

Polymeric Ablative Composite Materials and their Application in the Manufacture of Aerospace Propulsion Components

Rafael Robayo-Salazar; Julián Portocarrero-Hermann; Ubaldo Díaz-Padrón; Oscar Patiño-Castrillón

Citación: R. Robayo-Salazar, J. Portocarrero-Hermann, U. Díaz-Padrón, and O. Patiño-Castrillón, “Polymeric Ablative Composite Materials and their Application in the Manufacture of Aerospace Propulsion Components,” *Revista Facultad de Ingeniería*, vol. 29 (54), e10662, 2020.

<https://doi.org/10.19053/01211129.v29.n54.2020.10662>

Recibido: Febrero 24, 2020; **Aceptado:** Mayo 8, 2020;

Publicado: Mayo 27, 2020

Derechos de reproducción: Este es un artículo en acceso abierto distribuido bajo la licencia [CC BY](#)



Conflicto de intereses: Los autores declaran no tener conflicto de intereses.

Polymeric Ablative Composite Materials and their Application in the Manufacture of Aerospace Propulsion Components

Rafael Robayo-Salazar¹

Julián Portocarrero-Hermann²

Ubaldo Díaz-Padrón³

Oscar Patiño-Castrillón⁴

Abstract

The development of thermal protection systems and high-temperature composite materials for the manufacture of low-weight propulsion components represents a major challenge for the aerospace industry, especially in the field of rocketry. The rocket combustion chamber and nozzles must be designed to withstand operating temperatures above 1600-2000 ° C in a severe ablative environment. This research focuses on obtaining a characterization of ablative composite materials based on a polyester resin matrix (30%) reinforced with particulate materials (fillers) (67%) and short glass fibers (3%), highlighting that the fillers correspond to industrial waste or by-products such as steel slag, aluminum slag, foundry slag and ceramic waste. The composites were physically and mechanically characterized and subjected to an ablative direct flame test (~1600-2000 °C, 120 seconds), reporting thermal insulation levels between 72.6-92.9%, with maximum temperatures on the opposite side of the

¹ Ph. D. Fuerza Aérea Colombiana - Escuela Militar de Aviación (Cali-Valle del Cauca, Colombia). rafael.robayo@emavi.edu.co. ORCID: [0000-0003-1687-2885](https://orcid.org/0000-0003-1687-2885)

² Fuerza Aérea Colombiana - Escuela Militar de Aviación (Cali-Valle del Cauca, Colombia). julian.portocarrero@emavi.edu.co

³ Fuerza Aérea Colombiana - Escuela Militar de Aviación (Cali-Valle del Cauca, Colombia). 92uadiazp@emavirtual.edu.co

⁴ Fuerza Aérea Colombiana - Escuela Militar de Aviación (Cali-Valle del Cauca, Colombia). 92oepatinoc@emavirtual.edu.co

flame between 141.6-548.8 ° C, and post-ablative weight losses of between 8.5-13.2%. Based on the obtained results, the optimal composites were selected and their application was validated in the manufacture of rocket-type nozzle propulsion components, which were subjected to a real static combustion test, using a solid propellant Candy KNSu type (65 % KNO₃-35% Sucrose). The results proved the possibility of obtaining ablative composites and thermal protection systems from available materials and high contents of industrial by-products. These applications are considered important to develop the Colombian aerospace field in the construction of sounding rockets for scientific, technological, and military purposes. **Keywords:** ablative materials; composite materials; propulsion components; rocket engine; rocket nozzle; thermal protection systems.

Materiales compuestos ablativos de matriz polimérica y su aplicación en la fabricación de componentes de propulsión aeroespacial

Resumen

El desarrollo de sistemas de protección térmica y materiales compuestos de alta temperatura para la fabricación de componentes de propulsión de bajo peso representa un reto importante para la industria aeroespacial, especialmente en el campo de la cohetaría. La cámara de combustión del cohete, propulsores y boquillas deben diseñarse para soportar temperaturas de trabajo superiores a los 1600-2000 °C en un ambiente ablativo severo. Esta investigación se enfoca en la obtención y caracterización de materiales compuestos ablativos basados en una matriz de resina poliéster (30%) reforzada con materiales particulados (*fillers*) (67%) y fibras cortas de vidrio (3%); destacando que los *fillers* corresponden a residuos o subproductos industriales tipo escoria siderúrgica, escoria de aluminio, escoria de fundición y residuo cerámico. Los compuestos fueron caracterizados físico-mecánicamente y sometidos a un ensayo ablativo de llama directa (~1600-2000 °C, 120 segundos), reportando niveles de aislamiento térmico de entre 72.6-92.9%, con temperaturas máximas en la cara opuesta a la llama de entre 141.6-548.8 °C, y pérdidas de peso posteriores al ensayo ablativo de entre 8.5-13.2%. Con base en los resultados obtenidos, se eligieron los compuestos óptimos y su aplicación fue

validada en la fabricación de componentes de propulsión tipo toberas de motor-cohete, las cuales fueron sometidas a una prueba estática de combustión real utilizando un propelente sólido tipo Candy KNSu (65%KNO₃-35%Sucrosa). Los resultados obtenidos demostraron la posibilidad de producir compuestos ablativos y sistemas de protección térmica a partir de materiales de fácil adquisición y altos contenidos de subproductos industriales; aplicaciones que se consideran de suma importancia para desarrollar el campo aeroespacial colombiano en la construcción de cohetes de sondeo con fines científicos, tecnológicos y militares.

Palabras clave: componentes de propulsión; materiales ablativos; materiales compuestos; motor cohete; sistemas de protección térmica; tobera.

Materiais compostos ablativos de matriz polimérica e sua aplicação na fabricação de componentes de propulsão aeroespacial

Resumo

O desenvolvimento de sistemas de proteção térmica e materiais compostos de alta temperatura para a fabricação de componentes de propulsão de baixo peso representa um desafio importante para a indústria aeroespacial, especialmente no campo da ciência dos foguetes. A câmara de combustão do foguete, propulsores e boquilhas devem desenhar-se para suportar temperaturas de trabalho superiores aos 1600-2000 °C em um ambiente ablativo severo. Esta pesquisa enfoca-se na obtenção e caracterização de materiais compostos ablativos baseados em uma matriz de resina poliéster (30%) reforçada com materiais particulados (*fillers*) (67%) e fibras curtas de vidro (3%); destacando que os *fillers* correspondem a resíduos ou subprodutos industriais tipo escória siderúrgica, escória de alumínio, escória de fundição e resíduo cerâmico. Os compostos foram caracterizados físico-mecanicamente e submetidos a um ensaio ablativo de chama direta (~1600-2000 °C, 120 segundos), reportando níveis de isolamento térmico de entre 72.6-92.9%, com temperaturas máximas na cara oposta à chama de entre 141.6-548.8 °C, e perdas de peso posteriores ao ensaio ablativo de entre 8.5-13.2%. Com base nos resultados obtidos, foram escolhidos os compostos ótimos e sua aplicação foi validada na fabricação de componentes de propulsão tipo bocais de motor-foguete,

as quais foram submetidas a uma prova estática de combustão real utilizando um propelente sólido tipo Candy KNSu (65%KNO₃-35%Sucrosa). Os resultados obtidos demonstraram a possibilidade de produzir compostos ablativos e sistemas de proteção térmica a partir de materiais de fácil aquisição e altos conteúdos de subprodutos industriais; aplicações que se consideram de muita importância para desenvolver o campo aeroespacial colombiano na construção de foguetes de sondagem com fins científicos, tecnológicos e militares.

Palavras chave: componentes de propulsão; materiais ablativos; materiais compostos; motor foguete; sistemas de proteção térmica; bocal.

I. INTRODUCCIÓN

El desarrollo de materiales para la fabricación de componentes de propulsión juega un papel importante en el desarrollo de la industria aeroespacial, especialmente en el campo de la cohetaría. La cámara de combustión del cohete, propulsores y/o boquillas deben diseñarse para soportar temperaturas de operación superiores a los 1600-2000°C en un ambiente ablativo severo [1]. Normalmente, el motor-cohete es fabricado por mecanizado de aleaciones de acero, aluminio o titanio (zona estructural) y recubierto internamente con sistemas de protección térmica (zona ablativa) [2]. Dentro de los materiales ablativos comúnmente utilizados, se incluyen los metales de alto punto de fusión (tungsteno, renio y molibdeno) y compuestos cerámicos refractarios (carburos de silicio (SiC), circonio (ZrC), boro (B₄C) o hafnio (HfC)) [3]. Generalmente, estos materiales son de difícil adquisición y alto costo, lo que dificulta su aplicación en países como Colombia. Adicionalmente, la elevada densidad de estos materiales (sobre todo la zona estructural) no deja de ser una desventaja, siendo la búsqueda de materiales alternativos con mayor relación desempeño/densidad una de las prioridades para este sector. Dentro de las alternativas se destacan los materiales compuestos [4], específicamente los denominados Materiales Compuestos Ablativos de Matriz Polimérica (en adelante PACMs, por sus siglas en inglés), en gran parte debido a su versatilidad y la posibilidad de reducir (≈90%) el peso de estos componentes [5-6].

Generalmente, los PACMs se componen en un 25-35% de una matriz de resina fenólica, epóxica, viniléster o poliéster [7], materiales termoestables cuyo desempeño a elevadas temperaturas es limitado [8-9], por tal razón, requieren ser reforzados. La adición de materiales particulados (*fillers*) y fibras cortas modifica el desempeño y mejora sustancialmente la estabilidad termomecánica y ablativa del material compuesto [10-13]. Cuando los PACMs son expuestos a temperaturas por encima del límite de degradación térmica de la matriz (≈250 a 600°C), su estructura experimenta descomposición (fenómeno de pirolisis) y se produce una capa carbonizada; al respecto, el carbono es considerado un material de alto desempeño ablativo [9, 15-16]. Esta capa carbonizada promueve la retención (aglomeración) de los *fillers* incorporados y el proceso de ablación se puede llevar a cabo de manera

efectiva, ya que el material puede continuar absorbiendo calor endotérmicamente [5]. Aun considerando las propiedades ablativas de esta capa, el residuo carbonizado puede erosionarse y sufrir delaminación tras tiempos de exposición prolongados, afectando el desempeño y rendimiento ablativo del material. Al respecto, las fibras cortas de asbesto y vidrio se han incorporado con éxito, logrando mantener la integridad de los compuestos en el ambiente ablativo severo [2-3]. A pesar del excelente comportamiento ablativo que poseen los PACM_s, sus desempeños mecánicos no logran resistir las cargas de alta presión generadas durante la propulsión de un motor-cohete [16]. Por esta razón, la zona ablativa se debe reforzar externamente con un material de alta resistencia específica (zona estructural) como la fibra de carbono, por ejemplo [18-19].

Este artículo de investigación describe la obtención y caracterización de PACM_s basados en una matriz de resina poliéster reforzada con materiales particulados (*fillers*) tipo residuos o subproductos industriales, y fibras cortas de vidrio. Con base en los desempeños óptimos obtenidos, se fabricaron aplicaciones tipo toberas de motor-cohete, reforzando la zona ablativa (PACM) mediante la aplicación superficial de un tejido unidireccional de fibra de carbono (zona estructural). Finalmente, las toberas fabricadas fueron sometidas a una prueba estática de combustión real utilizando un propelente sólido tipo Candy KNSu.

II. MATERIALES Y METODOLOGÍA

La obtención de los PACM_s se basó en una matriz (30%) de resina poliéster comercial (in-saturada y pre-acelerada) reforzada con material particulado (*fillers*) (67%) y fibra de vidrio (3%) cortada a 4 ± 1 mm de longitud (porcentajes en peso). Como *fillers* se utilizaron: escoria siderúrgica (ES), escoria de aluminio (EA), escoria de fundición (EF) y residuo cerámico (RC), todos molidos finamente hasta lograr un tamaño de partícula inferior a las 75 μ m. Para la dosificación de la fracción en peso (67%) de refuerzo particulado se utilizó un diseño de mezclas de vértices extremos de 4 componentes (ES; EA; EF; y RC) y 9 puntos de interacción aleatorizados. El contenido en peso de refuerzo tipo fibra de vidrio fue del 3% para todas las mezclas. Las dosificaciones de los PACM_s desarrollados se presenta en la Tabla 1.

Tabla 1. Diseño de mezclas de los PACM_s (fracción en peso de cada componente).

PACM	Refuerzo particulado				Fibra de Vidrio	Resina Poliéster
	Escoria Siderúrgica (ES)	Escoria de Aluminio (EA)	Escoria de Fundición (EF)	Residuo Cerámico (RC)		
1	0.000	0.000	0.000	0.670	0.03	0.30
2	0.670	0.000	0.000	0.000	0.03	0.30
3	0.000	0.670	0.000	0.000	0.03	0.30
4	0.000	0.000	0.670	0.000	0.03	0.30
5	0.168	0.168	0.168	0.168	0.03	0.30
6	0.084	0.084	0.084	0.419	0.03	0.30
7	0.419	0.084	0.084	0.084	0.03	0.30
8	0.084	0.419	0.084	0.084	0.03	0.30
9	0.084	0.084	0.419	0.084	0.03	0.30

La Figura 1 resume la metodología seguida para la fabricación de placas de PACM_s (19.5x13.5x1.0 cm de largo, ancho y espesor) utilizadas para la caracterización físico-mecánica y ablativa. El espesor final de las placas fue de 5.06 ± 0.5 mm. El ensayo de resistencia a la flexión a tres puntos (vigas de 130x20x5 mm ASTM D790) se llevó a cabo en una máquina universal de ensayos United SFM-300KN. La resistencia al impacto Izod (vigas de 63.5x10x5 mm con muesca en el centro de 0.5 mm ASTM D256) fue evaluada utilizando un péndulo Tinius Olsen Model Impact 104. El ensayo de densidad (trozos de 10x10x5 mm ASTM D792) fue llevado a cabo en una balanza analítica Adam PW254 acoplado un accesorio de determinación de peso hidrostático. La medición de la dureza (ASTM D2583) se llevó a cabo directamente sobre cada placa producida, utilizando un durómetro Barcol portátil (impressor).

Las placas de PACM_s fueron sometidas al ensayo de llama directa (Figura 2) durante un tiempo máximo de 120 segundos con el fin de evaluar su desempeño como material ablativo, adaptando el procedimiento descrito en la norma ASTM E285. Como fuente de la llama se utilizó un soplete (antorcha) de gas propileno-pronano MAP-PRO Worthington (concentración (%) 99.5-0.5), con una temperatura de combustión teórica de 2020°C, el cual se fijó a una distancia de 4 cm frente a cada placa de ensayo. El comportamiento aislante fue evaluado mediante el monitoreo del perfil de temperatura de las placas por medio de una cámara

termográfica FLIR E40 y un termopar adherido a la zona posterior de la cara expuesta a la llama.

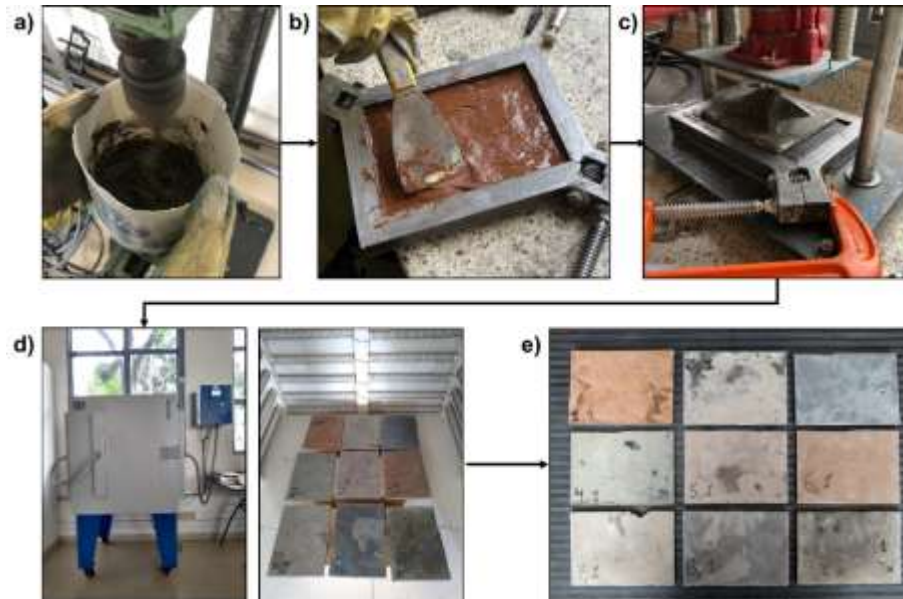


Fig. 1. Metodología seguida para la fabricación de las placas de PACMs: a) proceso de mezclado, b) vertimiento de la mezcla y conformado de la placa, c) prensado del molde, d) curado térmico (60°C durante 6 horas) y e) apariencia final de las placas.



Fig. 2. Montaje del ensayo ablativo (llama directa).

El índice de aislamiento de los PACM_s se calculó de acuerdo con el procedimiento descrito en la norma ASTM E285, aplicando la ecuación (1).

$$I_T = \frac{t_T}{d} \quad (1)$$

Donde I_T es el índice de aislamiento (s/mm), t_T es el tiempo de ensayo (en segundos, s) transcurrido para alcanzar los 80°C, 180°C y 380°C, respectivamente, y d es el espesor de la placa (en milímetros, mm).

El nivel de deterioro superficial de la zona térmicamente afectada fue evaluado mediante la inspección visual de las placas en un estereomicroscopio trinocular Advance Optical SQF-E. Complementariamente, se realizó un análisis microestructural de los PACM_s antes y después del ensayo ablativo, utilizando la técnica de microscopía electrónica de barrido (MEB) (microscopio JEOL JSM-6490LV).

Con base en los resultados obtenidos, se eligieron los PACM_s óptimos para el desarrollo de aplicaciones tipo toberas de motor-cohete. Un total de dos toberas fueron fabricadas, las cuales se componen por dos zonas: ablativa (interna) y estructural (externa) (Figura 3). La zona ablativa se obtuvo mediante un proceso de vaciado del PACM en un molde o preforma. Por su parte, la zona estructural se logró mediante la aplicación de un tejido unidireccional de fibra de carbono de 334 g/m² (1 mm de espesor) impregnado con resina poliéster y curado a 60°C durante 6 horas. Las toberas desarrolladas fueron sometidas a una prueba estática de combustión real (~90 s) (Figura 4) utilizando un propelente sólido tipo Candy KNSu (65%KNO₃-35%Sucrosa) [19]. Este propelente presenta temperaturas de ignición y combustión de ~300°C y ~1350-1450°C, respectivamente [20]. El perfil térmico alcanzado por las toberas durante la prueba de combustión real fue determinado por medio de una cámara termográfica FLIR T540.

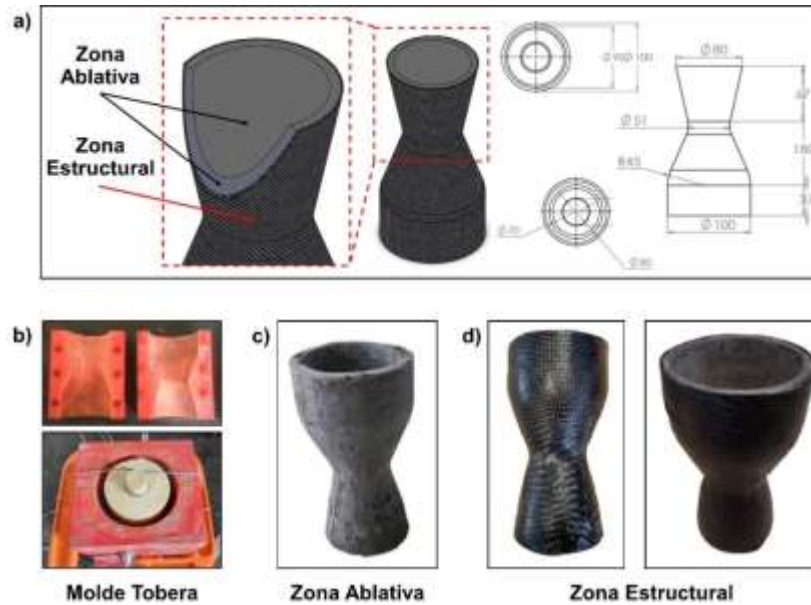


Fig. 3. Diseño y fabricación del componente de propulsión tipo tobera (motor-cohete): a) diseño y planos del componente, b) molde o preforma de la zona ablativa, c) zona ablativa basada en PACM y d) tejido de fibra de carbono (zona estructural) aplicado sobre la superficie de la zona ablativa.



Fig. 4. Prueba estática de combustión real y medición del perfil térmico de las toberas desarrolladas.

III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A continuación se presentan los resultados de caracterización físico-mecánica de los PACMs, se analizan sus comportamientos ablativos y se valida la aplicación de los más óptimos en el desarrollo y prueba de componentes de propulsión aeroespacial (tipo toberas de motores cohete).

A. Caracterización físico-mecánica de los PACMs

Los resultados de la caracterización físico-mecánica de los PACMs se resumen en la Figura 5.

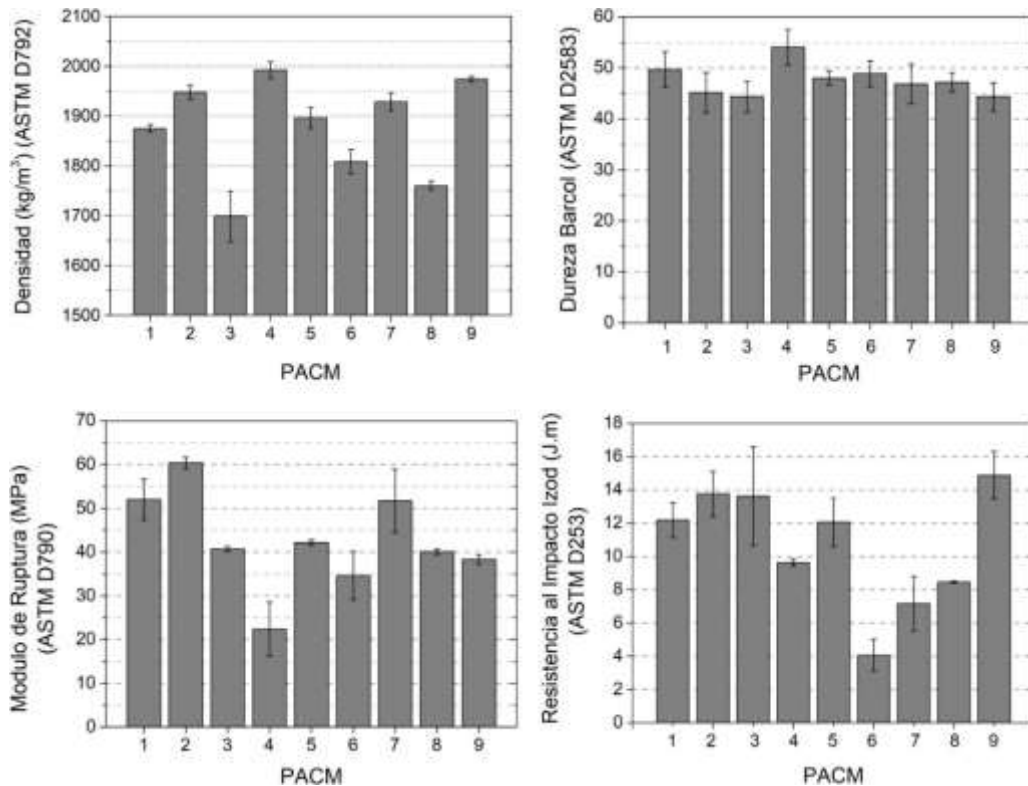


Fig. 5. Caracterización físico-mecánica de los PACMs: densidad (kg/m³), dureza Barcol, módulo de ruptura (MPa) y resistencia al impacto Izod (J·m).

En cuanto a la densidad, se observa cómo los PACMs reportaron valores entre 1698-1992 kg/m³, en contraste con la densidad de la resina poliéster (100%) cuyo valor oscila entre 1100-1200 kg/m³. Las densidades más bajas corresponden a los PACMs con altos contenidos de EA (PACM-3= 1698 kg/m³ y PACM-8= 1760 kg/m³). Por su parte, los valores más altos fueron promovidos por la presencia de EF (PACM-4= 1974 kg/m³ y PACM-9= 1992 kg/m³). Estos resultados demuestran que el tipo de *filler* influye sobre la densidad final de los PACMs, propiedad que es considerada de suma importancia en la selección de los materiales y la fabricación de componentes aeroespaciales y/o de propulsión [3]. En efecto, al comparar los valores de densidad reportados por los PACMs (1698-1992 kg/m³) con los de otros

materiales comúnmente utilizados en la fabricación de motores cohete, tales como las aleaciones de acero ($\approx 7840 \text{ kg/m}^3$), aluminio ($\approx 2790 \text{ kg/m}^3$) o titanio ($\approx 4600 \text{ kg/m}^3$) [7], es posible catalogar los PACM_s como materiales alternativos de baja densidad. Por su parte, la dureza Barcol de la matriz de resina poliéster oscila entre 50-75, lo cual demuestra que, a pesar de que los PACM_s contienen un elevado contenido (67%) de *fillers*, su desempeño mecánico no se vio afectado.

B. Comportamiento ablativo de los PACM_s

La Figura 6 muestra las curvas de temperatura registradas en la cara posterior de los PACM_s durante el ensayo de llama directa. Se destaca como los PACM-1, PACM-2 y PACM-5 presentan los mejores desempeños aislantes hasta los 120 s de ensayo, reportando temperaturas en la cara opuesta a la llama inferiores a 243.5, 141.6 y 232.2 °C, respectivamente. Por su parte, los PACM-3, PACM-4, PACM-6, PACM-7, PACM-8 y PACM-9 reportaron temperaturas máximas de 522.1°C (70 s), 439.2°C (100 s), 397.0°C (95 s), 370.2°C (90 s), 414.8°C (120 s) y 545.8°C (120 s), respectivamente. Estos resultados reflejan que el tipo de *filler* influye sobre la conductividad térmica o desempeño aislante de los PACM_s.

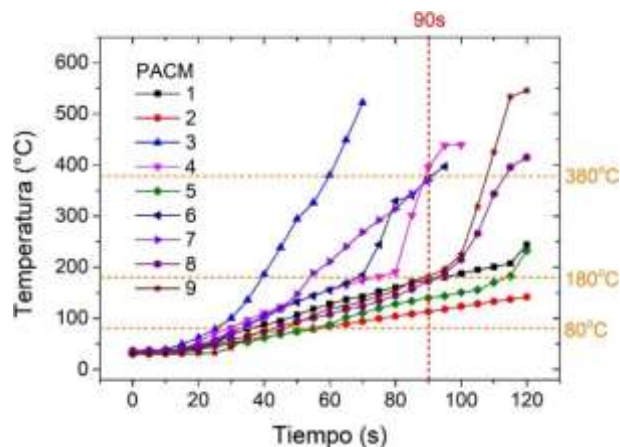


Fig. 6. Curvas de temperatura (cara posterior) vs. tiempo de ensayo de ablación (llama directa) de los PACM_s.

Al respecto, la Tabla 2 presenta los índices de aislamiento (I_T) de los PACM_s, permitiendo comparar la capacidad aislante de los diferentes compuestos

desarrollados. Básicamente, el I_T compara el tiempo (normalizado por el espesor) que tarda el material en alcanzar temperaturas fijas; en este caso de 80, 180 y 380 °C, de acuerdo con la norma ASTM E285. En efecto, un mayor valor de I_T está asociado con un mejor desempeño aislante o una menor conductividad térmica del material. Los resultados corroboran que los compuestos con mayor capacidad aislante son los PACM-2 y PACM-5; reportando valores de I_T para los 80°C de 11.22 y 9.84 s/mm, respectivamente. Inclusive, por su adecuado desempeño aislante, algunos PACMs no alcanzaron los 380 °C en su cara opuesta a la llama, tal y como es el caso del PACM-1 (≤ 243.5 °C), PACM-2 (≤ 141.6 °C) y PACM-5 (≤ 232.2 °C). En una aplicación real como la tobera de un motor-cohete, esto significa tiempos de protección térmica elevados, o, en su defecto, la posibilidad de reducir los espesores y, por ende, el peso de los componentes (ventajas operacionales). Los resultados presentados en la Figura 6 y Tabla 2 corroboran que los tipos de *fillers* que mejor desempeño aislante promueven son la ES y el RC, con una reducción de la temperatura de la llama incidente (~ 2000 °C) en la cara opuesta de hasta un 92.9 y 87.8 %, respectivamente. En contraste, los PACMs con altos contenidos de EA y EF reportaron los desempeños aislantes más bajos, con temperaturas en la cara opuesta por encima de los 380°C.

Tabla 2. Índice de aislamiento (I_T) de los PACMs.

PACM	Espesor (mm)	I_T 80°C (s/mm)	I_T 180°C (s/mm)	I_T 380°C (s/mm)
1	5.19 ± 0.22	6.74	18.30	N.A.
2	5.08 ± 0.28	11.22	N.A.	N.A.
3	4.74 ± 0.75	5.27	8.23	12.66
4	4.47 ± 0.43	6.49	16.55	19.91
5	5.59 ± 0.38	9.84	20.39	N.A.
6	4.89 ± 0.12	6.75	14.11	18.61
7	4.64 ± 0.20	7.33	11.64	19.61
8	6.18 ± 0.18	7.12	15.21	18.28
9	4.77 ± 0.21	9.22	18.66	22.64

N.A.: Temperatura no alcanzada durante el ensayo

La pérdida de peso o tasa de erosión de los PACMs posterior al ensayo de llama directa se puede observar en la Figura 7. En general, se aprecia que los PACMs reportaron una pérdida de peso inferior al 14%. Particularmente, los PACM-3,

PACM-4 y PACM-9 reportaron los máximos valores de erosión, con pérdidas de peso del 13.1, 13.0 y 13.2 %, respectivamente. Estos comportamientos coinciden con los bajos niveles de aislamiento térmico que presentaron estos compuestos durante el ensayo ablativo, con temperaturas en la cara opuesta de hasta 522.1 °C (PACM-3), 439.2 °C (PACM-4) y 545.8 °C (PACM-9) (Figura 6). En contraste, los PACM-1, PACM-2 y PACM-5 reportaron pérdidas de peso de tan solo 9.1, 8.5, y 8.7 %, respectivamente; comportamientos que se correlacionan con los óptimos niveles de aislamiento térmico alcanzados por estos PACM_s (Figura 6 y Tabla 2).

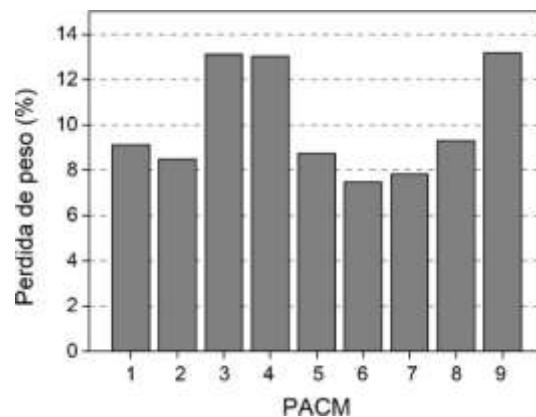


Fig. 7. Pérdida de peso de los PACM_s posterior al ensayo de llama directa.

La Figura 8 compara la zona térmicamente afectada por el calor (ZTA) de los diferentes PACM_s posterior al ensayo de llama directa. En general, se corrobora la formación de la capa carbonizada, producto de las reacciones de pirolisis que se activan por el calentamiento intensivo de la matriz de resina poliéster. Asimismo, se pudo relacionar que, a pesar del bajo nivel de pérdida de peso reportado por los PACM-6, PACM-7 y PACM-8, estos compuestos presentaron agrietamiento en la ZTA, producto de fenómenos de contracción. Estos defectos también se correlacionan con el bajo nivel de aislamiento térmico alcanzado durante el ensayo de llama directa, con temperaturas en la cara opuesta de hasta 397.0, 370.2 y 414.8 °C, respectivamente. Contrario al elevado I_T reportado por el PACM-1 (Tabla 2), en la Figura 8 se puede apreciar que este compuesto presentó inestabilidad dimensional o “fenómeno de pandeo”, lo cual afecta su aplicación en la fabricación de componentes de propulsión.

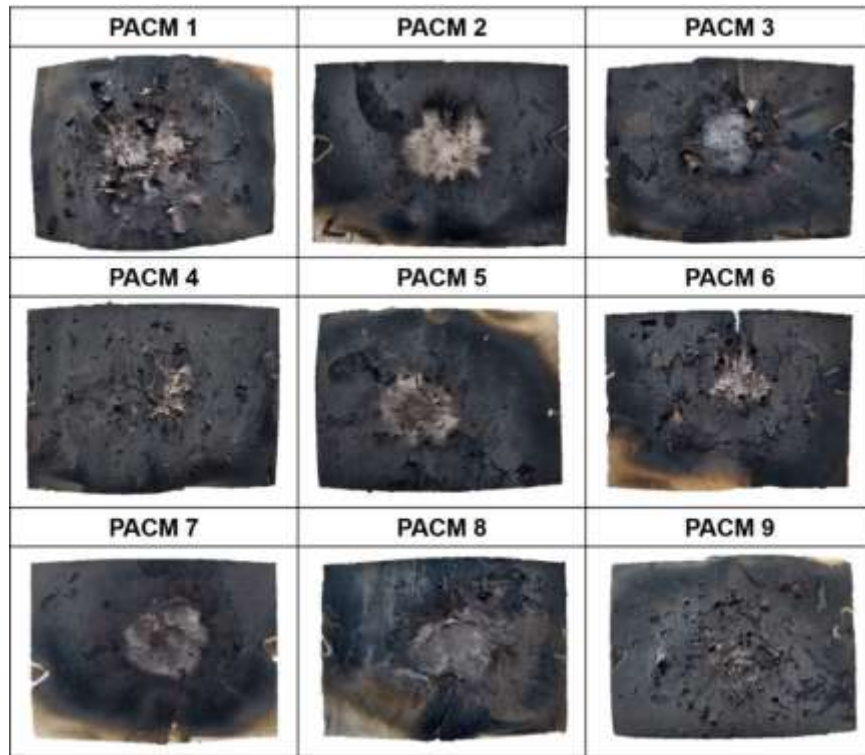


Fig. 8. Inspección visual de la zona térmicamente afectada por el calor (ZTA); incidencia directa de la llama.

Por su parte, la Figura 9 muestra el nivel de deterioro de la cara opuesta a la llama, en donde se destaca que, para los PACM-2 y PACM-5, la ZTA es menor si se compara con los demás compuestos. Al respecto, cuando las placas de PACM_s son expuestas a la llama directa, el calor se transfiere al material por fenómenos de conducción, convección y radiación, por lo cual, una menor ZTA en la cara opuesta a la incidencia de la llama es una medida indirecta de una baja conductividad térmica del material. Este hallazgo está correlacionado con los índices de aislamiento reportados por estos mismos compuestos en la Figura 6 y Tabla 2.

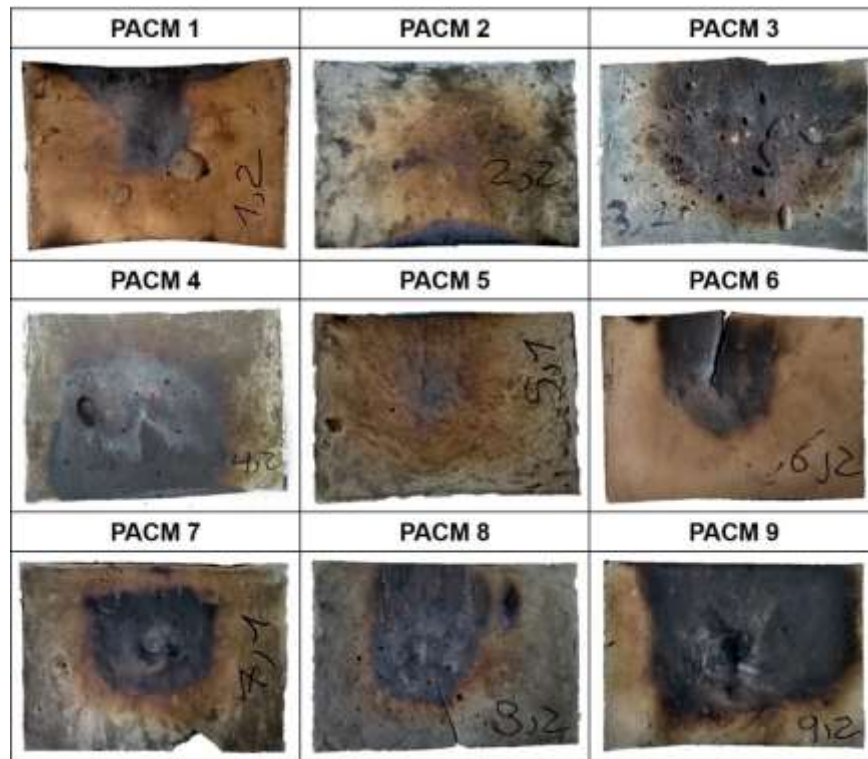


Fig. 9. Inspección visual de la zona térmicamente afectada por el calor (ZTA) en la cara opuesta a la incidencia de la llama.

La Figura 10 presenta el análisis microestructural realizado por medio de la técnica MEB al PACM-2; compuesto que, en general, demostró el mejor desempeño ablativo entre los PACM_s desarrollados. En la parte superior se puede observar el PACM antes de ser sometido al ensayo de llama directa; en esta imagen se aprecia una matriz homogénea, una adecuada distribución de los refuerzos (*fillers* y fibra de vidrio) y la presencia de algunos poros de tamaño inferior a las $\sim 100 \mu\text{m}$. Posterior al ensayo ablativo, fue posible corroborar la degradación térmica que sufre la matriz de resina poliéster al ser expuesta al ambiente severo. En efecto, se puede corroborar la microestructura que presenta la capa carbonosa formada entre la superficie exterior y la zona de pirolisis, así como el efecto positivo de la incorporación de las fibras cortas de vidrio en cuanto a la retención y control del agrietamiento (puenteo de las fisuras) de esta capa frágil. Complementariamente, la incorporación de la fibra de vidrio reduce los fenómenos de contracción y expansión térmica producto de la acumulación de los gases atrapados durante la

pirolisis, al mismo tiempo que controla la delaminación como consecuencia de la acumulación de presión en los poros de la matriz.

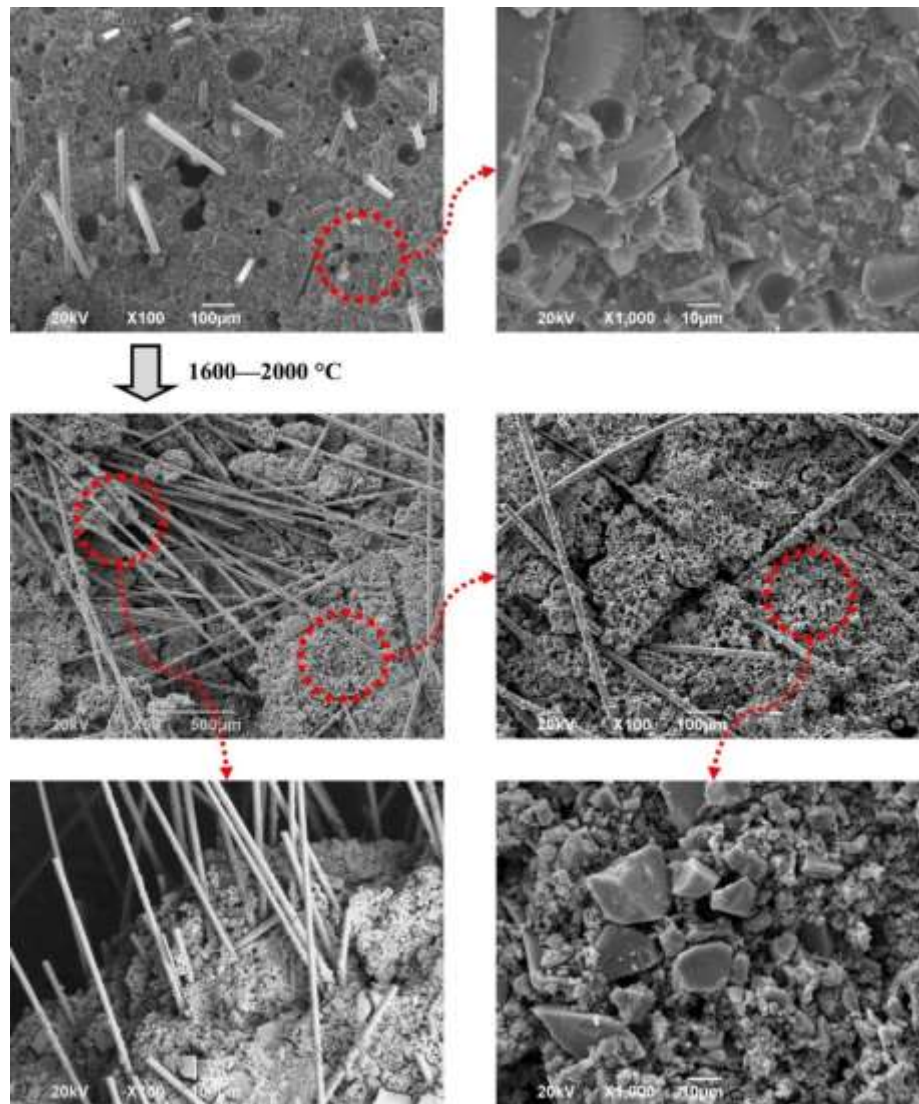


Fig. 10. Análisis microscópico del comportamiento ablativo de los PACMs.

Por su parte, en el MEB fue posible observar que los *fillers* se mantienen aglomerados en la matriz carbonizada, permitiendo que el proceso de ablación se lleve a cabo y que el material continúe absorbiendo calor de forma endotérmica, a pesar del grado de deterioro observado en la matriz de resina poliéster. Durante la exposición a altos flujos de calor, estos *fillers* aglomerados se comportan de manera refractaria, actuando como una barrera térmica protectora capaz de reducir la tasa

de pirolisis. Gracias a su baja conductividad, esta capa funciona como barrera térmica y ralentiza el avance del frente de calor, siempre y cuando se mantenga adherida al compuesto, tal y como fue el caso de los PACM_s desarrollados en este estudio.

C. Aplicación de los PACM_s: desarrollo y prueba de una tobera de propulsión para cohetes tipo sonda

Con base en los desempeños físico-mecánicos y comportamientos ablativos reportados por los PACM_s, se eligieron los PACM-2 y PACM-5 como los compuestos óptimos y su aplicación fue validada en la manufactura de componentes de propulsión tipo toberas de motor-cohete. El perfil térmico alcanzado por las toberas PACM-2 y PACM-5 durante la prueba estática de combustión real (~90 s) se puede observar en la Figura 11.

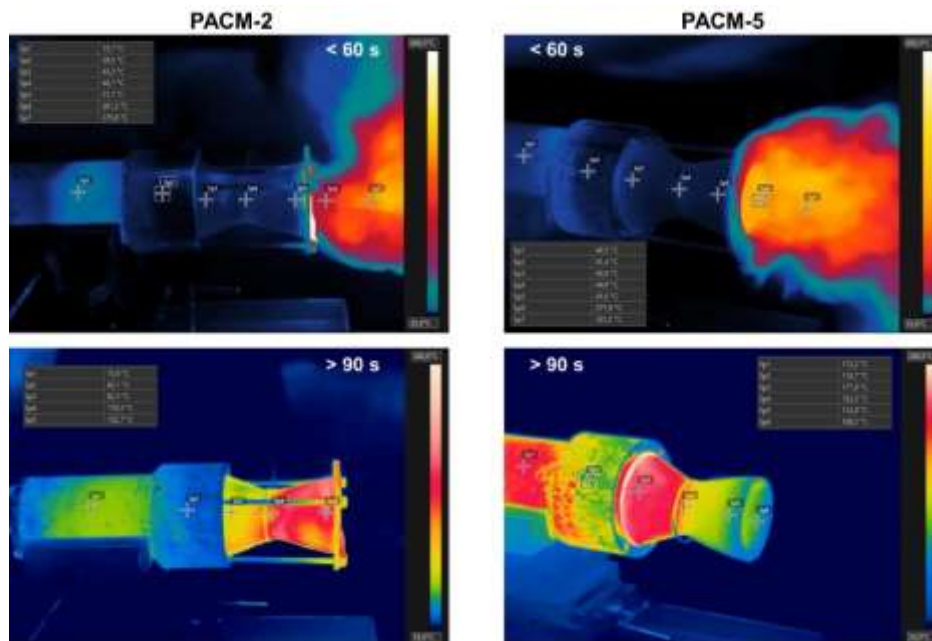


Fig. 11. Perfil térmico de las toberas (PACM-2 y PACM-5) durante (superior) y posterior a la prueba estática de combustión real (inferior).

Durante la combustión del motor-cohete (<60 s), las temperaturas (Sp3, Sp4 y Sp5) registradas en las toberas fueron de entre 43.3-51.7°C y 41.0-44.9°C para el PACM-2 y PACM-5, respectivamente. Posterior a los 90 s y, una vez finalizada la

combustión, estas temperaturas alcanzaron valores entre 92.5-152.7°C y 108.2-152.5°C para el PACM-2 y PACM-5, respectivamente. Cabe resaltar que el propelente sólido tipo Candy KNSu utilizado en esta prueba presenta temperaturas de combustión de entre 1350-1450°C [20]. Por su parte, las temperaturas (Sp6 y Sp7) de los gases de propulsión oscilaron entre 331.2-375.6°C. La Figura 12 muestra la inspección visual realizada sobre las toberas posterior a la prueba de combustión, en donde se puede corroborar el adecuado desempeño ablativo que presentan los PACM_s bajo condiciones reales de servicio.

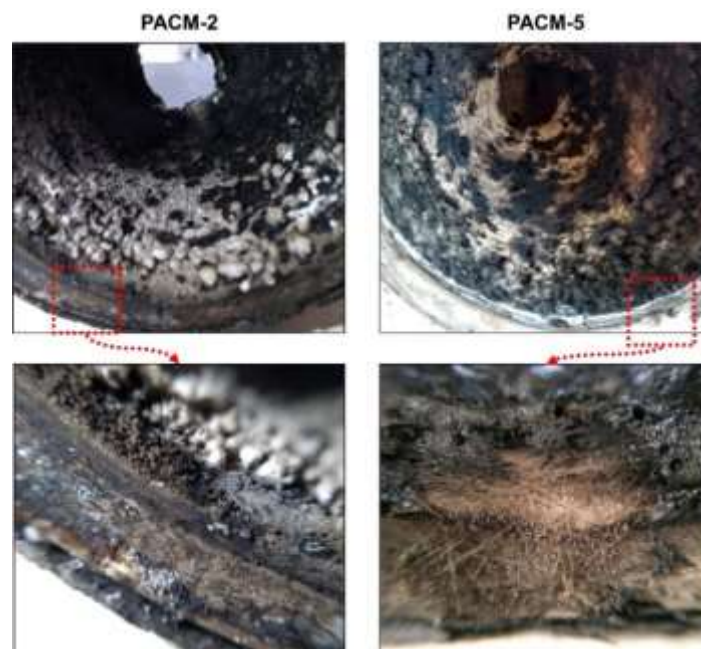


Fig. 12. Inspección visual de las toberas (PACM-2 y PACM-5) posterior a la prueba estática de combustión real.

IV. CONCLUSIONES

Se demostró la posibilidad de producir sistemas de protección térmica y PACM_s a partir de materiales de fácil adquisición (resina poliéster y fibra de vidrio) y altos contenidos de sub-productos industriales (escoria siderúrgica (ES), escoria de aluminio (EA), escoria de fundición (EF) y residuo cerámico (RC)).

Los resultados obtenidos demostraron que el tipo de *filler* incorporado tiene un efecto directo sobre la densidad y el comportamiento aislante (ablativo) de los PACM_s. Respecto a la densidad, se demostró que la EA promovió los valores más

bajos (PACM-3= 1698 kg/m³ y PACM-8= 1760 kg/m³). En contraste, la ES y el RC promovieron los mayores niveles de aislamiento térmico y desempeño ablativo de los PACM_s, con una reducción de la temperatura de la llama incidente (~2000°C) en la cara opuesta de hasta un 92.9% (PACM-2= 141.6°C) y 87.8% (PACM-5= 232.2°C) y pérdidas de peso de tan solo el 8.5 y 8.7 % para los PACM-2 y PACM-5, respectivamente. Adicionalmente, estos compuestos presentaron el menor grado de degradación en las zonas térmicamente afectadas por el calor, al mismo tiempo que no sufrieron fenómenos de agrietamiento o pandeo. Por su parte, se pudo demostrar que la incorporación de un 3% de fibra corta de vidrio permitió controlar la delaminación de la capa carbonizada formada por la degradación térmica (pirolisis) de la matriz de resina poliéster, garantizando así que los procesos de ablación térmica de los PACM_s se llevaran a cabo de manera efectiva. Estos desempeños permitieron la aplicación real de los PACM_s óptimos en la fabricación de componentes de propulsión tipo toberas de motor-cohete.

Los resultados obtenidos promueven el desarrollo de una línea de investigación en PACM_s con la validación de otros tipos de refuerzos (particulados y fibras) y su aplicación directa en la manufactura de componentes de propulsión, en respuesta a una necesidad específica de la industria aeroespacial y en especial de la Fuerza Aérea Colombiana (FAC). Sin embargo, cabe destacar que este tipo de materiales compuestos ablativos pueden ser utilizados en otros campos de aplicación relacionados con la manufactura de piezas en la industria automotriz y desarrollo de sistemas de protección térmica para máquinas y/o equipos industriales.

CONTRIBUCIÓN DE LOS AUTORES

Díaz y Patiño ejecutaron la metodología de la investigación bajo la co-dirección permanente de Robayo y Portocarrero (investigadores principales). La recopilación, análisis de la información y redacción del manuscrito estuvo a cargo de Robayo.

FINANCIAMIENTO

El proyecto fue financiado por la Escuela Militar de Aviación (EMAVI) de la Fuerza Aérea Colombiana (FAC).

AGRADECIMIENTOS

A la Sección de Investigación de la EMAVI y al Grupo Académico (GRUAC) por el apoyo brindado durante el desarrollo de esta investigación en el marco del proyecto “FACSON-1: Desarrollo y construcción de prototipo a escala de cohete sonda con fines científicos, tecnológicos y militares basado en tecnología colombiana”.

REFERENCIAS

- [1] S. Tang and C. Hu, “Design, Preparation and Properties of Carbon Fiber Reinforced Ultra-High Temperature Ceramic Composites for Aerospace Applications: A Review,” *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 33 (2), pp. 117-130, Feb. 2017. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2016.08.004>
- [2] L. Mohan Kumar, K. M. Usha, E. N. Anandapadmanabhan, and P. Chakravarthy, “Effect of fibre orientation on the properties and functional performance of ablative materials for solid rocket motors,” *Transactions of the Indian Institute of Metals*, vol. 70, pp. 2407-2413, 2017. <https://doi.org/10.1007/s12666-017-1102-1>
- [3] M. Natali, J. M. Kenny, and L. Torre, “Science and technology of polymeric ablative materials for thermal protection systems and propulsion devices : A review,” *Progress in Materials Science*, vol. 84, pp. 192-275, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2016.08.003>
- [4] P. J. Astola, M. A. Rodríguez, F. J. Botana, and L. González-Rovira, “Caracterización de elementos de protección térmica de materiales compuestos mediante análisis térmicos,” *Revista de la Asociación Española de Matereriales Compuestos*, vol. 2 (4), pp. 34-41, 2017.
- [5] G. Pulci, L. Paglia, V. Genova, C. Bartuli, T. Valente, and F. Marra, “Low density ablative materials modified by nanoparticles addition: Manufacturing and characterization,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 109, pp. 330-337, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.03.025>
- [6] E. S. Rodríguez, “Desarrollo de materiales compuestos avanzados basados en fibras de carbono para la industria aeroespacial,” *Anales de la Academia Nacional de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales de Buenos Aires*, vol. 64, pp. 87-92, 2012.
- [7] G. P. Sutton, and O. Biblarz, *Rocket Propulsion Elements*, 8th Edi. New Jersey: John Wiley & Sons, 2010.
- [8] M. L. Aranzazu Rios, V. P. Muñoz Cárdenas, M. J. Giraldo, Cárdenas, G. H. Gaviria, and F. A. González Rojas, “Modelos cinéticos de degradación térmica de polímeros: una revision,” *Revista Ingenierías Universidad de Medellín*, vol. 12 (23), pp. 113-130, 2013. <https://doi.org/10.22395/rium.v12n23a9>
- [9] A. Harpale, S. Sawant, R. Kumar, D. Levin, and H. B. Chew, “Ablative thermal protection systems: Pyrolysis modeling by scale-bridging molecular dynamics,” *Carbon*, vol. 130, pp. 315-324, Apr. 2018. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2017.12.099>
- [10] A. Krzyzak, W. Kucharczyk, J. Gaska, and R. Szczepaniak, “Ablative test of composites with epoxy resin and expanded perlite,” *Composite Structures*, vol. 202, pp. 978-987, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2018.05.018>
- [11] L. Asaro, L. B. Manfredi, S. Pellice, R. Procaccini, and E. S. Rodriguez, “Innovative ablative fire resistant composites based on phenolic resins modified with mesoporous silica particles,” *Polymer Degradation and Stability*, vol. 144, pp. 7-16, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2017.07.023>

- [12] D. Quiñonez, Y. Lizcano, C. Vaquez, J. Maldonado, and J. Portocarrero, "Construcción y evaluación de una tobera a escala menor basada en material compuesto para cohetes de órbita baja," *Revista Inge@UAN*, vol. 2 (4), pp. 13-21, 2012.
- [13] W. Kucharczyk, D. Dusiński, W. Żurowski, and R. Gumiński, "Effect of composition on ablative properties of epoxy composites modified with expanded perlite," *Composite Structures*, vol. 183, pp. 654-662, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.08.047>
- [14] A. Turchi, D. Bianchi, F. Nasuti, and M. Onofri, "A numerical approach for the study of the gas–surface interaction in carbon–phenolic solid rocket nozzles," *Aerospace Science and Technology*, vol. 27 (1), pp. 25-31, Jun. 2013. <https://doi.org/10.1016/j.ast.2012.06.003>
- [15] L. Torre, J. M. Kenny, G. Boghetich, and A. Maffezzoli, "Degradation Behaviour of a Composite Material for Thermal Protection Systems. Part III Char Characterization," *Journal of Materials Science*, vol. 35, pp. 4563-4566, 2000. <https://doi.org/10.1023/A:1004828923152>
- [16] V. Ramanjaneyulu, V. Balakrishna Murthy, R. Chandra Mohan, and C. Naga Raju, "Analysis of Composite Rocket Motor Case using Finite Element Method," *Materials Today Proceedins*, vol. 5 (2), pp. 4920-4929, Jan. 2018. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.12.069>
- [17] J. Maldonado Villa, J. Portocarrero Hermann, C. Rodríguez Adaime, J. J. Valbuena Cocunubo, and M. E. Acuña Lizarazo, "Evaluación del comportamiento térmico de materiales compuestos de matriz polimérica en prototipos de toberas para cohetes de órbita baja," *Revista Científica General José María Córdova*, vol. 12 (13), pp. 275-290, 2014. <https://doi.org/10.21830/19006586.163>
- [18] X. He, Y. Shi, C. Kang, and T. Yu, "Analysis and control of the compaction force in the composite prepreg tape winding process for rocket motor nozzles," *Chinese Journal of Aeronautics*, vol. 30 (2), pp. 836-845, Apr. 2017. <https://doi.org/10.1016/j.cja.2016.07.004>
- [19] R. Nakka, *Richard Nakka's Experimental Rocketry*, 1997. <http://www.nakka-rocketry.net/>
- [20] R. Nakka, "Solid propellant rocket motor desing and testing," Mechanical Engineering Thesis, University of Manitoba, Manitoba, Canada, 1984.