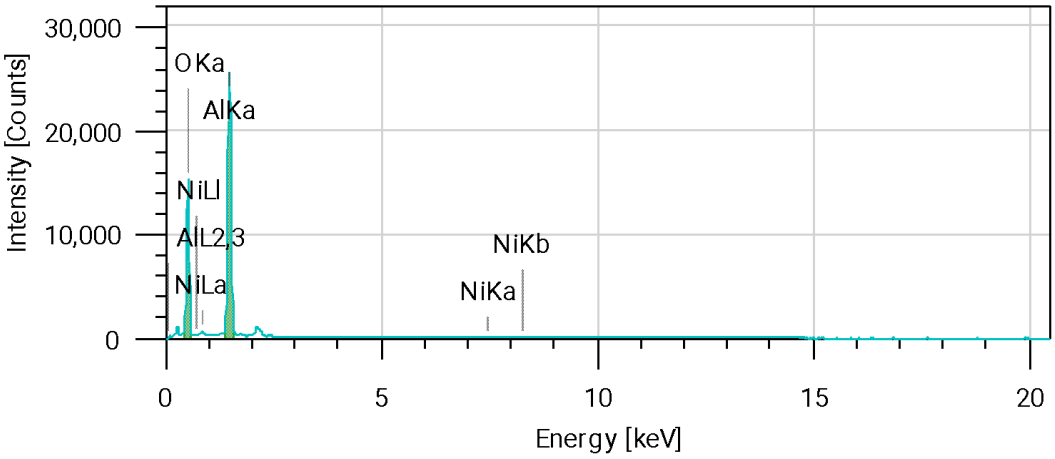
Fonte: Elaborada pela autora (2025).

Figura 32 – Ponto 4.



Fonte: Elaborada pela autora (2025).

Figura 33 – Ponto 5.

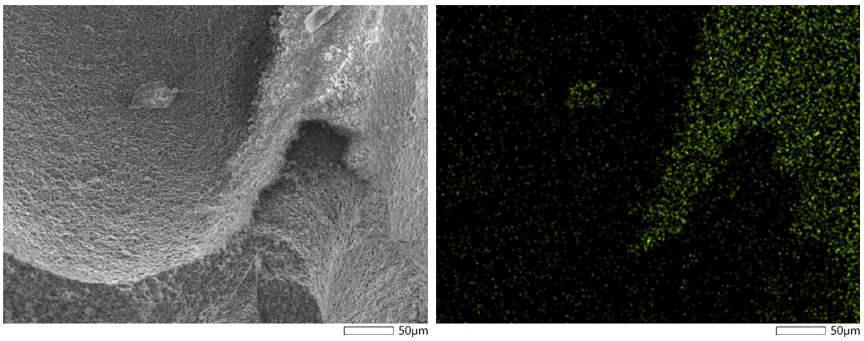


Fonte: Elaborada pela autora (2025).

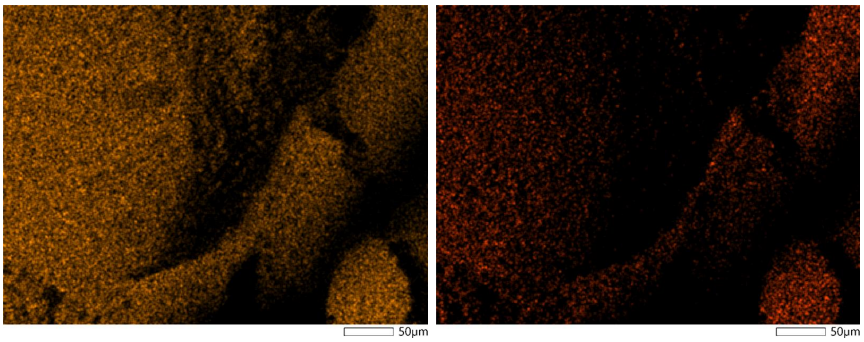
APÊNDICE C - MAPEAMENTO ELEMENTAR POR EDS COMPLEMENTAR À FIGURA 19

Neste encontra-se o mapeamento elementar obtido por EDS complementar à Figura 19 apresentada no texto.

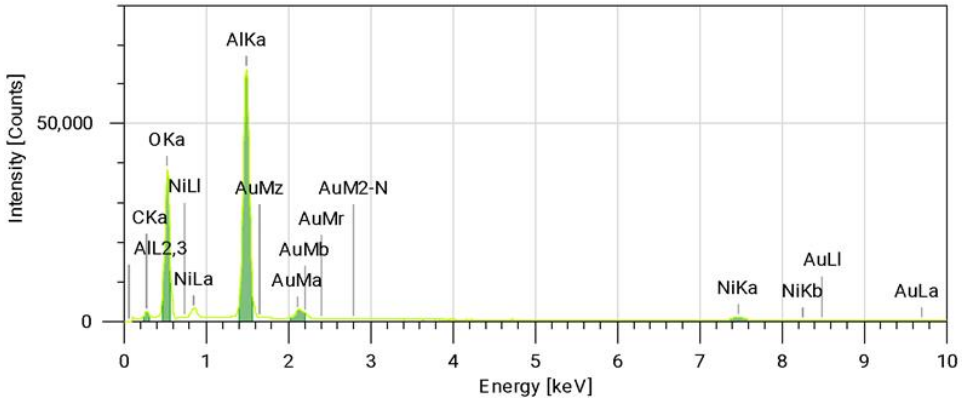
Figura 34 – Mapeamento elementar por EDS do catalisador.



(a) Ampliação de 300x. (b) Ni.



(c) Al. (d) O.

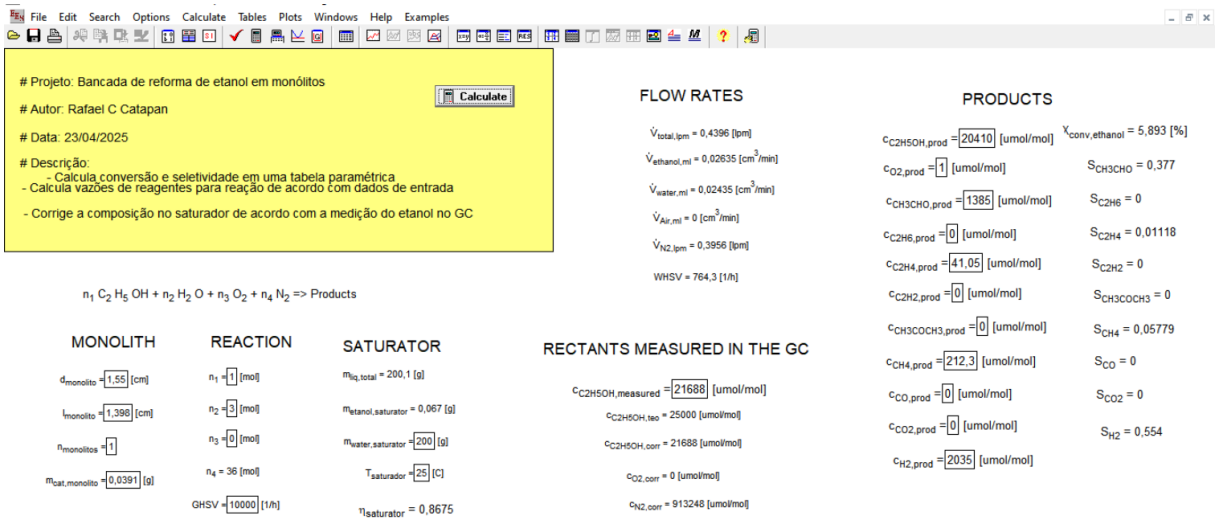


(e) Espectro de elementos.

Fonte: Elaboradas pela autora (2025).

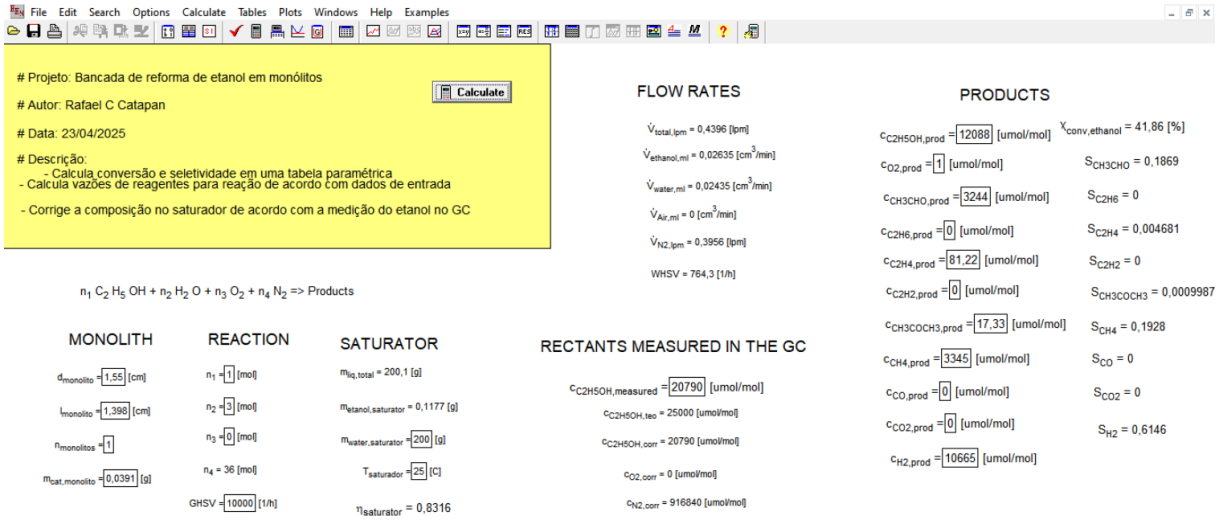
APÊNDICE D - RESULTADOS DE SELETIVIDADE E CONVERSÃO OBTIDOS VIA EES

Figura 35 – Cálculos EES 300ºC.



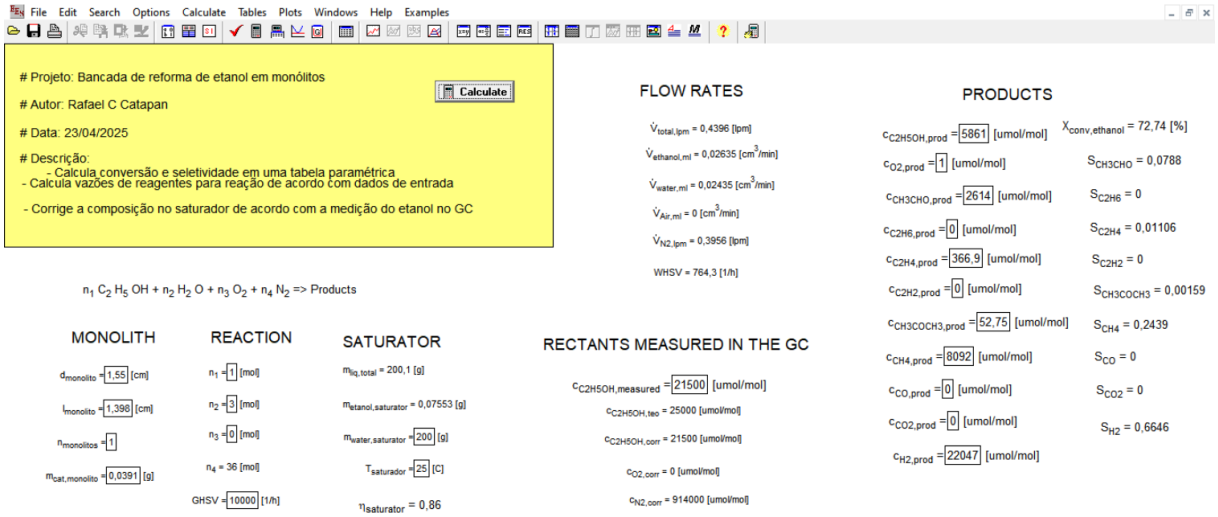
Fonte: Elaborada pela autora (2025).

Figura 36 – Cálculos EES 325ºC.



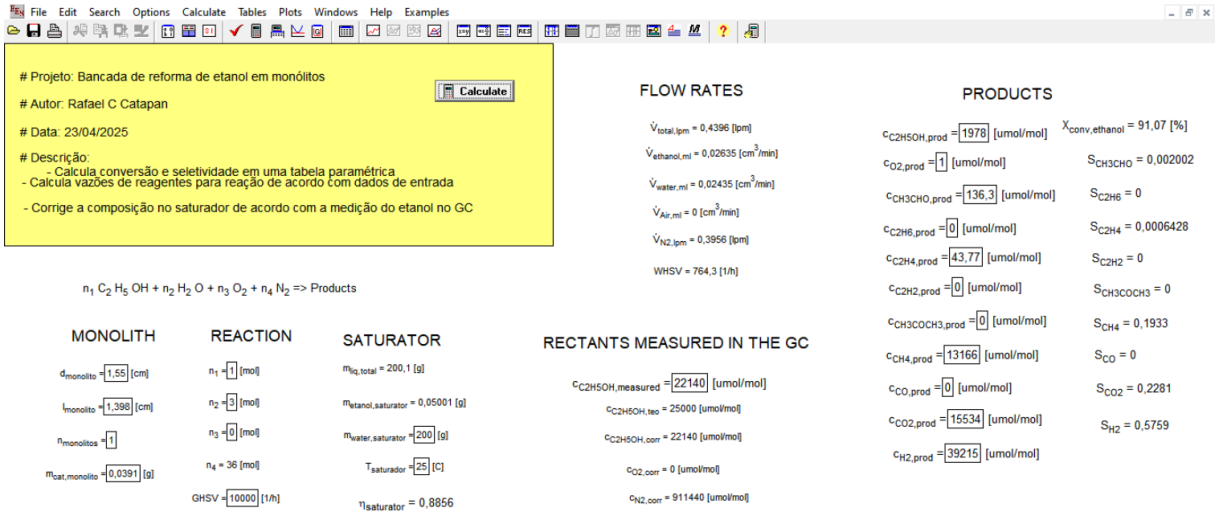
Fonte: Elaborada pela autora (2025).

Figura 37 – Cálculos EES 350ºC.



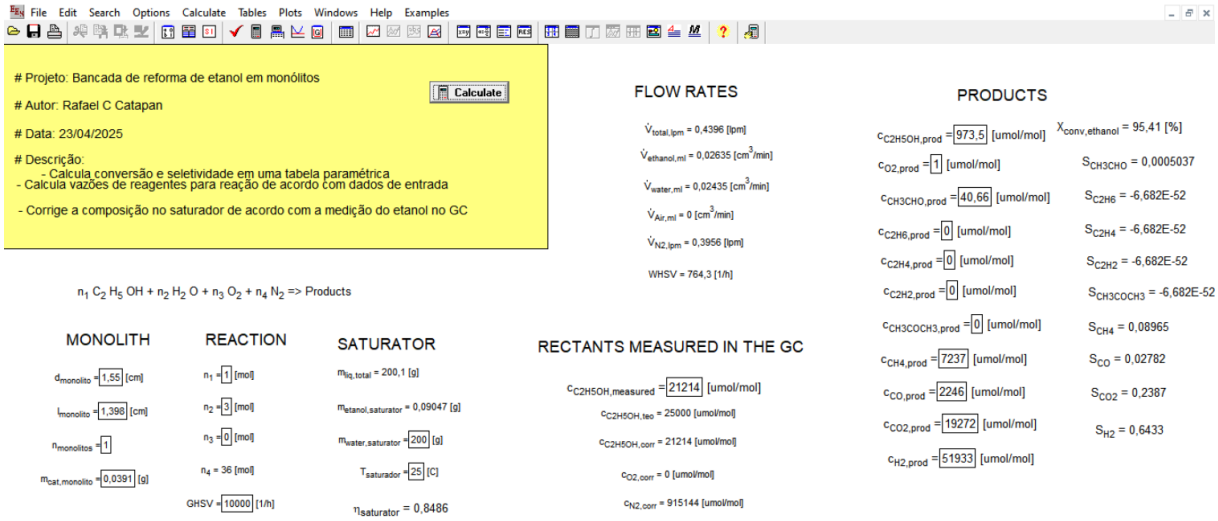
Fonte: Elaborada pela autora (2025).

Figura 38 – Cálculos EES 400ºC.



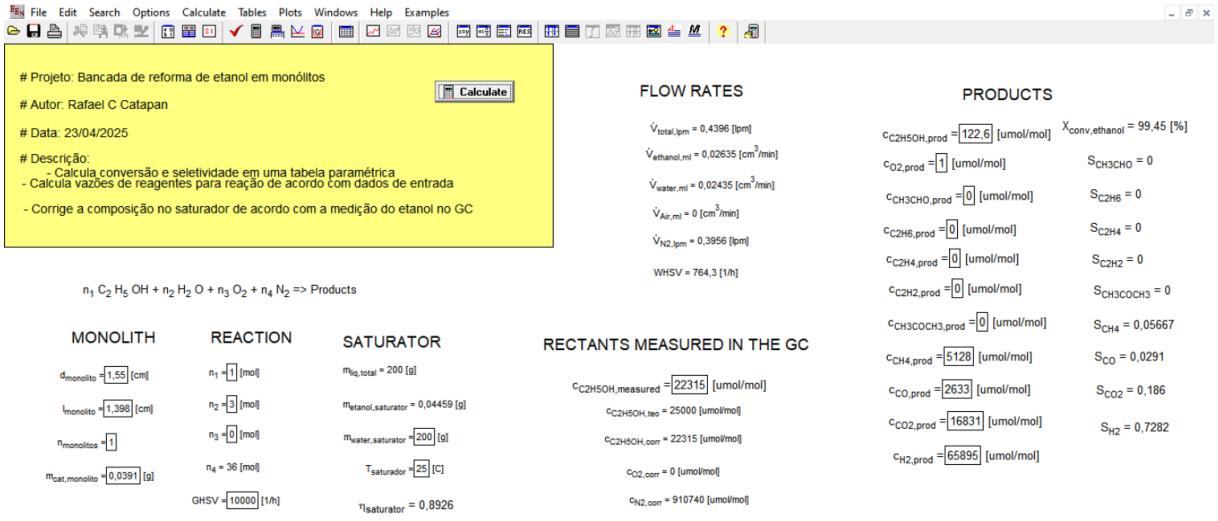
Fonte: Elaborada pela autora (2025).

Figura 39 – Cálculos EES 450ºC.



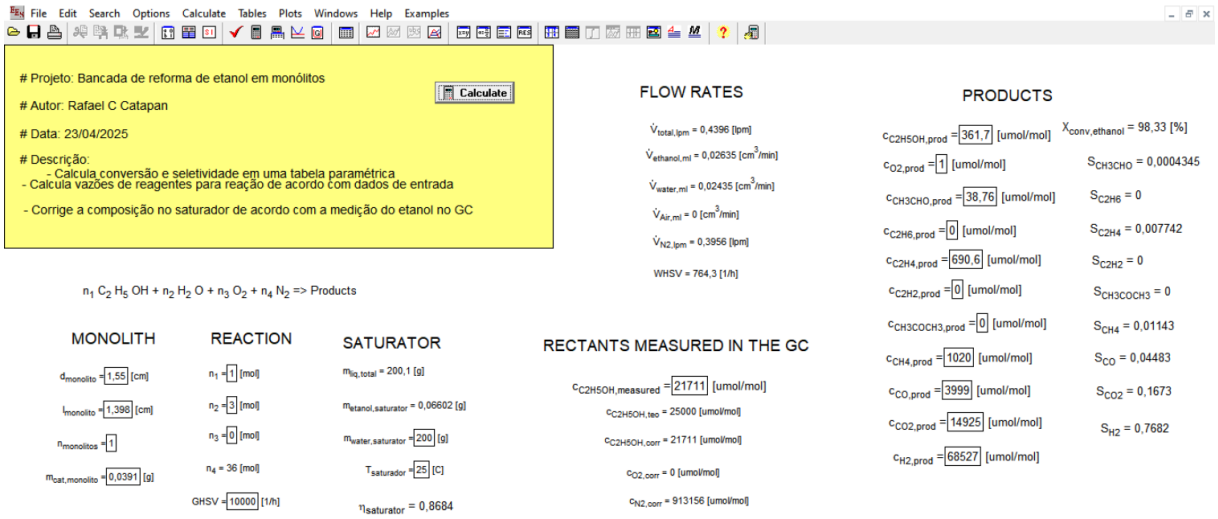
Fonte: Elaborada pela autora (2025).

Figura 40 – Cálculos EES 500ºC.



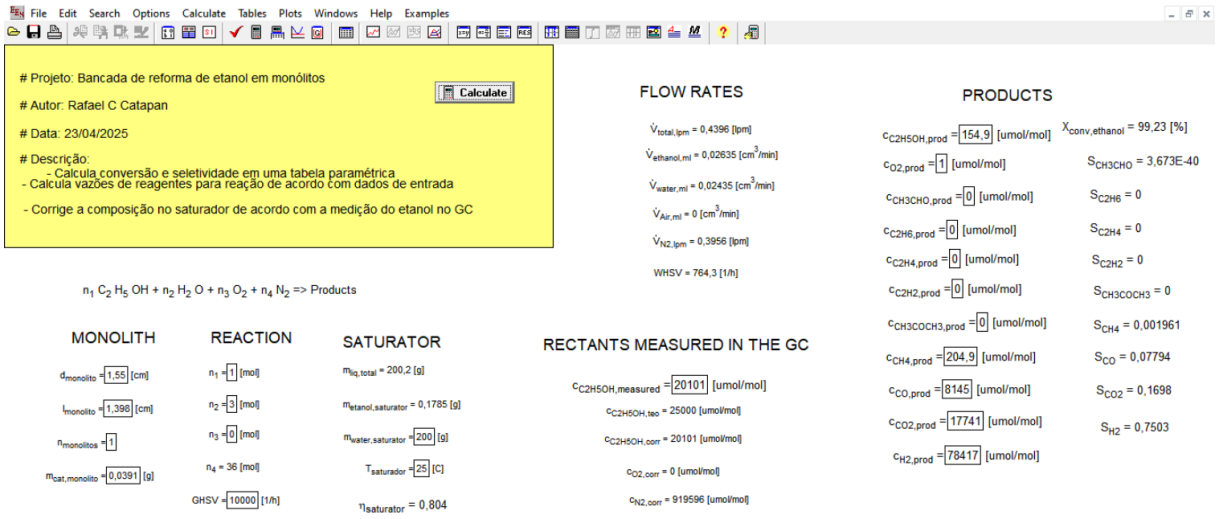
Fonte: Elaborada pela autora (2025).

Figura 41 – Cálculos EES 550ºC.



Fonte: Elaborada pela autora (2025).

Figura 42 – Cálculos EES 600ºC.



Fonte: Elaborada pela autora (2025).