

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

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

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

Ronald Izidoro Reis<sup>I</sup>

Wilson Kiyoshi Shimote<sup>II</sup>

Luiz Cláudio Pardini<sup>III</sup>

## 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 estereo 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.

## 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*

I. Instituto de Aeronáutica y Espacio (IAE) – São José dos Campos/SP – Brasil. Phd en Ingeniería Metalúrgica y Materiales por la Universidad Federal de Minas Gerais (UFMG). E-mail: ronaldrir@fab.mil.br

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

III. Instituto de Aeronáutica y Espacio (IAE) – São José dos Campos/SP – Brasil. Doctor en Ciencia de los Materiales e Ingeniería por University of Bath – Inglaterra. E-mail: pardini@fab.mil.br

Recibido: 22/08/18

Aceptado: 13/11/18

Las siglas y abreviaturas contenidas en el artículo corresponden a las del texto original en lengua portuguesa.

systems are subjected to an intense heat flow from the gases at high speed, which lead to the ablation 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.

## 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 estereo microscopia, 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.

## 1 INTRODUCCIÓN

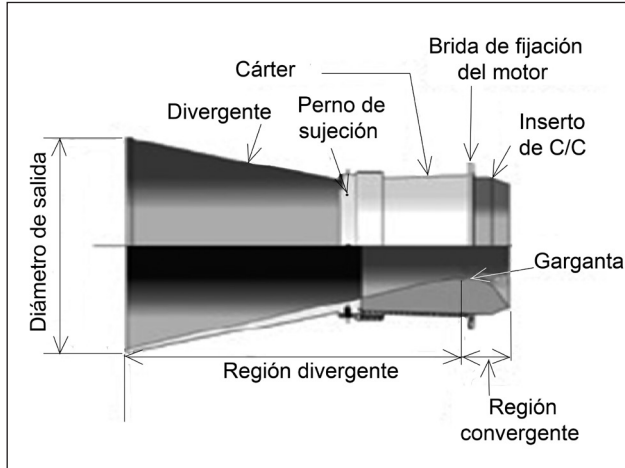
Los motores cohetes utilizados en vehículos lanzadores de satélites y cohetes suborbitales, desarrollados en el Instituto de Aeronáutica y Espacio (IAE), poseen sistemas de propulsión química, donde hay reacción de combustión del propelente, tanto sólido, líquido o híbrido. Así, siguiendo el concepto clásico, ocurre la producción de energía térmica, en forma de gases, bajo elevada temperatura y presión. Los gases generados en la cámara de combustión son expulsados por la tobera donde ocurre la conversión de la energía térmica en energía cinética, resultando en empuje para propulsión del cohete (SUTTON, 1992).

### 1.1 Tobera

La elección de los materiales y del diseño del perfil geométrico interno de la tubería es esencial para que el flujo y la expansión de los gases procedentes de la quema del propelente sean eficientes para la generación de empuje del vehículo lanzador, según Palmerio (2017, p.77). No basta sólo que los gases sean producidos y liberados. Para que sea posible inducir alta velocidad al cohete, es necesario acelerar los gases producidos de modo que estos alcancen altas velocidades en la sección de salida. Para lograr este efecto, el inserto de compuestos con matriz de carbono, reforzados con fibras de carbono (CRFC) (Figura 1), componente de la tubería, tiene en su interior una región convergente, que inicia el proceso de aceleración, otra divergente, que los gases se expanden hasta la velocidad supersónica (número de mach > 1) hasta la expulsión por la sección de salida. En la transición entre el convergente y regiones divergentes

se sitúa la sección crítica llamada de garganta que tiene diámetro más pequeño y cuyo gas alcanza velocidad sónica (Mach número = 1). La Figura 1 ilustra esquemáticamente una tubería de un motor cohete típico, utilizada en vehículos lanzadores para misiones suborbitales.

**Figura 1** – Conjunto de tobera de un vehículo de lanzamiento.



**Fuente:** Palmerio (2017).

El cárter, presentado en la Figura 1, tiene las siguientes funciones:

- i) fijación de la tubería al sobre motor, por medio de brida;
- ii) receptáculo del inserto con superficie interna ligeramente cónica con el objetivo de evitar la expulsión del inserto debido al paso de los gases por la tubería; y
- iii) resistencia mecánica para soportar la presión interna en la región del divergente.

Palmerio (2017) menciona también que la región del inserto de la garganta es sometida a un flujo intenso de calor proveniente de los gases a alta velocidad. Para soportar estas condiciones, se utilizan materiales con características especiales que formarán una barrera de protección térmica, promoviendo aislamiento suficiente para mantener la temperatura e integridad de la estructura del cárter metálico y del vehículo lanzador como un todo.

Según Silva (2009), de forma general, materiales de diferentes características se utilizan en Sistemas de Protección Térmica (SPT) en la industria aeroespacial con propiedades específicas, como baja masa específica, elevada resistencia mecánica y alto punto de fusión. Cada tipo de material se emplea de acuerdo con sus características para la protección térmica de la tubería. Estos materiales pueden clasificarse, conforme el mecanismo predominante de protección térmica en: ablativos y reirradiantes.

### 1.1.1 Materiales ablativos

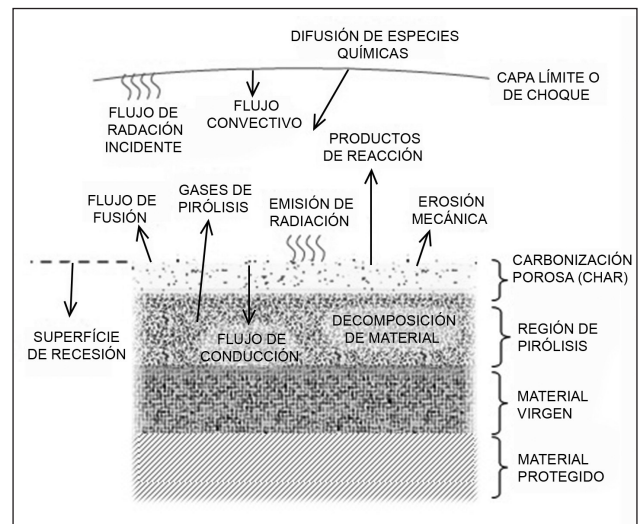
Se utilizan los materiales ablativos como un método práctico para aliviar condiciones extremas de calentamiento

aerodinámico que se producen durante la reentrada de sistemas espaciales en la atmósfera, así como en el flujo a altas velocidades de los gases de escape de los propulsores. En este SPT la disipación de la energía térmica ocurre por la pérdida de masa y por el cambio de fase del material. Sus principales características son la resistencia térmica a la alta temperatura, resistencia a la erosión, choque térmico e impacto, además de baja conductividad térmica y calor específico elevado (SILVA, 2009).

Los SPT que utilizan materiales ablativos son los más simples y consisten en el recubrimiento externo del vehículo por medio de una coraza con gran capacidad térmica para soportar el intenso flujo de calor emanado de la pérdida de energía cinética en trayectoria balística en la reentrada atmosférica y cuyas tasas de calentamiento y deceleración son muy intensas, en corto período de tiempo.

Los compuestos esencialmente ablativos son materiales reforzados con fibras estructurales (sílice, cuarzo o carbono) y unidos con resinas termorregidas orgánicas, usualmente, resinas fenólicas (LAUB, VENKATAPATHY, 2003). Cuando se calienta, ocurre la pirólisis de la matriz termorrígida (resina), que se convierte en carbono poroso en la superficie del material y tiende a crear una capa de gas próxima a esa superficie con una temperatura menor que la temperatura del gas externo proveniente del flujo de alta entalpía. Los gases fluyen hacia la superficie caliente y terminan siendo inyectados en la capa límite, como se muestra en la Figura 2.

**Figura 2** – Mecanismos de alojamiento térmico de materiales ablativos.



**Fuente:** Pulci et al. (2010).

En el proceso ablativo se considera que la energía incidente inicial en la superficie, proveniente

de los flujos térmicos por radiación, convección y conducción, es absorbida y entonces conducida hacia dentro del material a velocidad que depende de su conductividad térmica (PULCI et al., 2010). Así, tan pronto como se excede la capacidad de absorción de calor por el material, es decir, sobrepasa los límites de estabilidad térmica y física del material, se inicia el proceso de descomposición/degradación térmica del mismo, como se observa en la Figura 2.

Esta degradación implica procesos endotérmicos que absorben gran parte del calor incidente, impidiéndole transportarse a regiones más internas del material. Los componentes orgánicos del material (resina termorígida) son, entonces, pirolizados en esta fase, generando volátiles (gases de pirólisis) de composición variada y formando una capa de carbono porosa o residuo carbonáceo. En la literatura de la superficie de carbono poroso formado se llama char. Estos cambios físico-químicos provocan alteraciones en las propiedades termofísicas del material, haciendo que su superficie adquiera características típicamente aislantes y refractarias.

Los mecanismos de ablación proveen aislamiento térmico suficiente para mantener el interior del vehículo, o sistema, espacial a una temperatura amena (100 °C), conforme gradiente presentado en la Figura 3.

### 1.1.2 Materiales reirradiantes

En el caso en que el SPT es reirradiativo, parte de la energía absorbida del flujo externo es devuelta al ambiente, en forma de radiación. Esta cantidad

de energía devuelta puede ser estimada por la Ley de Stefan-Boltzmann, expresada por la Ecuación 1.

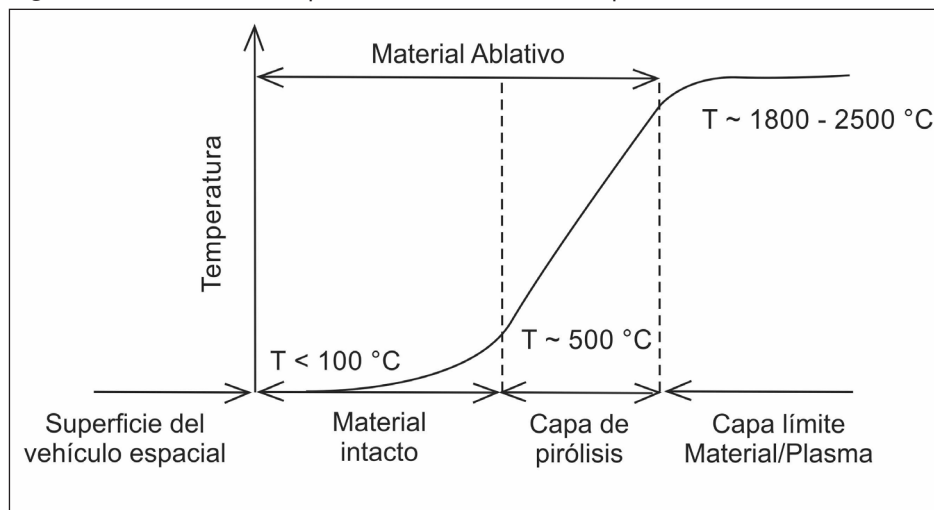
$$\dot{Q} = \sigma_{sb} \epsilon T_w^4 \tag{1}$$

Donde  $\dot{Q}$  representa la energía reirradiada por unidad de tiempo y por unidad de área,  $\sigma_{sb}$  es la constante de Stefan-Boltzmann  $5,67032 \times 10^{-8} \text{ W}/(\text{m}^2\text{K}^4)$ ,  $\epsilon$  es la emisividad del material y  $T_w$  es la temperatura absoluta del material (WITTMANN, 2009, p. 89).

Los materiales utilizados en SPT reirradiativos poseen la característica de bajo desgaste por erosión, frente a las condiciones del flujo incidente. Estos materiales se emplean en sistemas de protección térmica reutilizables.

Conforme la Figura 4, en un material reirradiativo, el flujo de calor radiactivo y convectivo resultante será significativamente reirradiado por la superficie de recubrimiento calentado, siendo el resto conducido hacia el interior del material (un mecanismo más simple que el de los materiales esencialmente ablativos). La ventaja de este sistema es la posibilidad de reutilización, pues su alta emisividad, que maximiza la cantidad de energía reirradiada, y la baja catalización de la superficie, que minimiza el calentamiento convectivo, llevan a la supresión y recombinación de las especies disociadas en la capa límite con la superficie calentada. Otra ventaja de este tipo de material es que el aislamiento primario (generalmente inorgánico) tiene baja conductividad térmica, lo que minimiza la masa de material necesaria para aislar la estructura protegida (LAUB, VENKATAPATHY, 2003).

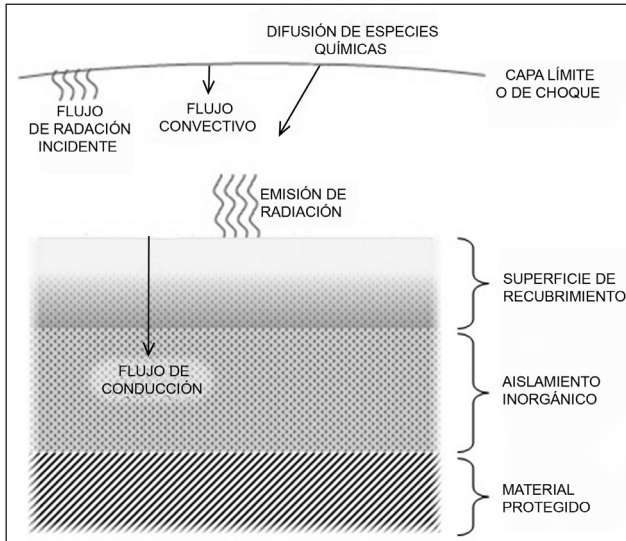
**Figura 3 -** Gradiente de temperatura en relación a las capas de un material ablativo.



Fuente: Silva (2009).



**Figura 4** – Mecanismos de alojamiento de calor de material mecanismos reirradiativos (reutilizables).



Fuente: Laub y Venkatapathy (2003).

En esta clase de materiales se encuentran los compuestos 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 modificadores internos o en forma de recubrimientos (LIUYANG, XING, YIGUANG, 2017, SILVA, PARDINI, BITTENCOURT, 2016, THIYAGARAJAN, 1996; YONG-JIE et al, 2013). Estos materiales suelen tener alta emisividad ( $\epsilon > 0,8$ ),

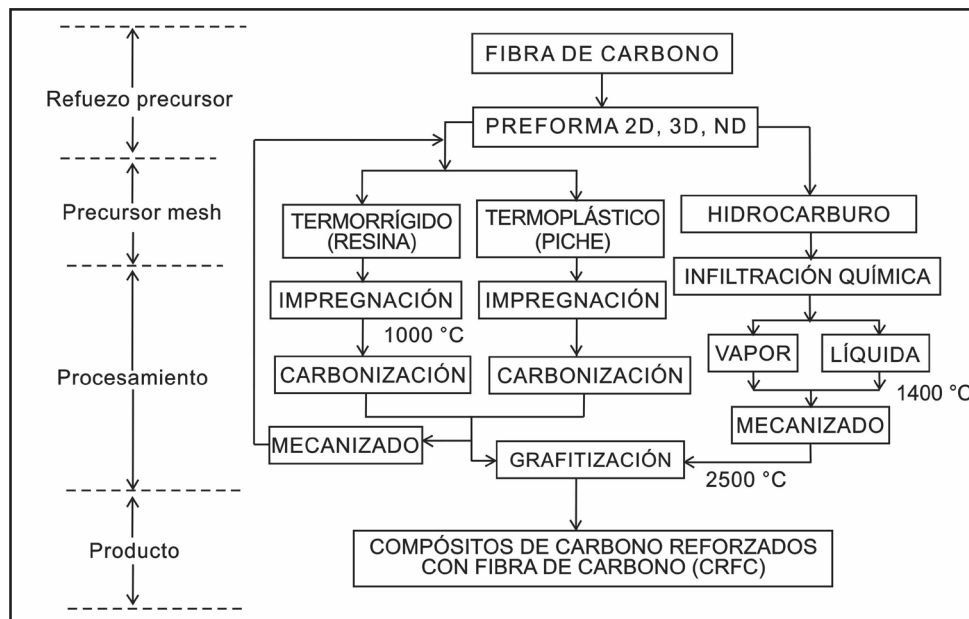
lo que permite a proteger las estructuras durante largos períodos de tiempo.

Al igual que otras estructuras de vehículos espaciales, los SPT se obtienen con geometría adecuada al uso del componente, a ejemplo del material de garganta de tubería de vehículos lanzadores, como se muestra en la Figura 1, cuyas protecciones térmicas se localizan en la región de salida de los gases generados por la quema de propelentes (garganta de la tobera).

En el punto 1.1 se constató que la región de la garganta es sometida al calor intenso de los gases provenientes de la quema del propelente que se desplaza a alta velocidad. El flujo de gas y de partículas, provenientes de la combustión del propelente, asociado a la generación y propagación de calor por la estructura del inserto de la garganta, puede afectar las propiedades mecánicas y térmicas de la misma. Para soportar estas condiciones, se utilizan SPT reirradiativos obtenidos por compuestos de carbono reforzados con fibras de carbono (CRFC) multidireccionales (nD).

En el caso de compuestos CRFC, por ejemplo, los procesos de obtención pueden ser por procesos en fase líquida o fase gaseosa. El diagrama que se muestra en la Figura 5 muestra esquemáticamente las rutas de procesamiento de estos materiales. En la Figura 5 se puede observar que se utilizan los compuestos CRFC por una combinación del refuerzo precursor constituido por fibras de carbono, dispuestas en forma de preformas (nD), con las matrices precursoras de carbono, que pueden provenir de polímeros (resina), termoplásticos (pichos) y gases hidrocarburos. Las rutas de procesamiento, los precursores de la matriz y del refuerzo se definen en función de las propiedades finales y las geometrías deseadas del componente que se obtendrá. En la Figura 5, se verifica que

**Figura 5** – Diagrama esquemático simplificado de las etapas de procesamiento de compuestos de carbono reforzados con fibra de carbono.



Fuente: Pardini y Gonçalves (2009).

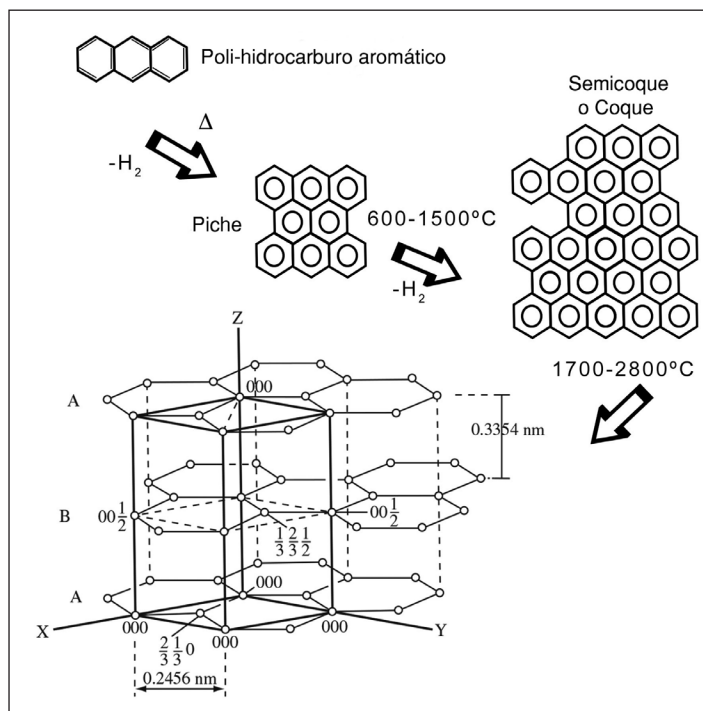
tanto la ruta de procesamiento de compuestos CRFC con matriz a base de resinas termorrígidas, como la ruta que se utiliza de matrices termoplásticas (piches) son procesos de impregnación en fase líquida, en que el sustrato poroso y en el caso de las fibras de carbono (FITZER, MANOCHA, 1988; GONÇALVES, 2008). Finalmente, se tiene la ruta, cuya impregnación ocurre por medio de gas hidrocarburo, que contiene carbono en su molécula, elemento que se descompone en el sustrato poroso de fibras de carbono. En este caso, el proceso de obtención del compuesto se denomina infiltración química en fase gaseosa (CVI).

En el proceso en fase líquida por termorrígido, la matriz precursora está constituida por resinas termorretradas, que curan (polimerizan) a bajas temperaturas ( $T < 250^{\circ}\text{C}$ ) y se convierten en una matriz carbonosa denominada carbono vítreo por procesos de tratamiento térmico (carbonización) en fase sólida a temperaturas próximas a  $1000^{\circ}\text{C}$  (Benedict, 2004). El carbono vítreo tiene una estructura que está más íntimamente relacionada con la de un material no cristalino, con alto brillo y características de fractura como vidrio, de ahí el nombre vítreo, no poseyendo, por lo tanto, estructura regular ordenada, lo que es un factor inconveniente por diversas razones, el principal de ellos, la prevención de grafitización (tratamiento térmico a una temperatura más alta a  $2000^{\circ}\text{C}$ ). El carbono vítreo también es frecuentemente denominado carbón polimérico, ya que deriva principalmente de la carbonización de precursores poliméricos (JENKINS, KAWAMURA, 1976). Materiales de carbono obtenidas

a partir de resinas termoestables, resinas a base de fenólicos tienen una gravedad específica de aproximadamente  $1,50\text{ g/cm}^3$ .

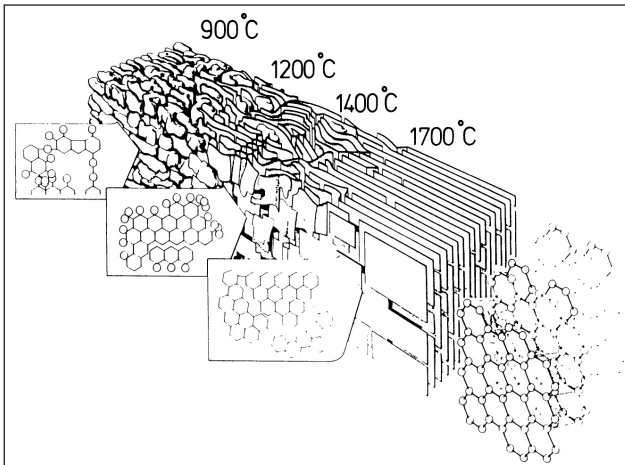
Los procesos de obtención de carbonos en fase líquida por termoplásticos comprenden la utilización de piche, provenientes de piche de petróleo o de alquitrán de hulla (PARDINI, GONÇALVES, 2009). Los pichos son materiales semisólidos viscoelásticos. Bajo tratamiento térmico (temperaturas cercanas a  $550\text{--}600^{\circ}\text{C}$ ), pasan primero por una fase líquida, con una viscosidad mínima, transformándose en un material infusible y termorrígido denominado semicoque. En este caso, si el tratamiento térmico se realiza hasta  $1000^{\circ}\text{C}$  ya la presión atmosférica ( $0,1\text{ MPa}$ ), se produce la pérdida de masa del piche, equivalente al 50% del material inicial, mientras que, bajo tratamiento térmico y presiones superiores a  $50\text{ MPa}$ , el rendimiento del material en carbono puede ser superior al 80% en masa (SOHDA, SHINAGAWA, ISHII, 1999). En general, el proceso ocurre por la conversión térmica del piche en material grafitico, Figura 6, en que progresivamente, el material amorfo (piche) es continuamente organizado, por efecto de la temperatura, por el flujo y alineación simultánea de macromoléculas, que a su vez se arreglan y se ordenan, generando planos basales grafiticos apilados y bien orientados (GRIFFITHS; MARSH, 1981; RAND, 1993, YOUNG-JAE; HYEOK JONG, 2004), conforme ilustrado en la Figura 7. Los materiales de carbono obtenidos con piches grafitizados tienen una densidad mayor que  $1,9\text{ g/cm}^3$ .

Figura 6 – Conversión térmica de piche en grafito.



Fuente: Levy Neto y Pardini (2016, p. 63).

**Figura 7** – Ejemplo de la evolución de la grafitización del picho por pirólisis.



**Fuente:** Marsch y Rodríguez-Reinoso (2006) y Savage (1993).

En resumen, el tratamiento térmico en fase sólida de resinas termorrígidas, como las resinas fenólicas, generan carbonos no grafitizables, consecuentemente, las propiedades termomecánicas no son satisfactorias para la mayoría de las aplicaciones. El uso de presiones elevadas de proceso para materiales termorresos no altera el rendimiento en carbono. Por otro lado, la pirólisis en fase líquida de pichos, resulta en carbonos altamente orientados y grafitizables y con mejores propiedades termomecánicas, teniendo el inconveniente de la necesidad de ser efectuada a altas presiones, considerando que el rendimiento, en carbono, de pichos es función de la carga la presión del proceso (PARDINI, GONÇALVES, 2009, SAVAGE, 1993).

En procedimientos en fase gas, llamados CVI/ infiltración química en fase gaseosa *Chemical Vapour Infiltration* (CVI) o *Chemical Vapour Deposition* (CVD),

gases de hidrocarburos tales como metano, propileno y otro alto contenido de carbono en la molécula, así como líquido vaporizable tal como ciclohexano, queroseno, y otros, se someten al proceso de descomposición térmica a temperaturas en el rango de 800 a 1200 °C, lo que lleva a la deposición de carbono sobre la preforma (PARDINI; GONÇALVES, 2009). Por lo tanto, en el método CVI, los reactivos gaseosos se infiltran en la preforma, mantenida a altas temperaturas, depositando el material de la matriz sobre la estructura de la fibra por medio de reacciones de deposición química por vapor (CVD). A medida que la infiltración ocurre, los depósitos de CVD crecen continuamente para formar la matriz del compuesto. El proceso de CVI resulta en la obtención de material grafitizable, denominado carbono pirolítico.

Se utilizó para el análisis en el presente trabajo una garganta de tobera de cohete, fabricada en compuesto CRFC, utilizada en el motor S43 del IAE, conforme a la Figura 8.

Los análisis por estereomicroscopía, microscopía óptica y microscopía electrónica de exploración se realizaron en muestras retiradas del material compuesto CRFC multidireccional en las regiones del convergente, garganta y divergente.

### 1.1.3 Estereomicroscopía

La juxtaposición de los términos griegos *stéreo* respecto a dos (doble), y *scopos* respecto a la visión (observador), los resultados en estereoscopia, en relación a la visualización del mismo enfoque por dos mecanismos de formación de imágenes. En líneas generales, cuando en seres humanos, se dice que la imagen percibida por el cerebro resulta de la combinación de dos imágenes captadas, una en cada ojo. Este par de imágenes recibe el nombre de par estereoscópico (del inglés *stereo image pair*).

**Figura 8** – Tobera del motor S43.



**Fuente:** El autor.



Un estéreo es un microscopio óptico que funciona con aumentos de 10X a 90X o hasta 180X con la adición de lentes suplementarios opcionales. Funciona con el uso de dos microscopios completos, inclinados uno en relación al otro a un ángulo de 8 a 12 grados, dependiendo del fabricante. Cada microscopio incluye un objetivo, un ocular y un sistema de construcción, siendo este último del tipo reflexivo o del tipo refractivo. Las dos lentes objetivas y las dos oculares proporcionan a los ojos, ángulos de visión ligeramente diferentes (Figura 9a). En esencia, los ojos izquierdo y derecho visualizan el mismo objeto, pero de una manera diferente. Muy parecido a lo que ocurre con los ojos humanos, estos dos ángulos de visión separados producen una imagen tridimensional, característica que lo hace ideal para examinar superficies de materiales sólidos. La iluminación es también diferente, si se compara con otros tipos de microscopios. Utiliza iluminación reflejada o episcópica para iluminar especímenes. Esto significa que utiliza luz, naturalmente reflejada del objeto. Esto es ideal cuando se trata de muestras espesas u opacas. El equipo se muestra en la Figura 9b.

### 1.2 Microscopía Óptica (MO)

El análisis por microscopía óptica permite la evaluación de secciones del material, posibilitando visualizar el arreglo de las fibras y la existencia de defectos, como poros, inclusiones y microtrincas. Los materiales de carbono generalmente se observan mediante la reflexión con ayuda de un microscopio óptico, debido a sus altos coeficientes

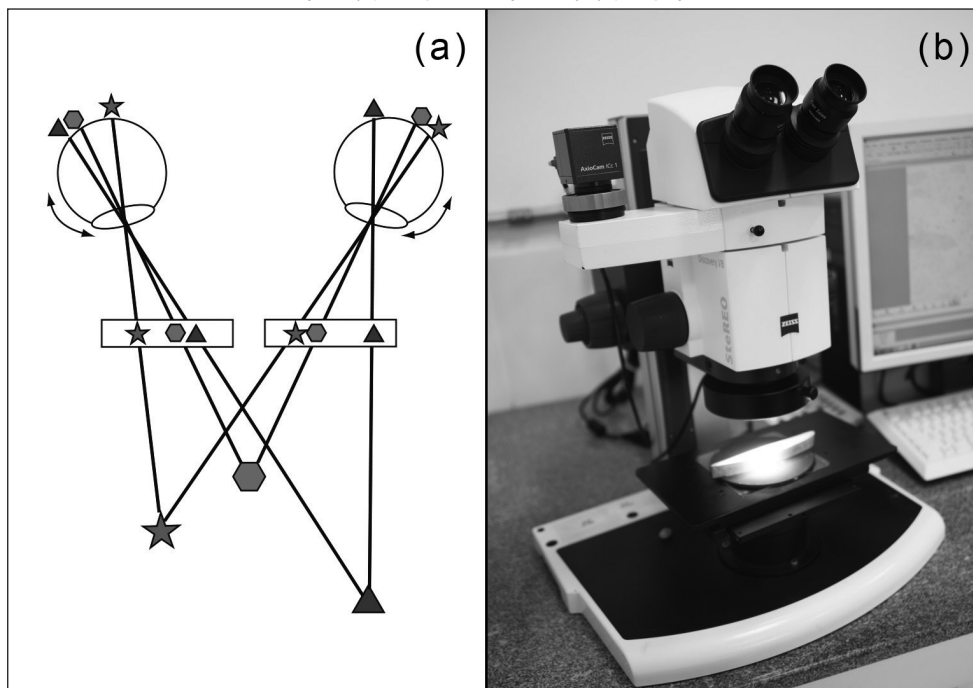
de absorción en longitudes de onda visibles. Por eso, la mayoría de los estudios ópticos en compuestos CRFC usan la reflexión en muestras pulidas (SAVAGE, 1993). La técnica de microscopía óptica consiste en caracterizar los materiales por medio de la observación de la imagen generada por la interacción de un haz de luz colimado con la superficie pulida de la muestra. La señal generada por la interacción entre la fuente y la muestra pasa por un sistema óptico para la obtención de una imagen que es recogida, almacenada y posteriormente interpretada.

### 1.3 Microscopía Electrónica de Barrido (MEV)

La microscopía electrónica de barrido (MEV) es una técnica de análisis que amplía las dimensiones de la muestra para la visualización de sus estructuras y topografía de sólidos. A diferencia de la microscopía óptica, que utiliza una fuente de luz (fotones) para la observación de la imagen, la MEV utiliza una fuente de electrones aumentando la resolución de las imágenes. Una característica importante de la MEV es la apariencia tridimensional de la imagen de las muestras. Permite también un análisis en pequeños aumentos y amplia profundidad de campo, lo que es extramadamente útil pues la imagen electrónica complementa la información dada por la imagen óptica (DEDAVID, GOMES, MACHADO, 2007).

El principio de la MEV se basa en la focalización de un haz de electrones que pasa por una columna bajo el vacío, atravesando una serie de lentes electromagnéticas (bobinas) para colimación del haz y enfoque en una determinada región de la muestra.

Figura 9 – Estereomicroscopio. (a) Esquema óptico; y (b) Equipo.



Fuente: Russ (2011).



## 2 MATERIAL Y MÉTODOS

La evaluación **post-quema** del material de inserto de tobera del motor S43 se realizó por aplicación de técnicas de análisis microscópico después del ensayo de quema del motor. El propelente sólido utilizado en el motor S43 es del tipo compuesto con alto contenido de sólidos que resulta en gases a altas temperaturas. La resina utilizada es el polibutadieno hidroxilado, mezclado con aluminio en polvo y perclorato de amonio.

Se utilizó Estereoscopia, Microscopia Óptica (MO) y Microscopia Electrónica de Barrido (MEV) para la caracterización y también para la evaluación de daños resultantes de la quema a la superficie de los cuerpos de prueba en estudio.

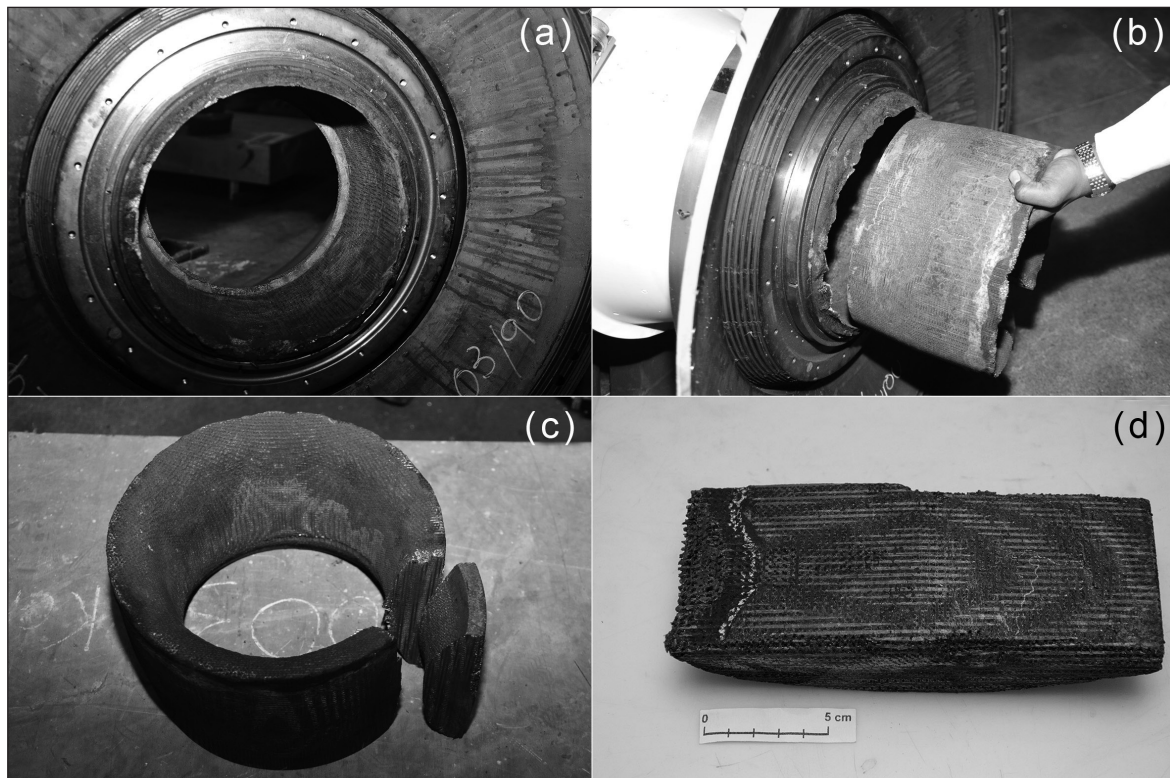
### 2.1 Materiales

Se evaluaron muestras del material compuesto CRFC en las regiones del convergente, garganta y divergente. El proceso para obtener las muestras siguió las etapas descritas en los ítems 2.1.1 y 2.1.2.

#### 2.1.1 Retirada de las muestras de la tubería del S43 para análisis

La retirada del inserto de la tobera se realizó conforme a las Figuras 10a a 10d. Se observa en la Figura 10a que el inserto/protección térmica está montado en la tubería del motor S43; en la Figura 10b el inserto se extrae de la estructura; en la Figura 10c la retirada de una sección del inserto para análisis; y en la Figura 10d muestra del inserto que fue retirada para el análisis.

**Figura 10** – Retiro de la muestra de la inserción/protección térmica de la tobera del S43. (a) Protección térmica montada en la tubería del motor S43; (b) Protección térmica que se extrae de la estructura; (c) Retiro de una sección longitudinal para análisis; (d) Detalle de la muestra retirada para análisis.



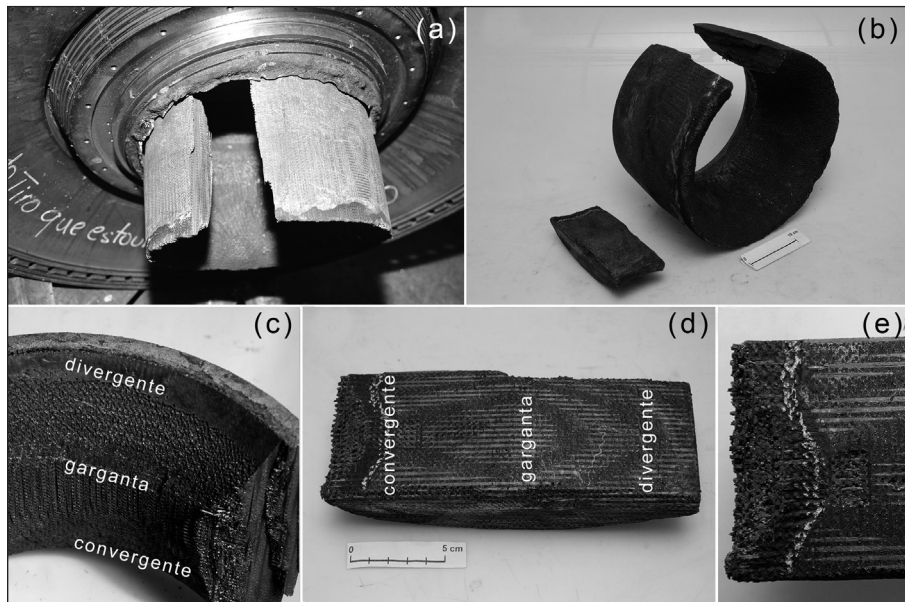
Fuente: El autor.

#### 2.1.2 Subdivisión e identificación de la muestra SPT de la tubería del S43

En la Figura 11a se tiene que del inserto/protección térmica montado en la tubería del motor S43 fue retirada una muestra para análisis. En la Figura 11b se tiene una imagen a la izquierda de la muestra ya la derecha del inserto presentado en la Figura 11a.

Para la caracterización de la muestra presentada en la Figura 10d y en la Figura 11b, se identificaron, tanto en el inserto, Figura 11c, como en la muestra, Figura 11d, las tres regiones internas del inserto (convergente, garganta y divergente). En la Figura 11 se tiene una imagen ampliada de los efectos ablativos del chorro térmico proveniente de la quema del propelente en el convergente de la protección térmica.

**Figura 11** – Identificación de las regiones de protección térmica. (a) Muestra para el análisis; (b) Región interna de la protección; (c) Detalle de la región convergente; (d) Muestra retirada de la tubería del motor; (e) Identificación de las regiones del material del inserto.



Fuente: El autor.

### 2.1.3 Proceso de corte de la muestra

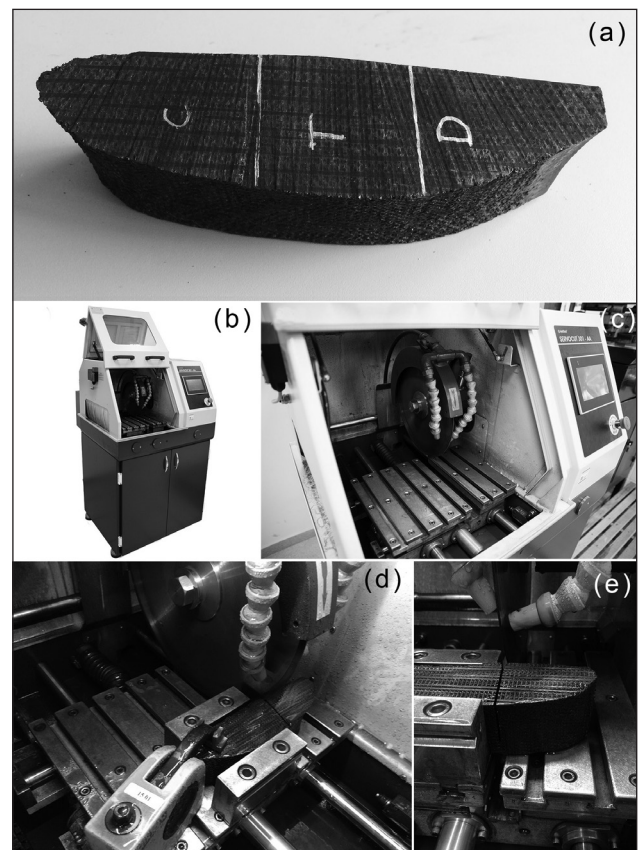
Por convención en el proceso de corte/subdivisión de protección térmica de la muestra S43 de la inserción, la Figura 12a, identificándola con las letras **C**, **T** y **D**, designando respectivamente el convergente, divergente y la garganta. En las Figuras 12b y 12c se tiene el posicionamiento de la muestra en la sierra SERVOCUT mod. 301-AA de METKON y, en las Figuras 12d y 12e, el corte.

Después de la separación de la región convergente de la muestra **C**, identificado en la Figura 12a, se hizo el corte que permitió apartar las muestras de la zona de la garganta **T** y del divergente **D**, Figura 13a. Finalizada la operación de corte, las tres muestras fueron secas en invernadero a una temperatura de 70 °C por 30 min, conforme presentado en la Figura 13b.

Para sistematizar el análisis se realizó, después del secado de las tres muestras, una identificación en cuadrantes, conforme la Figura 14a, en perspectiva, y Figura 14b, en una imagen superior de la muestra.

Se observó, sin embargo, la necesidad de realizar un corte adicional a lo largo del espesor de las muestras para obtener una superficie plana y con dimensiones adecuadas para el montaje en el porta-muestra del microscopio.

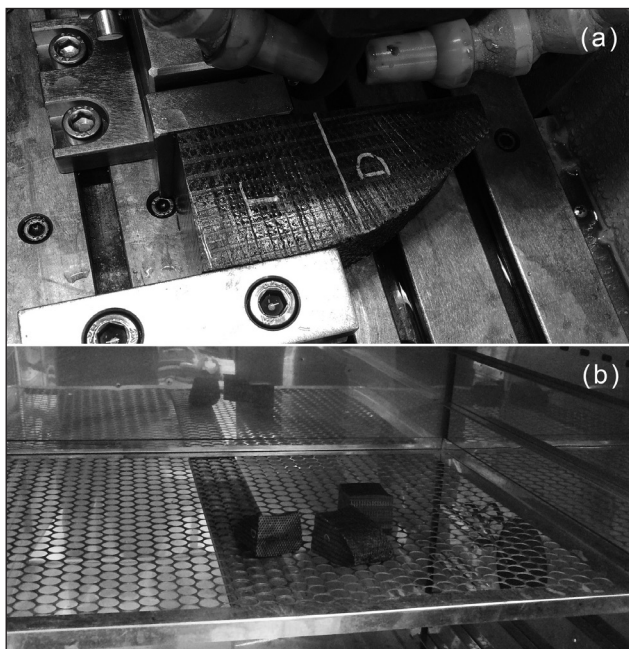
**Figura 12** – Corte de la muestra. (a) Identificación para corte; (b) Equipo utilizado; (c) Compartimiento en el equipo de fijación y corte de la muestra; (d) y (e) Fijación y Corte del convergente C de la muestra.



Fuente: El autor.



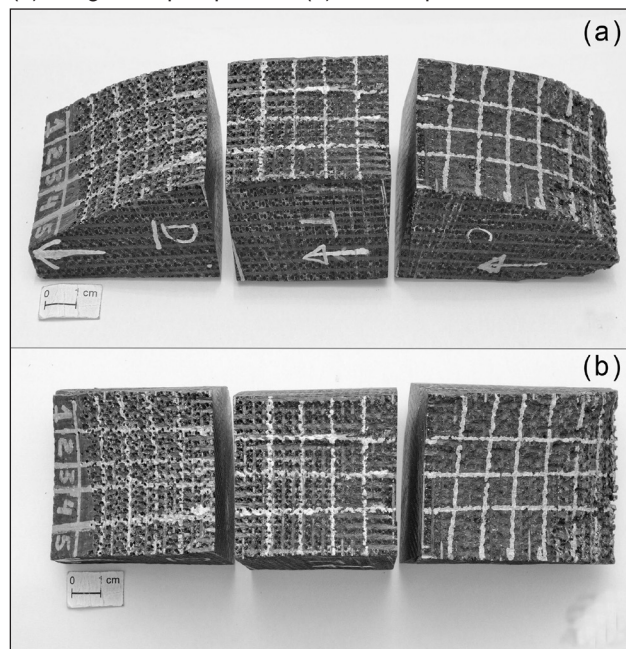
**Figura 13** – Muestras. (a) Corte final de la muestra; (b) Secado en invernadero.



Fuente: El autor.

En la Figura 15a se presenta una imagen en perspectiva de la muestra del divergente **D**, garganta **T** y convergente **C**. En la Figura 15b, una imagen superior de las muestras presentadas en la Figura 15a. En la Figura 15c, se tiene el corte longitudinal de la región

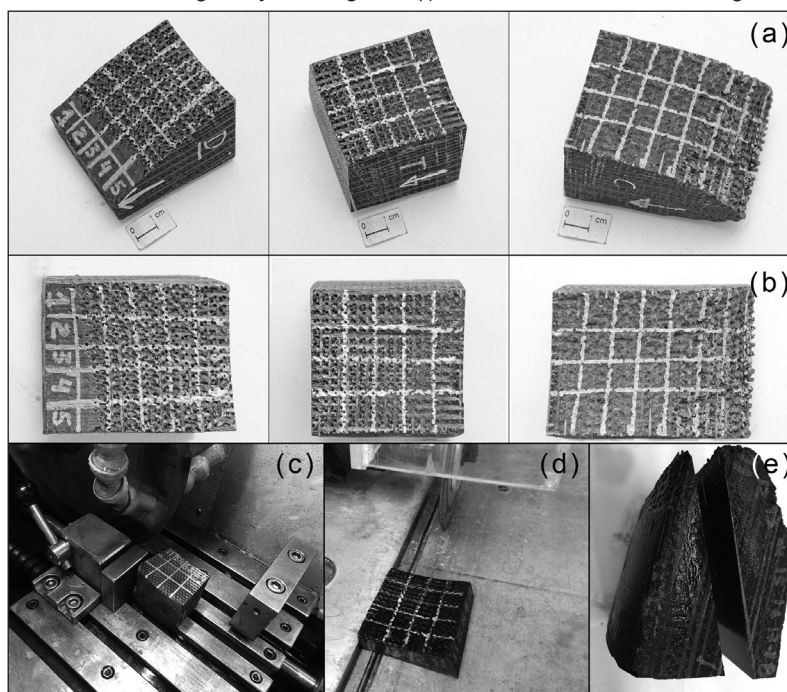
**Figura 14** – Demarcación de los cuadrantes de la muestra. (a) Imagen en perspectiva; (b) Vista superior.



Fuente: El autor.

de la garganta, y en la Figura 15d, la sección obtenida después del seccionamiento de la muestra de la garganta. En la Figura 15e tiene una muestra de convergente **C**, que también fue sometida a un corte angular para obtener una superficie plana.

**Figura 15** – Corte de la muestra de garganta **T**, del divergente **D** y convergente **C**. (a) Imagen desde la perspectiva de la garganta; (b) Vista superior; (c) Corte de la muestra de la garganta al medio; (d) Muestra obtenida de la garganta; (e) Muestras del divergente y convergente; (f) Muestra obtenida del convergente.



Fuente: El autor.

### 3 CONCLUSIÓN

Se presentaron conceptos fundamentales de materiales de protección térmica para vehículos lanzadores. Estas protecciones térmicas son internas o externas a los vehículos y están constituidas de materiales ablativos, representados por los compuestos poliméricos o por materiales reirradiativos, representados por los composites termoestructurales.

Se analizó una garganta de tubería de cohete fabricada en compósito CRFC, componente del vehículo S43 del IAE/DCTA. Esta protección térmica, interna al vehículo lanzador, puede presentar características ablativas y reirradiativas.

Los procedimientos referentes a la extracción del inserto de compuesto CRFC, del motor S43, fueron sistematizados. La estrategia de análisis del material fue conducida mediante corte del inserto en tres secciones correspondientes a la región convergente, divergente y de la garganta (sección crítica).

Los análisis fueron realizados por estereoscopia y microscopia óptica.

Los análisis van a indicar las características de erosión y sistematizar el procedimiento de análisis del comportamiento del material, frente a las condiciones de operación a ser presentadas en la Parte II del trabajo.

### AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la División de Mecánica (AME), la División de Materiales (AMR) y la División de Integración y Ensayos (AIE) del Instituto de Aeronáutica y Espacio (IAE). A la primera, por la disponibilidad del inserto; a la segunda, por la disponibilidad de equipos en la preparación de las muestras para el análisis; a la última por el apoyo técnico del militar 1S Wandeclyt Martins de Melo en la preparación de las figuras que componen el acervo del Laboratorio de Registro de Imágenes.



## REFERENCIAS

- 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](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](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](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.