

Análise microscópica pós-queima do material do inserto da tubeira de motor-foguete a propelente sólido: conceituação teórica (Parte I)

Afterburner microscopic analysis of the nozzle insert material of the solid propellant rocket engine: theoretical conception (Part I)

Análisis microscópico post-queima del material del inserto de la tubería de motor-cohete a propelente sólido: concepción teórica (Parte I)

Ronald Izidoro Reis^I

Wilson Kiyoshi Shimote^{II}

Luiz Cláudio Pardini^{III}

RESUMO

O presente trabalho apresenta estudo conduzido na Divisão de Materiais (AMR), subordinada ao Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE), organização do Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial (DCTA), para investigar o comportamento microestrutural do material a base de compósito carbono/carbono usado como proteção térmica/inserto em garganta de tubeira de foguetes. Esses sistemas são submetidos a um fluxo intenso de calor proveniente dos gases em alta velocidade, que levam ao fenômeno de ablação nas regiões da tubeira em motores a propulsão sólida de veículos S43, por exemplo. A ablação é um fenômeno erosivo que ocorre em regiões do sistema de proteção térmica e cujo material é removido por influências termomecânicas, termoquímicas e termofísicas ou combinadas. Assim, para manter a integridade da tubeira, utilizam-se materiais como Sistemas de Proteção Térmica (SPT). Os materiais para proteção térmica podem ser classificados, conforme o mecanismo predominante de proteção, em ablativos e reirradiantes. A maioria dos materiais ablativos são compósitos reforçados com fibras estruturais (sílica ou carbono, por exemplo) e unidos com resinas termorrígidas orgânicas e, na classe de materiais reirradiantes, encontram-se os compósitos termoestruturais com matriz de carbono,

reforçados com fibras de carbono (CRFC), compósitos com matriz híbrida de carbono/carbeto de silício (C/SiC), e os compósitos de matriz e fibras de carbeto de silício (SiC/ SiC) e os materiais cerâmicos covalentes, como ZrC, HfC e TaC, por exemplo, principalmente na forma de materiais modificadores internos ou como recobrimentos. A preparação das amostras e conceituações inerentes aos materiais são apresentadas como parte I do trabalho e a avaliação do comportamento microestrutural do motor S43 será realizada por estereomicroscopia, Microscopia Ótica (MO) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), será apresentada, em trabalho futuro, como parte II.

Palavras-chave: Inserto da tubeira. Motor-foguete. Propulsão sólida. Inserto de CRFC.

ABSTRACT

This work presents a study conducted in the Materials Division (AMR), subordinated to the Institute of Aeronautics and Space (Instituto de Aeronáutica e Espaço - IAE), organization of the Department of Aerospace Science and Technology (DCTA), to investigate the microstructural behavior of carbon/carbon composite based material used as heat shield/insert in nozzle throat of rockets. These systems are subjected to an intense heat flow from the gases at high speed, which lead to the ablation

I. Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE) – São José dos Campos/SP – Brasil. Phd em Engenharia Metalúrgica e Materiais pela Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG). E-mail: ronaldrir@fab.mil.br

II. Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE) – São José dos Campos/SP – Brasil. Doutor em *Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Energétique et Aéronautique* pela *École Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique* – França. E-mail: wilsonwks@fab.mil.br

III. Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE) – São José dos Campos/SP – Brasil. Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais pela *University Of Bath* – Inglaterra. E-mail: pardinilcp@fab.mil.br

Recebido: 22/08/18

Aceito: 13/11/18

phenomenon in the nozzle regions in solid propulsion engines of S43 vehicles, for example. Ablation is an erosive phenomenon that occurs in regions of the thermal protection system and whose material is removed by thermomechanical, thermochemical and thermophysical or combined influences. Thus, in order to maintain the integrity of the nozzle, materials such as Thermal Protection Systems (TPS) are used. The materials for thermal protection can be classified, according to the predominant mechanism of protection, in ablatives and reirradiant. Most of the ablative materials are composites reinforced with structural fibers (silica or carbon, for example) and bonded with organic thermo rigid resins and the class of reirradiant materials include carbon mesh thermostructural composites reinforced with carbon fibers (CRFC), composites with silicon carbon/silicon carbide (C/SiC) hybrid mesh, and the silicon carbide mesh and fibers composites (SiC/SiC) and covalent ceramic materials such as ZrC, HfC and TaC, for example, mainly in the form of internal modifying materials or as coatings. The preparation of the samples and concepts related to the materials are presented as part I of the work and the assessment of the microstructural behavior of the S43 engine will be performed by stereomicroscopy, Optical Microscopy (MO) and Scanning Electron Microscopy (SEM), as part II.

Keywords: Nozzle insert. Rocket engine. Solid propulsion. CRFC insert.

RESUMEN

El presente trabajo presenta un estudio conducido en la División de Materiales (AMR), subordinada al Instituto de Aeronáutica y Espacio (IAE), organización del Departamento de Ciencia y Tecnología Aeroespacial (DCTA), para investigar el comportamiento microestructural del material a base de compuesto carbono/carbón utilizado como protección térmica/inserto en la garganta de los tubos de cohete. Estos sistemas se someten a un flujo intenso de calor proveniente de los gases de alta velocidad, que llevan al fenómeno de ablación en las regiones de la tubería en motores a propulsión sólida de vehículos S43, por ejemplo. La ablación es un fenómeno erosivo que ocurre en regiones del sistema de protección térmica y cuyo material es removido por influencias termomecánicas, termoquímicas y termofísicas o combinadas. Así, para mantener la integridad de la tobera, se utilizan materiales como Sistemas de Protección Térmica (SPT). Los materiales para protección térmica pueden clasificarse, según el mecanismo predominante de protección, en ablativos y reirradiantes. La mayoría de los materiales ablativos son compuestos reforzados con fibras estructurales (sílice o carbono, por ejemplo)

y unidos con resinas termorregidas orgánicas y, en la clase de materiales reirradiantes, se encuentran los composites termoestructurales con matriz de carbono, reforzados con fibras de carbono (CRFC), compuestos con matriz híbrida de carbono/carburo de silicio (C/SiC), y los compuestos de matriz y fibras de carburo de silicio (SiC/SiC) y los materiales cerámicos covalentes, como ZrC, HfC y TaC, por ejemplo, principalmente en forma de materiales modificadores internos o como recubrimientos. La preparación de las muestras y concepciones inherentes a los materiales se presenta como parte I del trabajo y la evaluación del comportamiento microestructural del motor S43 será realizada por estéreo microscopia, Microscopia Óptica (MO) y Microscopia Electrónica de Barrido (MEV), será presentada, en trabajo futuro, como parte II.

Palabras clave: Inserto de la tobera. Motor-cohete. Propulsión sólida. Inserto de CRFC.

1 INTRODUÇÃO

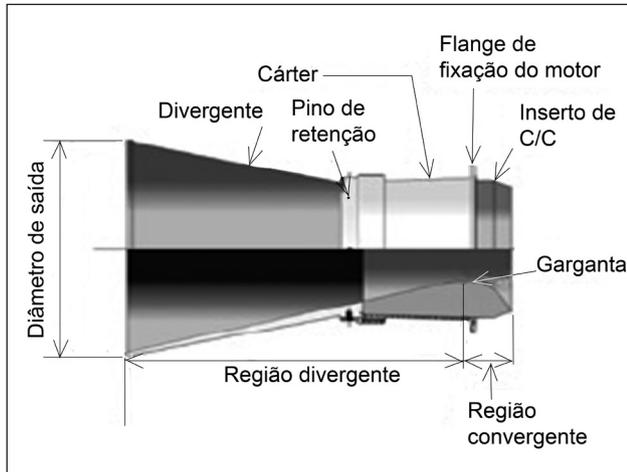
Os motores foguetes utilizados em veículos lançadores de satélites e foguetes suborbitais, desenvolvidos no Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE), possuem sistemas de propulsão química, onde há reação de combustão do propelente, tanto sólido, líquido ou híbrido. Assim, seguindo o conceito clássico, ocorre a produção de energia térmica, na forma de gases, sob elevada temperatura e pressão. Os gases gerados na câmara de combustão são ejetados pela tubeira onde ocorre a conversão da energia térmica em energia cinética, resultando em empuxo para propulsão do foguete (SUTTON, 1992).

1.1 Tubeira

Segundo Palmerio (2017, p. 73), a escolha dos materiais e do projeto do perfil geométrico interno da tubeira são essenciais para que o escoamento e expansão dos gases oriundos da queima do propelente sejam eficientes para geração de empuxo do veículo lançador. Não basta somente que os gases sejam produzidos e liberados. Para que seja possível induzir alta velocidade ao foguete, é preciso acelerar os gases produzidos de modo que estes atinjam altas velocidades na seção de saída. Para atingir esse efeito, o inserto de compósitos com matriz de carbono, reforçados com fibras de carbono (CRFC) (Figura 1), componente da tubeira, tem em seu interior uma região convergente, que inicia o processo de aceleração, outra divergente, na qual os gases são expandidos até a velocidade supersônica (número de mach >1) até a ejeção pela seção de saída. Na transição entre as regiões convergente e divergente, situa-se a seção crítica

denominada garganta, que possui o menor diâmetro e em cuja seção os gases atingem a velocidade sônica (número de mach =1). A Figura 1 ilustra esquematicamente uma tubeira de um motor foguete típica, utilizada em veículos lançadores para missões suborbitais.

Figura 1 – Conjunto da tubeira de um veículo lançador.



Fonte: Palmerio (2017).

O cárter, apresentado na Figura 1, tem as seguintes funções:

- i) fixação da tubeira ao envelope motor, por meio de flange;
- ii) receptáculo do inserto com superfície interna ligeiramente cônica com o objetivo de evitar a expulsão do inserto devido à passagem dos gases pela tubeira; e
- iii) resistência mecânica para suportar a pressão interna na região do divergente.

Palmerio (2017) menciona também que a região do inserto da garganta é submetida a um fluxo intenso de calor proveniente dos gases em alta velocidade. Para suportar essas condições, utilizam-se materiais com características especiais que formarão uma barreira de proteção térmica, promovendo isolamento suficiente para manter a temperatura e integridade da estrutura do cárter metálico e do veículo lançador como um todo.

Segundo Silva (2009), de forma geral, materiais de diferentes características são empregados em Sistemas de Proteção Térmica (SPT) na indústria aeroespacial com propriedades específicas, como baixa massa específica, elevada resistência mecânica e elevado ponto de fusão. Cada tipo de material é empregado de acordo com suas características para a proteção térmica da tubeira. Esses materiais podem ser classificados, conforme o mecanismo predominante de proteção térmica, em: ablativos ou reirradiantes.

1.1.1 Materiais ablativos

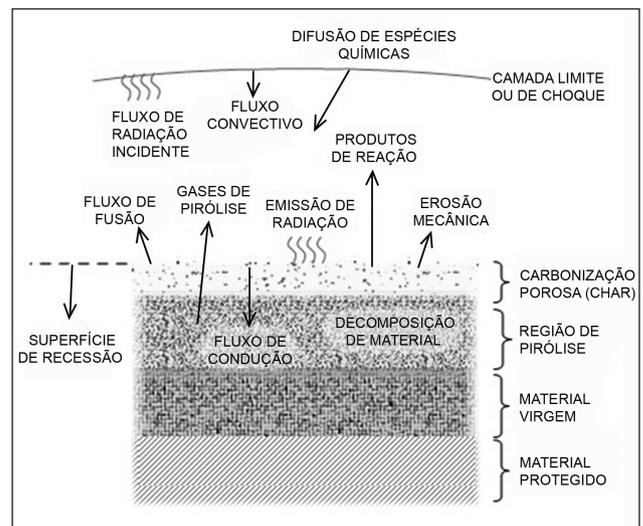
Utilizam-se os materiais ablativos como um método prático para aliviar condições extremas de aquecimento aerodinâmico que se verificam durante a reentrada de

sistemas espaciais na atmosfera, bem como no escoamento a altas velocidades dos gases de exaustão dos propulsores. Neste SPT a dissipação da energia térmica ocorre pela perda de massa e pela mudança de fase do material. Suas principais características são a resistência térmica à alta temperatura, resistência à erosão, ao choque térmico e impacto, além de baixa condutividade térmica e calor específico elevado (SILVA, 2009).

Os SPT que utilizam materiais ablativos são os mais simples e consistem no recobrimento externo do veículo por meio de uma couraça com grande capacidade térmica, para suportar o intenso fluxo de calor emanado da perda de energia cinética em trajetória balística na reentrada atmosférica, e cujas taxas de aquecimento e desaceleração são muito intensas, em curto período de tempo.

Os compostos essencialmente ablativos são materiais reforçados com fibras estruturais (sílica, quartzo ou carbono) e unidos com resinas termorrígidas orgânicas, usualmente, resinas fenólicas (LAUB; VENKATAPATHY, 2003). Quando aquecidos, ocorre a pirólise da matriz termorrígida (resina), que se converte em carbono poroso na superfície do material e tende a criar uma camada de gás próxima a essa superfície com uma temperatura menor que a temperatura do gás externo proveniente do fluxo de alta entalpia. Os gases fluem na direção da superfície quente e acabam sendo injetados na camada limite, conforme apresentado na Figura 2.

Figura 2 – Mecanismos de acomodação de calor dos materiais ablativos.



Fonte: Pulci et al. (2010).

No processo ablativo considera-se que a energia incidente inicial na superfície, proveniente dos fluxos térmicos por radiação, convecção e condução, é absorvida e então conduzida para dentro do material em velocidade que depende de

sua condutividade térmica (PULCI et al., 2010). Assim, tão logo a capacidade de absorção de calor pelo material seja excedida, ou seja, ultrapasse os limites de estabilidade térmica e física do material, inicia-se o processo de decomposição/degradação térmica do mesmo, como observado na Figura 2.

Essa degradação envolve processos endotérmicos que absorvem grande parte do calor incidente, impedindo-o de ser transportado para regiões mais internas do material. Os componentes orgânicos do material (resina termorrígida) são, então, pirolisados nessa fase, gerando voláteis (gases de pirólise) de composição variada e formando uma camada de carbono porosa ou resíduo carbonáceo. Na literatura a superfície de carbono poroso formada é denominada *char*. Essas mudanças físico-químicas provocam alterações nas propriedades termofísicas do material, fazendo com que sua superfície adquira características tipicamente isolantes e refratárias.

Os mecanismos de ablação provêm isolamento térmico suficiente para manter o interior do veículo, ou sistema, espacial a uma temperatura amena (100 °C), conforme gradiente apresentado na Figura 3.

1.1.2 Materiais reirradiantes

No caso em que o SPT é reirradiativo, parte da energia absorvida do fluxo externo é devolvida ao ambiente, sob a forma de radiação. Essa quantidade de energia devolvida pode ser estimada pela Lei de Stefan-Boltzmann, expressa pela Equação 1.

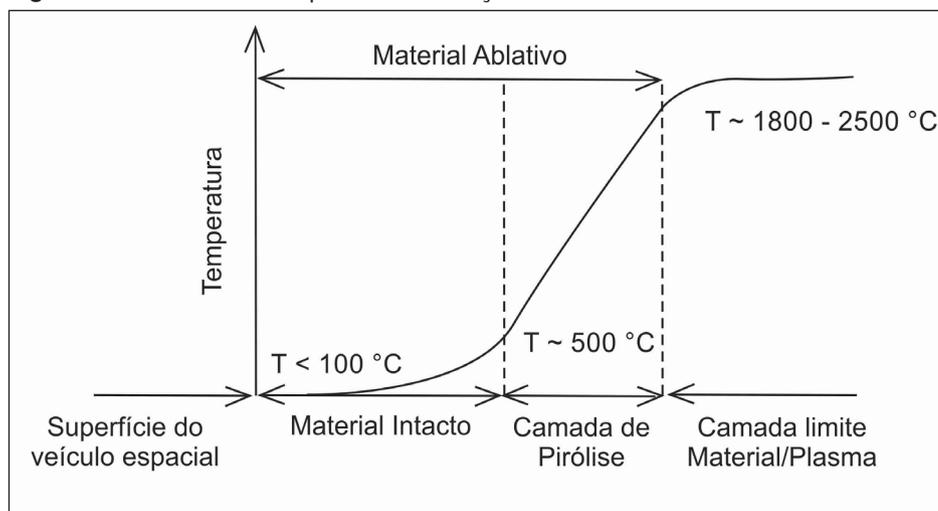
$$\dot{Q} = \sigma_{sb} \varepsilon T_w^4 \quad (1)$$

Onde \dot{Q} representa a energia reirradiada por unidade de tempo e por unidade de área, σ_{sb} a constante de Stefan-Boltzmann $5,67032 \times 10^{-8} \text{ W}/(\text{m}^2\text{K}^4)$, ε a emissividade do material e T_w a temperatura absoluta do material (WITTMANN, 2009, p. 89).

Materiais utilizados em SPT reirradiativos possuem a característica de baixo desgaste por erosão, face às condições do fluxo incidente. Esses materiais são empregados em sistemas de proteção térmica reutilizáveis.

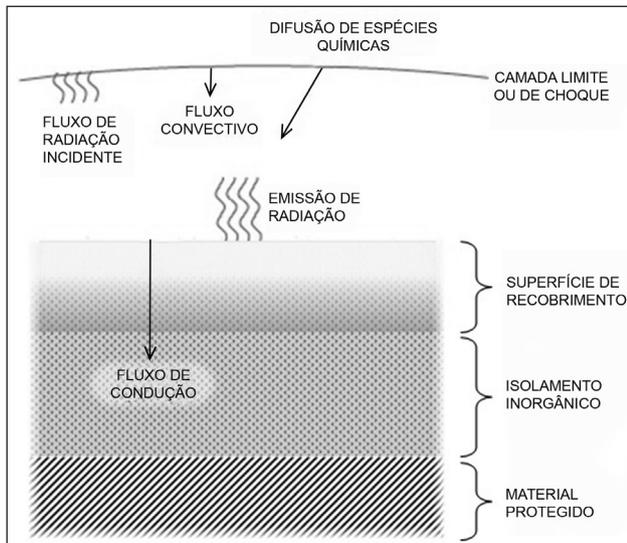
Conforme Figura 4, em um material reirradiativo, o fluxo de calor radiativo e convectivo resultante será significativamente reirradiado pela superfície de recobrimento aquecida, sendo o restante conduzido para o interior do material (um mecanismo mais simples que o dos materiais essencialmente ablativos). A vantagem desse sistema é a possibilidade de reutilização, pois a sua alta emissividade, que maximiza a quantidade de energia reirradiada, e a baixa catalisação da superfície, que minimiza o aquecimento convectivo, levam à supressão e recombinação das espécies dissociadas na camada limite com a superfície aquecida. Outra vantagem desse tipo de material é que o isolamento primário (geralmente inorgânico) tem baixa condutividade térmica, o que minimiza a massa de material necessária para isolar a estrutura protegida (LAUB; VENKATAPATHY, 2003).

Figura 3 - Gradiente de temperatura em função das camadas de um material ablativo.



Fonte: Silva (2009).

Figura 4 – Mecanismos de acomodação de calor dos materiais reirradiativos (reutilizáveis).



Fonte: Laub e Venkatapathy (2003).

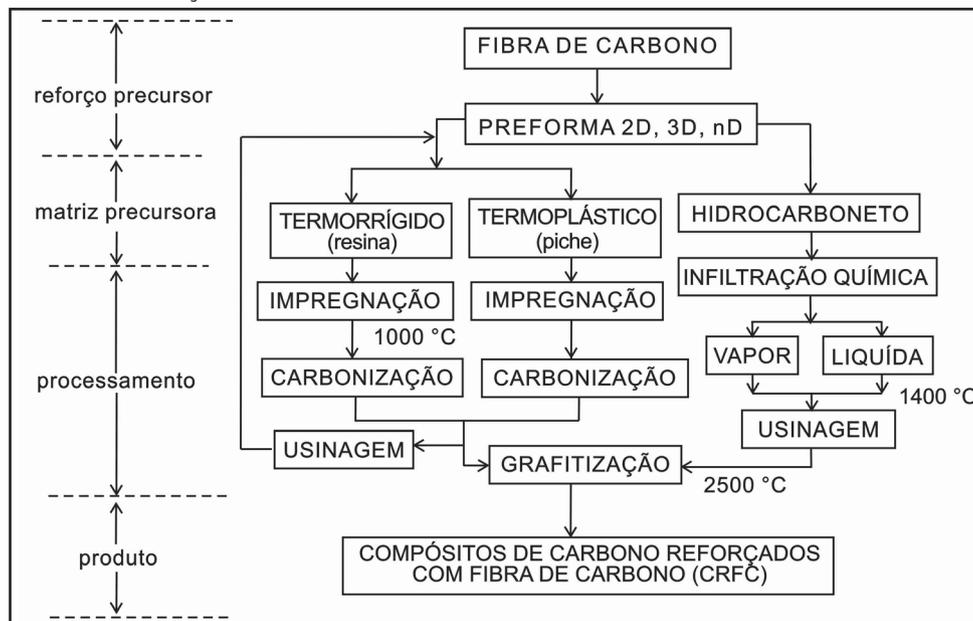
Nesta classe de materiais encontram-se os compósitos com matriz de carbono reforçados com fibras de carbono (CRFC), compósitos com matriz híbrida de carbono/carbeto de silício (C/SiC), e os compósitos de matriz e fibras de carbeto de silício (SiC/SiC) e os materiais cerâmicos covalentes, como ZrC, HfC e TaC, por exemplo, principalmente na forma de modificadores internos ou na forma de recobrimentos (LIUYANG; XING; YIGUANG, 2017; SILVA; PARDINI; BITTENCOURT, 2016; THIYAGARAJAN, 1996; YONG-JIE et al, 2013). Esses materiais possuem usualmente alta emissividade ($\epsilon > 0,8$), permitindo proteger estruturas por longo período de tempo.

Assim como outras estruturas de veículos espaciais, os SPT são obtidos com geometria adequada ao uso do componente, a exemplo do material de garganta de tubeira de veículos lançadores, como apresentado na Figura 1, cujas proteções térmicas estão localizadas na região de saída dos gases gerados pela queima de propelentes (garganta da tubeira).

No item 1.1 constatou-se que a região da garganta é submetida ao calor intenso dos gases oriundos da queima do propelente que se desloca em alta velocidade. O fluxo de gás e de partículas, oriundos da combustão do propelente, associado à geração e propagação de calor pela estrutura do inserto da garganta pode afetar as propriedades mecânicas e térmicas da mesma. Para suportar essas condições, utilizam-se SPT reirradiativos obtidos por compósitos de carbono reforçados com fibras de carbono (CRFC) multidirecionais (nD).

No caso de compósitos CRFC, por exemplo, os processos de obtenção podem ser por processos em fase líquida ou fase gasosa. O diagrama apresentado na Figura 5 mostra esquematicamente as rotas de processamento desses materiais. Pode-se verificar, na Figura 5, que se utilizam os compósitos CRFC por uma combinação do reforço precursor constituído de fibras de carbono, arrançados na forma de preformas (nD), com as matrizes precursoras de carbono, que podem ser oriundas de polímeros termorrígidos (resina), termoplásticos (piches) e gases hidrocarbonetos. As rotas de processamento, os precursores da matriz e do reforço são definidos com base nas propriedades finais e geometrias desejadas do componente a ser obtido. Na Figura 5, verifica-se que tanto a rota de processamento de compósitos CRFC com

Figura 5 – Diagrama esquemático simplificado das etapas de processamento de compósitos de carbono reforçados com fibra de carbono.



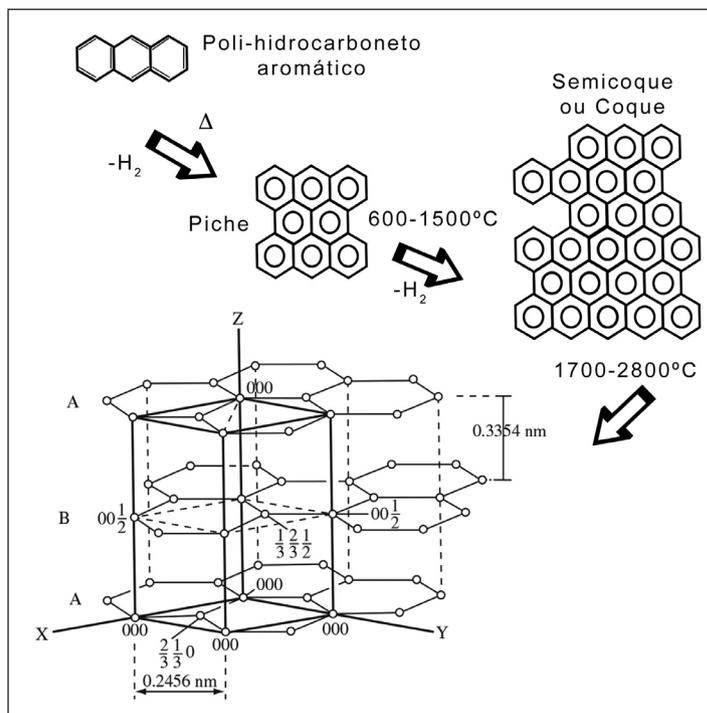
Fonte: Pardini e Gonçalves (2009).

matriz à base de resinas termorrígidas, quanto a rota que se utiliza de matrizes termoplásticas (piches) são processos de impregnação em fase líquida, em que o substrato poroso (preforma) é formado de fibras de carbono (FITZER; MANOCHA, 1988; GONÇALVES, 2008). Finalmente, tem-se a rota, cuja impregnação ocorre por meio de gás hidrocarboneto, que contém carbono em sua molécula, elemento que se decompõe no substrato poroso de fibras de carbono. Nesse caso, o processo de obtenção do compósito é denominado infiltração química em fase gasosa (CVI).

No processo em fase líquida por termorrígido, a matriz precursora é constituída de resinas termorrígidas, que curam (polimerizam) a baixas temperaturas ($T < 250^{\circ}\text{C}$) e são convertidas em uma matriz carbonosa denominada carbono vítreo por processos de tratamento térmico (carbonização) em fase sólida a temperaturas próximas a 1000°C (BENTO, 2004). O carbono vítreo tem uma estrutura que está mais intimamente relacionada ao de um material não cristalino, com alto brilho e características de fratura como vidro, daí o nome vítreo, não possuindo, portanto, estrutura regular ordenada, o que é um fator inconveniente por diversas razões, sendo a principal delas, o impedimento de grafitação (tratamento térmico a temperaturas superiores a 2000°C) do mesmo. O carbono vítreo também é frequentemente denominado de carbono polimérico, uma vez que deriva, principalmente, da carbonização de precursores poliméricos (JENKINS; KAWAMURA, 1976). Os materiais de carbono obtidos de resinas termorrígidas, à base de resinas fenólicas, têm massa específica de, aproximadamente, $1,50\text{ g/cm}^3$.

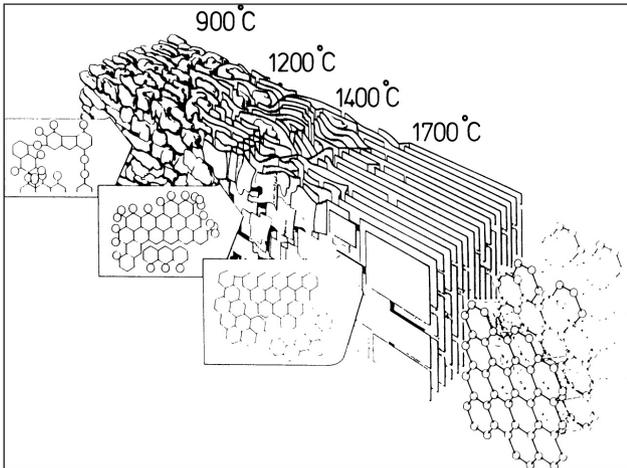
Os processos de obtenção de carbonos em fase líquida por termoplásticos compreendem a utilização de piche, oriundos de piche de petróleo ou de piche de alcatrão de hulha (PARDINI; GONÇALVES, 2009). Os piches são materiais semissólidos viscoelásticos. Sob tratamento térmico (temperaturas próximas a $550\text{--}600^{\circ}\text{C}$), passam primeiramente por uma fase líquida, com uma viscosidade mínima, transformando-se em um material infusível e termorrígido denominado semicoque. Nesse caso, se o tratamento térmico for realizado até 1000°C e à pressão atmosférica ($0,1\text{ MPa}$), ocorre a perda de massa do piche, equivalente a 50% do material inicial, enquanto que, sob tratamento térmico e a pressões superiores a 50 MPa , o rendimento do material em carbono pode ser superior a 80% em massa (SOHDA; SHINAGAWA, ISHII, 1999). De forma geral o processo ocorre pela conversão térmica do piche em material grafitico, Figura 6, em que progressivamente, o material amorfo (piche) é continuamente organizado, por efeito da temperatura, pelo escoamento e alinhamento simultâneo de macromoléculas, que por sua vez se arranjam e são ordenadas, gerando planos basais grafiticos empilhados e bem orientados (GRIFFITHS; MARSH, 1981; RAND, 1993; YOUNG-JAE; HYEOK JONG, 2004), conforme ilustrado na Figura 7. Os materiais de carbono obtidos com piches grafitizados apresentam massa específica maior que $1,9\text{ g/cm}^3$.

Figura 6 – Conversão térmica do piche em grafite.



Fonte: Levy Neto e Pardini (2016, p. 63).

Figura 7 – Ilustração da evolução da grafitação do piche a partir da pirólise.



Fonte: Marsch e Rodríguez-Reinoso (2006) e Savage (1993).

Em resumo, o tratamento térmico em fase sólida de resinas termorrígidas, como as resinas fenólicas, geram carbonos não grafitáveis, conseqüentemente, as propriedades termomecânicas não são satisfatórias para a maioria das aplicações. O uso de pressões elevadas de processo para materiais termorrígidos não altera o rendimento em carbono. Por outro lado, a pirólise em fase líquida de piches, resulta em carbonos altamente orientados e grafitáveis e com melhores propriedades termomecânicas, tendo o inconveniente da necessidade de ser efetuada a altas pressões, considerando que o rendimento, em carbono, de piches é função da pressão do processo (PARDINI; GONÇALVES, 2009; SAVAGE, 1993).

Nos processos em fase gasosa, denominados CVI/ infiltração química em fase gasosa *Chemical Vapour Infiltration* (CVI) ou *Chemical Vapour Deposition* (CVD), gases hidrocarbonetos, como metano, propileno e outros, com

alto conteúdo de carbono na molécula, bem como líquidos vaporizáveis, como o ciclohexano, querosene e outros, são submetidos a processo de decomposição térmica a temperaturas na faixa de 800 a 1200 °C, levando à deposição de carbono na preforma (PARDINI; GONÇALVES, 2009). Portanto, no método CVI, os reagentes gasosos infiltram-se na preforma, mantida a altas temperaturas, depositando o material da matriz sobre a estrutura da fibra por meio de reações de deposição química por vapor (CVD). À medida que a infiltração ocorre, os depósitos de CVD crescem continuamente para formar a matriz do compósito. O processo de CVI resulta na obtenção de material grafitável, denominado carbono pirolítico.

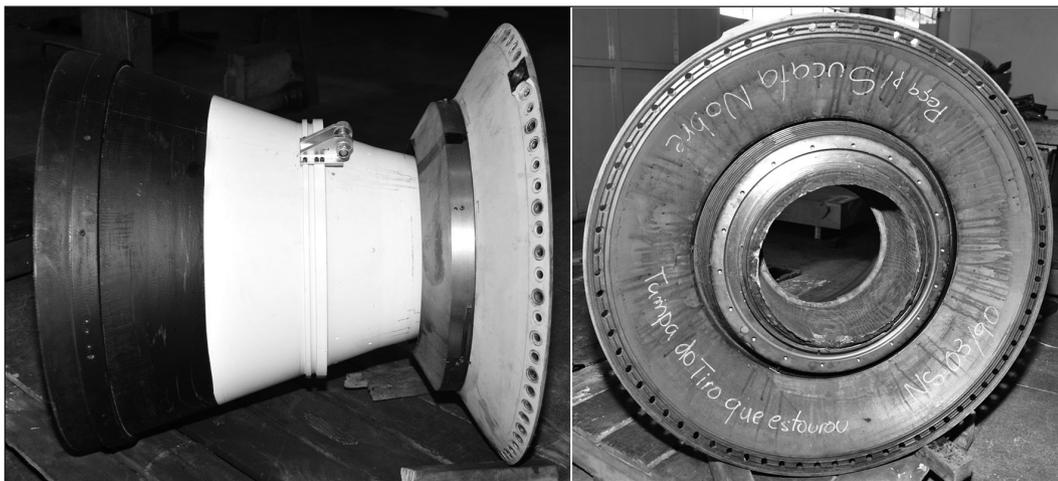
Foi utilizada para a análise no presente trabalho uma garganta de tubeira de foguete, manufaturada em compósito CRFC, utilizada no motor S43 do IAE, conforme a Figura 8.

As análises por estereomicroscopia, microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura foram realizadas em amostras retiradas do material compósito CRFC multidirecional nas regiões do convergente, garganta e divergente.

1.1.3 Estereomicroscopia

A justaposição dos termos gregos *stereo*, relativo a dois (duplo), e *scopos*, relativo à visão (observador), resulta no termo estereoscopia, que diz respeito à visualização de um mesmo foco por dois mecanismos de captação de imagens. Em linhas gerais, quando em seres humanos, diz-se que a imagem percebida pelo cérebro resulta da combinação de duas imagens captadas, uma em cada olho. Esse par de imagens recebe o nome de par estereoscópico (do inglês *stereo image pair*).

Figura 8 – Tubeira do motor S43.



Fonte: O autor.

Um estéreo é um microscópio óptico que funciona com aumentos de 10X a 90X ou até 180X com a adição de lentes suplementares opcionais. Ele funciona com o uso de dois microscópios completos, inclinados um em relação ao outro a um ângulo de 8 a 12 graus, dependendo do fabricante. Cada microscópio inclui uma objetiva, uma ocular e um sistema de construção, sendo esse último do tipo reflexivo ou do tipo refrativo. As duas objetivas e as duas oculares proporcionam aos olhos, ângulos de visão ligeiramente diferentes (Figura 9a). Em essência, os olhos esquerdo e direito visualizam o mesmo objeto, mas de uma maneira diferente. Muito parecido com o que acontece com os olhos humanos, esses dois ângulos de visão separados produzem uma imagem tridimensional, característica que o torna ideal para examinar superfícies de materiais sólidos. A iluminação é também diferente, se comparada a outros tipos de microscópios. Usa iluminação refletida ou episcópica para iluminar espécimes. Isso significa que ele utiliza luz, naturalmente refletida a partir do objeto. Isso é ideal quando se trata de amostras espessas ou opacas. O equipamento é apresentado na Figura 9b.

1.2 Microscopia Óptica (MO)

A análise por microscopia óptica permite a avaliação de seções do material, possibilitando visualizar o arranjo das fibras e a existência de defeitos, como poros, inclusões e microtrincas. Os materiais de carbono são geralmente observados por meio de reflexão com auxílio de um microscópio óptico, devido a seus altos coeficientes de

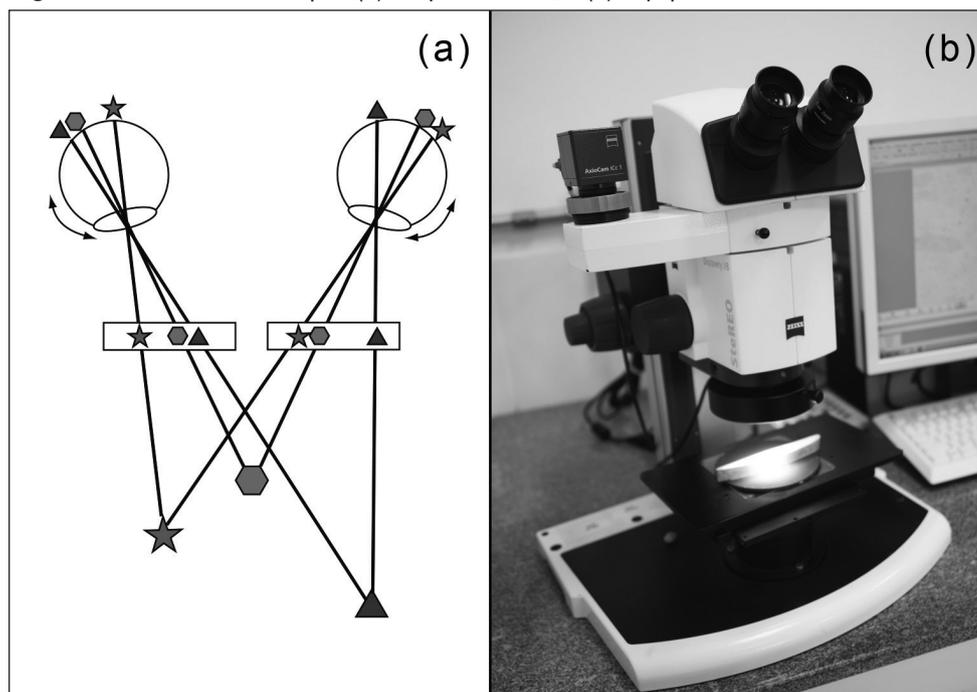
absorção em comprimentos de onda visíveis. Por isso, a maioria dos estudos ópticos em compósitos CRFC usam a reflexão em amostras polidas (SAVAGE, 1993). A técnica de microscopia óptica consiste em caracterizar os materiais por meio da observação da imagem gerada pela interação de um feixe de luz colimado com a superfície polida da amostra. O sinal gerado pela interação entre a fonte e a amostra passa por um sistema óptico para a obtenção de uma imagem que é coletada, armazenada e posteriormente interpretada.

1.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) é uma técnica de análise que amplia as dimensões da amostra para visualização de suas estruturas e topografia de sólidos. Diferente da microscopia óptica, que utiliza uma fonte de luz (fótons) para a observação da imagem, o MEV utiliza uma fonte de elétrons aumentando a resolução das imagens. Uma característica importante do MEV é a aparência tridimensional da imagem das amostras. Permite, também, o exame em pequenos aumentos e com grande profundidade de foco, o que é extremamente útil, pois a imagem eletrônica complementa a informação dada pela imagem óptica (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007).

O princípio do MEV baseia-se na focalização de um feixe de elétrons que passa por uma coluna sob vácuo, atravessando uma série de lentes eletromagnéticas (bobinas) para colimação do feixe e focagem numa determinada região da amostra.

Figura 9 – Estereomicroscópio. (a) Esquema ótico; e (b) Equipamento.



Fonte: Russ (2011).

2 MATERIAIS E MÉTODOS

A avaliação **pós-queima** do material do inserto da tubeira do motor S43 foi realizada aplicando-se técnicas de análise microscópica após o ensaio de queima do motor. O propelente sólido utilizado no motor S43 é do tipo compósito com elevado teor de sólidos que resulta em gases a elevadas temperaturas. A resina utilizada é o polibutadieno hidroxilado, misturada com alumínio em pó e perclorato de amônio.

Estereomicroscopia, Microscopia Ótica (MO) e a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foram utilizadas para caracterização e também para avaliação de danos decorrentes da queima à superfície dos corpos de prova em estudo.

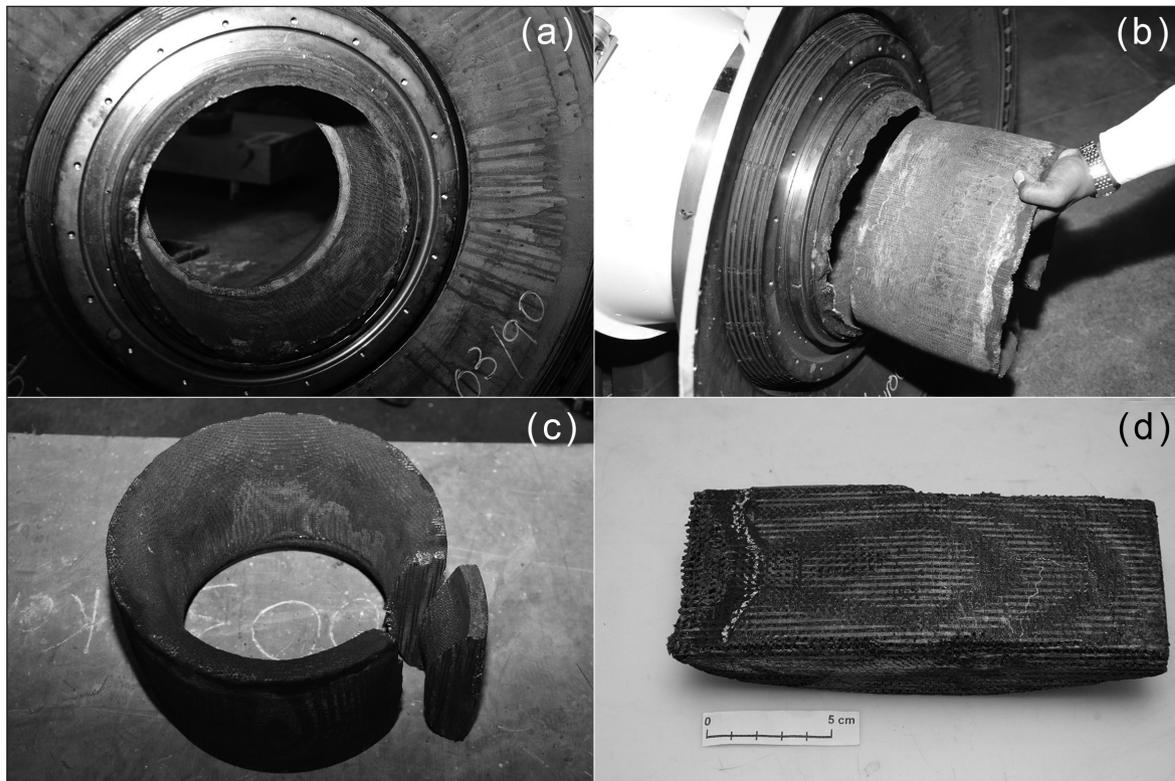
2.1 Materiais

Foram avaliadas amostras do material compósito CRFC nas regiões do convergente, garganta e divergente. O processo para obtenção das amostras seguiu as etapas descritas nos itens 2.1.1 e 2.1.2.

2.1.1 Retirada das amostras da tubeira do S43 para análise

A retirada do inserto da tubeira foi realizada conforme as Figuras 10a a 10d. Observa-se na Figura 10a que o inserto/proteção térmica está montado na tubeira do motor S43; na Figura 10b o inserto é extraído da estrutura; na Figura 10c a retirada de uma seção do inserto para análise; e na Figura 10d amostra do inserto que foi retirada para análise.

Figura 10 – Retirada da amostra do inserto/proteção térmica da tubeira do S43. (a) Proteção térmica montada na tubeira do motor S43; (b) Proteção térmica sendo extraída da estrutura; (c) Retirada de uma seção longitudinal para análise; (d) Detalhe da amostra retirada para análise.



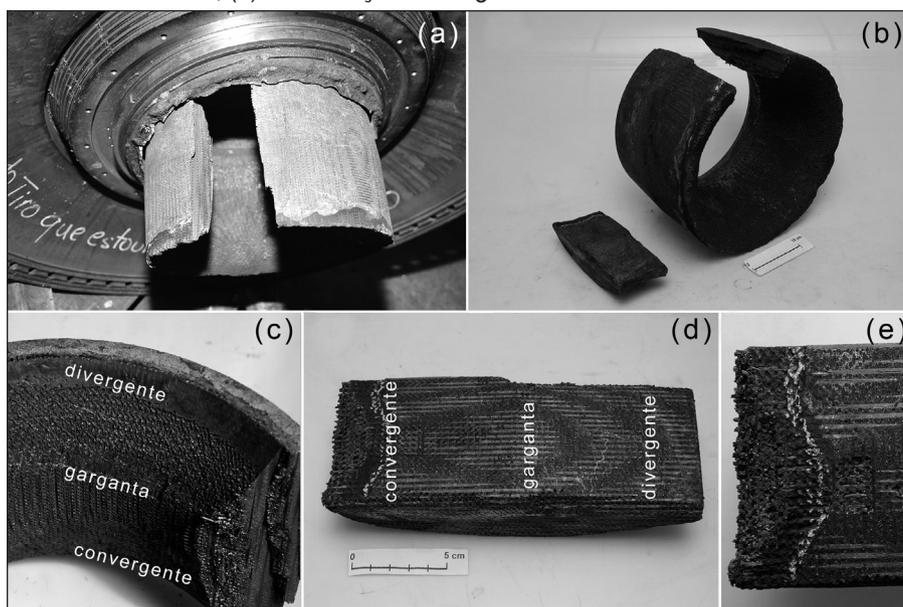
Fonte: O autor.

2.1.2 Subdivisão e identificação da amostra SPT da tubeira do S43

Na Figura 11a tem-se que do inserto/proteção térmica montado na tubeira do motor S43 foi retirada uma amostra para análise. Na Figura 11b tem-se uma imagem à esquerda da amostra e à direita do inserto apresentado na Figura 11a. Para

caracterização da amostra apresentada na Figura 10d e na Figura 11b, identificaram-se, tanto no inserto, Figura 11c, quanto na amostra, Figura 11d, as três regiões internas do inserto (convergente, garganta e divergente). Na Figura 11e tem-se uma imagem ampliada dos efeitos ablativos do jato térmico proveniente da queima do propelente no convergente da proteção térmica.

Figura 11 – Identificação das regiões da proteção térmica. (a) Amostra para análise; (b) Região interna da proteção; (c) Detalhe da região convergente; (d) Amostra retirada da tubeira do motor; (e) Identificação das regiões do material do inserto.



Fonte: O autor.

2.1.3 Processo de corte da amostra

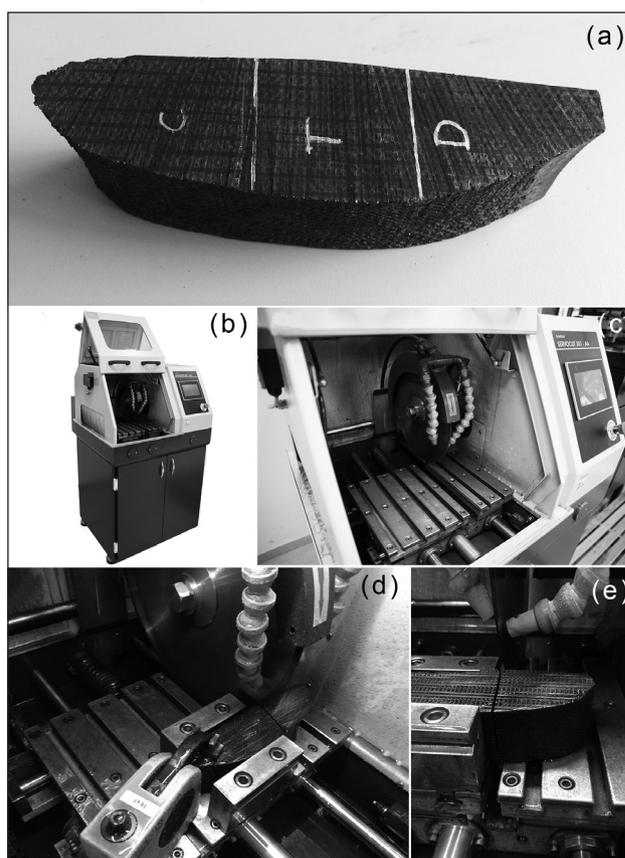
Convencionou-se no processo de corte/subdivisão da proteção térmica da amostra do inserto do S43, Figura 12a, identificá-la com as letras **C**, **T** e **D**, designando-se respectivamente, o convergente, garganta e divergente. Nas Figuras 12b e 12c tem-se o posicionamento da amostra na serra SERVOCUT mod. 301-AA da METKON e, nas Figuras 12d e 12e, o corte.

Após a separação da região do convergente **C** da amostra, identificada na Figura 12a, procedeu-se ao corte que permitiu separar as amostras da região da garganta **T** e do divergente **D**, Figura 13a. Finalizada a operação de corte, as três amostras foram secas em estufa à temperatura de 70 °C por 30 min, conforme apresentado na Figura 13b.

Para sistematizar a análise realizou-se, após a secagem das três amostras, uma identificação em quadrantes, conforme a Figura 14a, em perspectiva, e Figura 14b, numa imagem superior da amostra.

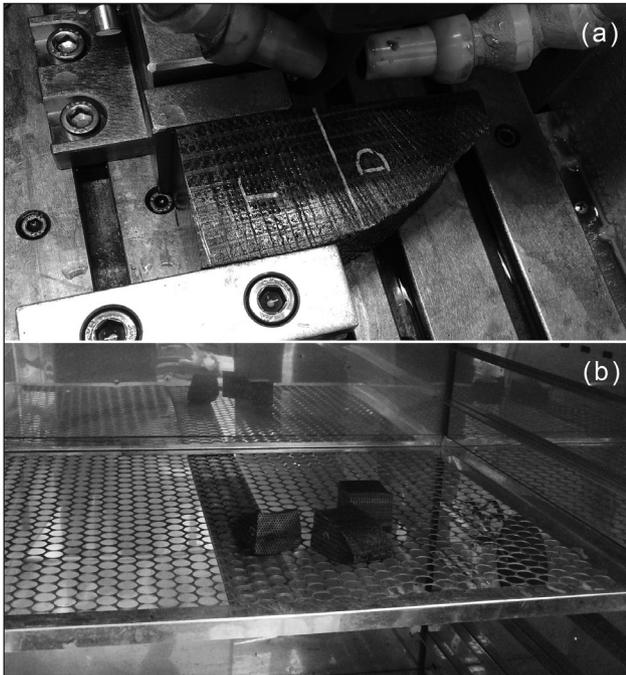
Observou-se, entretanto, a necessidade de realizar um corte adicional ao longo da espessura das amostras para obter-se uma superfície plana e com dimensões adequadas a montagem no porta-amostra do microscópio.

Figura 12 – Corte da amostra. (a) Identificação para corte; (b) Equipamento utilizado; (c) Compartimento no equipamento de fixação e corte da amostra; (d) e (e) Fixação e corte do convergente **C** da amostra.



Fonte: O autor.

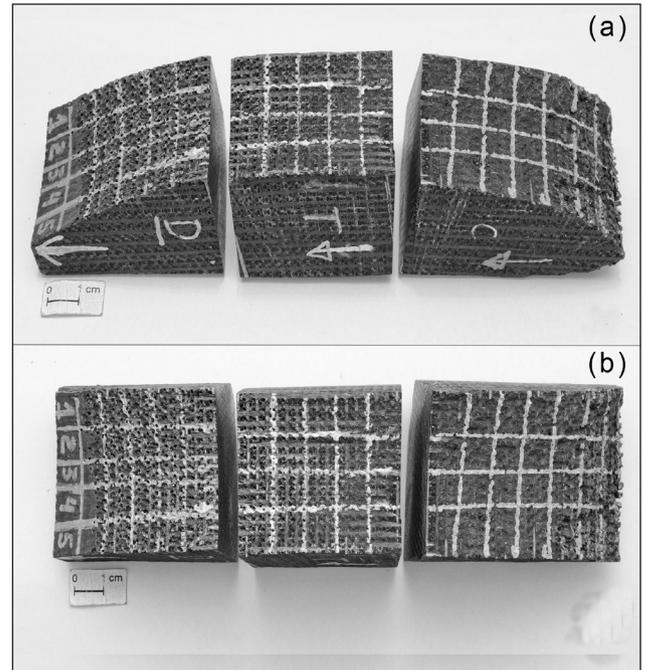
Figura 13 – Amostras. (a) Corte final da amostra; (b) Secagem em estufa.



Fonte: O autor.

Na Figura 15a tem-se uma imagem, em perspectiva, da amostra do divergente **D**, garganta **T** e convergente **C**. Na Figura 15b, uma imagem superior das amostras

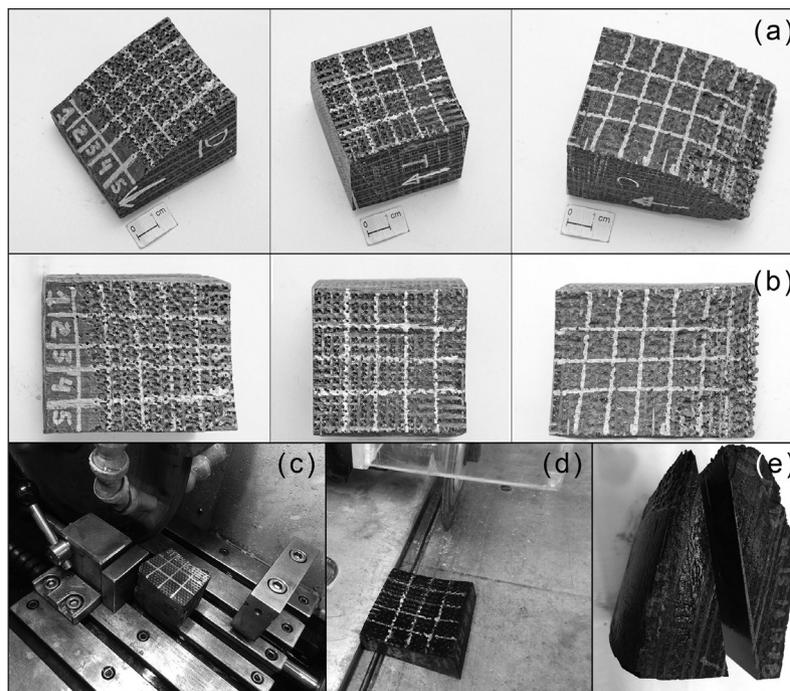
Figura 14 – Demarcação em quadrantes da amostra. (a) Imagem em perspectiva; (b) Vista superior.



Fonte: O autor.

apresentadas na Figura 15a. Na Figura 15c, tem-se o corte longitudinal da região da garganta, e na Figura 15d, a seção obtida após seccionamento da amostra da

Figura 15 – Corte da amostra da garganta **T**, do divergente **D** e convergente **C**. (a) Imagem em perspectiva da garganta; (b) Vista superior; (c) Corte da amostra da garganta ao meio; (d) Amostra obtida da garganta; (e) Amostras do divergente e convergente; (f) Amostra obtida do convergente.



Fonte: O autor.

garganta. Na Figura 15e tem-se a amostra do convergente **C**, que foi também submetida a um corte angular para obter-se uma superfície plana.

3 CONCLUSÃO

Foram apresentados conceitos fundamentais de materiais de proteção térmica para veículos lançadores. Essas proteções térmicas são internas ou externas ao veículos e são constituídas de materiais ablativos, representados pelos compósitos poliméricos ou por materiais reirradiativos, representados pelos compósitos termoestruturais.

Foi analisada uma garganta de tubeira de foguete manufaturada em compósito CRFC, componente do veículo S43 do IAE/DCTA. Essa proteção térmica, interna ao veículo lançador, pode apresentar características ablativas e reirradiativas.

Os procedimentos referentes à extração do inserto de compósito CRFC, do motor S43, foram sistematizados. A estratégia de análise do material foi

conduzida mediante corte do inserto em três seções correspondentes a região convergente, divergente e da garganta (seção crítica).

As análises foram realizadas por estereoscopia e microscopia ótica.

As análises vão indicar as características de erosão e sistematizar o procedimento de análise do comportamento do material, frente às condições de operação a serem apresentadas na Parte II do trabalho.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Divisão de Mecânica (AME), a Divisão de Materiais (AMR) e à Divisão de Integração e Ensaio (AIE) do Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE). À primeira, pela disponibilização do inserto; à segunda, pela disponibilização de equipamentos na preparação das amostras para a análise; à última pelo apoio técnico do militar 1S Wandeclyt Martins de Melo na preparação das figuras que compõe o acervo do Laboratório de Registro de Imagens.

REFERÊNCIAS

- BENTO, M. S. **Estudo cinético da pirólise de precursores de materiais carbonosos**. 2004. Dissertação (Mestrado) - Instituto Tecnológico de Aeronáutica. São José dos Campos: ITA. 215 p. Disponível em: http://www.bdita.bibl.ita.br/tesesdigitais/lista_resumo.phpnum_tese=000530317. Acesso em: 6 jul. 2018.
- DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. **Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores**. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007.
- FITZER, E.; MANOCHA, L. M. **Carbon reinforcements and carbon/carbon composites**. Berlin: Springer-Verlag, 1988. 343 p.
- GONÇALVES, A. **Caracterização de materiais termoestruturais a base de compósitos de carbono reforçados com fibras de carbono (CRFC) e carbonos modificados com carbeto de silício (SiC)**. 2008. Tese (Doutorado) – Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e Aeronáutica. Instituto Tecnológico de Aeronáutica. São José dos Campos: ITA. 226 p. Disponível em: http://www.bdita.bibl.ita.br/tesesdigitais/lista_resumo.php?num_tese=000549057. Acesso em: 6 jul. 2018.
- GRIFFITHS; J.A.; MARSH, H. **Proceedings of 15th Biennial Conf. on Carbon**. University of Pennsylvania, Philadelphia, USA, 1981. p. 22-26.
- JENKINS, G. M.; KAWAMURA, K. **Polymeric carbon: carbon fibre, glass and char**. Cambridge: Cambridge University Press, 1976.
- LAUB, B.; VENKATAPATHY, E. Thermal protection system technology and facility needs for demanding future planetary missions. In: INTERNATIONAL WORKSHOP PLANETARY PROBE ATMOSPHERIC ENTRY AND DESCENT TRAJECTORY ANALYSIS AND SCIENCE. **Proceedings...** Noordwijk: ESA Publications Division, 2003.
- LEVY NETO; F.; PARDINI, L.C. **Compósitos estruturais: ciência e tecnologia**. 2.ed. São Paulo: Blucher, 2016. 418 p.
- LIUYANG, D.; XING Z.; YIGUANG, W. Comparative ablation behaviors of C/SiC-HfC composites prepared by reactive melt infiltration and precursor infiltration and pyrolysis routes. **Ceramics International**, 43, p. 16114–16120, 2017.
- MARSH, H.; RODRÍGUEZ-REINOSO, F. **Activated carbon**. Amsterdam: Elsevier, 2006.
- PALMERIO, A. F. **Introdução à tecnologia de foguetes**. São José dos Campos, SP: SindCT, 2017.
- PARDINI, L.C.; GONÇALVES, A. Processamento de compósitos termoestruturais de carbono reforçado com fibras de carbono. **Journal of Aerospace Technology and Management**, São Paulo, v. 1, n. 2, p. 231-241, jul. - dez. 2009.
- PULCI, G., et al. Carbon–phenolic ablative materials for re-entry space vehicles: manufacturing and properties, **Composites A** 41, p. 1483–1490, 2010.
- RAND, B. **Matrix precursors for carbon-carbon composites**, Essentials Carbon-Carbon Composites, Chap.3, Royal Soc. of Chemistry, London, UK, 1993. p. 67–102.
- RUSS, J. C. **The Image Processing Handbook**. Sixth Ed, CRC Press, 2011. p.70.
- SAVAGE, G. **Carbon/carbon composites**. London: Chapman & Hall, 1993. 389 p.
- SILVA, H. P.; PARDINI, L.C.; BITTENCOURT, E. Shear properties of carbon fiber/phenolic resin composites heat treated at high temperatures. **Journal of Aerospace Technology and Management** 8, n.3, p. 363-372, 2016.
- SILVA, W. G. **Qualificação de materiais utilizados em sistemas de proteção térmica para veículos espaciais**. Tese (Mestrado em Física dos Plasmas) - Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA, 2009. 112 p. Disponível em: http://www.bdita.bibl.ita.br/tesesdigitais/lista_resumo.php?num_tese=000555112. Acesso em: 6 jul. 2018.
- SOHDA, Y.; SHINAGAWA, M.; ISHII, M. Effect of carbonization pressure on carbon yield in a unit volume. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 30, n. 4, p. 503-506, Apr. 1999.
- SUTTON, G. P. **Rocket propulsion elements**. 8. Ed. New York: Wiley, 1992.
- THIYAGARAJAN, N. **Processing and characterization of reaction formed SiC - based ceramic matrix composites**. Madras: Anna University, 1996.
- WITTMANN; K.; Fundamentals. In: WILFRIED L, WITTMANN K, HALLMANN W. (Ed.). **Handbook of Space Technology**. United Kingdom: John Wiley and Sons, 2009. p. 33-113.
- YONG-JIE, W. et al. Ablation behavior of a TaC coating on SiC coated C/C composites at different temperatures, **Ceramics International**, 39, p. 359–365, 2013.
- YOUNG-JAE L.; HYEOK JONG J. Investigation on ablation behavior of CFRC composites prepared at different pressure. **Composites: Part A** 35,1285–1290, 2004.