### UNIVERSIDADE DE CAXIAS DO SUL

# PÓS-GRADUAÇÃO STRICTO SENSU - MESTRADOS E DOUTORADOS PROGRAMA DE PÓS – GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS

GABRIEL RUI

## ESTUDO DE REVESTIMENTOS APLICADOS EM UM BOCAL DE MINIFOGUETE A PROPELENTE SÓLIDO UTILIZANDO A TÉCNICA DE *ION PLATING*

CAXIAS DO SUL

#### **GABRIEL RUI**

## ESTUDO DE REVESTIMENTOS APLICADOS EM UM BOCAL DE MINIFOGUETE A PROPELENTE SÓLIDO UTILIZANDO A TÉCNICA DE *ION PLATING*

Dissertação apresentada ao programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais da Universidade de Caxias do Sul, visando a obtenção do grau de Mestre em Engenharia e Ciência dos Materiais. Orientador: Prof. Dr. César Aguzzoli

## CAXIAS DO SUL 2024

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) Universidade de Caxias do Sul Sistema de Bibliotecas UCS - Processamento Técnico

R934e Rui, Gabriel

Estudo de revestimentos aplicados em um bocal de minifoguete a propelente sólido utilizando a técnica de *ion plating* [recurso eletrônico] / Gabriel Rui. – 2024.

Dados eletrônicos.

Dissertação (Mestrado) - Universidade de Caxias do Sul, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais, 2024. Orientação: César Aguzzoli. Modo de acesso: World Wide Web Disponível em: https://repositorio.ucs.br

1. Materiais - Testes. 2. Resistência de materiais. 3. Revestimentos. 4. Filmes finos. 5. Motores de foguetes. I. Aguzzoli, César, orient. II. Título.

CDU 2. ed.: 620.1

Catalogação na fonte elaborada pela(o) bibliotecária(o) Ana Guimarães Pereira - CRB 10/1460

#### **GABRIEL RUI**

## ESTUDO DE REVESTIMENTOS APLICADOS EM UM BOCAL DE MINIFOGUETE A PROPELENTE SÓLIDO UTILIZANDO A TÉCNICA DE *ION PLATING*

Dissertação apresentada ao programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais da Universidade de Caxias do Sul, visando a obtenção do grau de Mestre em Engenharia e Ciência dos Materiais. Orientador: Prof. Dr. César Aguzzoli

**Banca Examinadora** 

Prof. Dr. Alexandre Fassini Michels Universidade de Caxias do Sul

Prof. Dr. Matheus Poletto Universidade de Caxias do Sul

Prof. Dr. Dawson Tadeu Izola Centro Universitário Hermínio Ometto – FHO|Uniararas

#### AGRADECIMENTOS

Agradeço à minha família que contribuiu muito nesta etapa importante da minha vida acadêmica.

Agradeço a empresa Tech For Brasil, na pessoa de Juliano Carteri pelo apoio na fabricação dos componentes necessários para o desenvolvimento do projeto como um todo e pelo auxílio prestado nos ensaios estáticos.

Agradeço ao Professor Dr. César Aguzzoli por todo o apoio como orientador durante todo o desenvolvimento do projeto e pelas caracterizações, neste sentido agradeço também ao LCMIC (Laboratório Central de Microscopia - UCS) pela disponibilidade dos recursos para a realização dos ensaios de caracterização.

Agradeço ao Engenheiro eletrônico Francisco Teloken pelo desenvolvimento do sistema de aquisição de dados da bancada de ensaios estáticos.

Agradeço ao Professor Dr. Matheus Poletto pelo auxílio na produção do propelente como um todo.

Agradeço a Profa. Dra. Janete Eunice Zorzi e a discente de doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais, Ana Elisa Dotta Maddalozzo pelo auxílio no ensaio de microabrasão.

Agradeço a equipe *Phoenix Rocket Team* por todo o apoio no desenvolvimento do projeto e pelo fornecimento dos equipamentos para os testes.

Agradeço a CAPES (Fundação Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) pelo auxílio durante todo o meu mestrado.

Agradeço a todos que contribuíram de uma forma ou outra no auxílio ao projeto.

A todos o meu muito obrigado!

#### **RESUMO**

A escolha de materiais para fabricação de bocais utilizados em motores de foguete é um tema complexo, pois os bocais são submetidos a elevadas temperaturas que causam deformação plástica, até mesmo desintegração do bocal. Neste sentido, este trabalho tem como objetivo mitigar a variação dimensional nos bocais proveniente da deformação plástica, utilizando revestimentos e material de substrato que ampliem a vida útil dos bocais como um todo. Neste sentido, a solução apresentada neste trabalho, inclui a utilização do processo de deposição por ion plating, sendo esta uma técnica ambientalmente correta para realizar a deposição dos revestimentos. Como materiais de revestimento utilizou-se a zircônia parcialmente estabilizada com 3% em mol de ítria (3Y-PSZ) e o carbeto de boro ( $B_4C$ ) sendo a espessura aproximada de ambos os revestimentos de 500 nm. Como materiais de substrato foram empregados o AISI 304 e o Thermodur 2367 EFS. Foram fabricados 18 bocais, sendo 9 para cada substrato, onde foram realizadas 6 configurações distintas: 3 bocais de AISI 304 revestidos de B<sub>4</sub>C, 3 bocais de AISI 304 revestidos de 3Y-PSZ, 3 bocais de AISI 304 sem revestimento, 3 bocais de Thermodur 2367 EFS revestidos de B<sub>4</sub>C, 3 bocais de Thermodur 2367 EFS revestidos de 3Y-PSZ e 3 bocais de Thermodur 2367 EFS sem revestimento. Foram realizados 54 ensaios estáticos sendo 3 para cada configuração. Com a realização do estudo, evidenciou-se que a utilização do Thermodur 2367 EFS como material de substrato se mostrou competente frente ao AISI 304 uma vez que impôs uma variação dimensional 85,37% menor, deste modo a sua utilização como material de substrato para fabricação de bocais em minifoguetes experimentais se torna promissora. A utilização dos revestimentos se mostrou eficaz na diminuição da variação dimensional em ambos os substratos no primeiro ensaio. A partir do segundo ensaio o carbeto de boro apresentou perca no desempenho, em contrapartida o revestimento 3Y-PSZ demonstrou a partir do segundo ensaio, um desempenho superior ao carbeto de boro. Ao final dos terceiros ensaios, em ambos os substratos o desempenho é similar ao nível estatístico, porém em virtude da perda de desempenho do carbeto de boro, acarreta em um indicativo que torna a utilização da 3Y-PSZ mais promissora em ambos os substratos, neste sentido, a melhor configuração observada neste estudo é o Thermodur 2367 EFS como substrato e a zircônia parcialmente estabilizada com 3% em mol de ítria (3Y-PSZ) como revestimento.

Palavras-chave: minifoguete de alta potência, minifoguete experimental, bocal, propelente sólido, *ion plating*, B<sub>4</sub>C, zircônia, Thermodur 2367 EFS.

#### ABSTRACT

The choice of materials for manufacturing nozzles used in rocket engines is a complex topic, as nozzles are subjected to high temperatures that cause plastic deformation, even disintegration of the nozzle. In this sense, this work aims to mitigate the dimensional variation in nozzles arising from plastic deformation, using coatings and substrate material that extend the useful life of the nozzles as a whole. In this sense, the solution presented in this work includes the use of the ion plating deposition process, which is an environmentally correct technique for carrying out the deposition of coatings. As coating materials, zirconia partially stabilized with 3 % mol yttria (3Y-PSZ) and boron carbide (B<sub>4</sub>C) were used, with the approximate thickness of both coatings being 500 nm. AISI 304 and Thermodur 2367 EFS were used as substrate materials. 18 nozzles were manufactured, 9 for each substrate, where 6 different configurations were made: 3 AISI 304 nozzles coated with B<sub>4</sub>C, 3 AISI 304 nozzles coated with 3Y-PSZ, 3 AISI 304 nozzles without coating, 3 Thermodur 2367 EFS nozzles coated with B<sub>4</sub>C, 3 Thermodur 2367 EFS nozzles coated with 3Y-PSZ and 3 uncoated Thermodur 2367 EFS nozzles. 54 static tests were carried out, 3 for each configuration. By carrying out the study, it was evident that the use of Thermodur 2367 EFS as a substrate material proved to be competent compared to AISI 304 since it imposed an 85.37% smaller dimensional variation, thus its use as a substrate material for manufacturing nozzles in experimental high power rocketry becomes promising. The use of coatings proved to be effective in reducing the dimensional variation on both substrates in the first test. From the second test onwards, boron carbide showed a loss in performance, on the other hand, the 3Y-PSZ coating demonstrated, from the second test onwards, superior performance to boron carbide. At the end of the third tests, on both substrates the performance is similar at a statistical level, however due to the loss of performance of boron carbide, this results in an indication that makes the use of 3Y-PSZ more promising on both substrates. In this sense, the best configuration observed in this study is Thermodur 2367 EFS as substrate and zirconia partially stabilized with 3 % mol yttria (3Y-PSZ) as coating.

Palavras-chave: high power rocketry, model rocket, nozzle, solid propellant, ion plating,  $B_4C$  zirconia, Thermodur 2367 EFS.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Empuxo – Tempo	25
Figura 2 – Tipos de bocais	26
Figura 3 – Bocal Cônico Seção Convergente/Divergente	27
Figura 4 – Geometria do bocal através da planilha SRM 2014	28
Figura 5 – Perfil de transferência de calor no contorno de um motor foguete	29
Figura 6 – Revestimento de barreira térmica	31
Figura 7 – Fases cristalinas da zircônia pura	33
Figura 8 – Zircônia estabilizada com ítria	34
Figura 9 - Diagrama de fases da zircônia estabilizada com ítria (Y-PSZ)	35
Figura 10 - Efeito do teor de ítria na condutividade térmica da YSZ	36
Figura 11 – Carbeto de boro revestindo bocais de foguete	39
Figura 12 - Estrutura da célula unitária romboédrica do carbeto de boro	40
Figura 13 – Condutividade térmica de três classes principais de aços inoxidáveis	47
Figura 14 - Efeito do teor de cromo na escala de resistência (982 °C)	48
Figura 15 – Deformações no revenimento	53
Figura 16 – Diagrama de Ishikawa do bocal	55
Figura 17 – Geometria do bocal utilizado	56
Figura 18 – Fluxograma do estudo	57
Figura 19 – Propep	58
Figura 20 – Amostras para análise XRF – AISI 304	59
Figura 21 – Amostras para análise XRF – Thermodur 2367 EFS	60
Figura 22 – Usinagem dos bocais	61
Figura 23 – Bocais e amostras de Thermodur 2367 EFS pós tratamento térmico	61
Figura 24 – Dispositivo de deposição <i>ion plating</i>	64

Figura 25 – Dispositivo para colocação das peças no equipamento de ion plating	64
Figura 26 – Bocais utilizados no estudo	65
Figura 27 – Bocais de AISI 304 revestidos	65
Figura 28 – Bocais de Thermodur 2367 EFS revestidos	66
Figura 29 – Bocais de Thermodur 2367 EFS e AISI 304 não revestidos	66
Figura 30 – Calotest CSM	68
Figura 31 – Ensaio de microabrasão	68
Figura 32 – Bancada de ensaios estáticos	69
Figura 33 – Calibração pirômetro óptico Impac IGA 310 MB15	70
Figura 34 – Calibração pirômetro óptico Optris CT 3MH – CF	70
Figura 35 – Fluxograma do sistema de aquisição de dados da bancada de ensaios estáticos	72
Figura 36 – IHM – Sistema de aquisição de dados da bancada de ensaios estáticos	73
Figura 37 – Motor desmontado previamente ao ensaio estático	74
Figura 38 – Motor montado para posterior ensaio estático	74
Figura 39 – Bocal pós teste e lixado	76
Figura 40 – Região do bocal medida pelos pirômetros	76
Figura 41 – Região analisada para medição dos bocais	77
Figura 42 – Medição da espessura do revestimento $B_4C$	84
Figura 43 – Medição da espessura do revestimento 3Y-PSZ	85
Figura 44 – Crateras resultantes do ensaio de microabrasão AISI 304	87
Figura 45 – Crateras resultantes do ensaio de microabrasão Thermodur 2367 EFS	87
Figura 46 – Empuxo e pressão interna em função do tempo	88
Figura 47 – Intersecção das curvas dos pirômetros – Temperatura em função do tempo	88
Figura 48 – Curvas dos pirômetros – Temperatura em função do tempo	89
Figura 49 – Curvas mescladas dos pirômetros – Temperatura em função do tempo	89
Figura 50 – Bocal 01-SS-061123	.109

Figura 51 – Ensaio 01 – Bocal 01-SS-061123	109
Figura 52 – Bocal 02-SS-061123	110
Figura 53 – Bocal 08-SS-061123	110
Figura 54 – Bocal 03-SS-061123	111
Figura 55 – Bocal 06-SS-061123	111
Figura 56 – Bocal 07-SS-061123	112
Figura 57 – Bocal 04-SS-061123	113
Figura 58 – Bocal 05-SS-061123	113
Figura 59 – Bocal 09-SS-061123	113
Figura 60 – Bocal 03-TH-171123	114
Figura 61 – Bocal 05-TH-171123	114
Figura 62 – Bocal 07-TH-171123	115
Figura 63 – Bocal 01-TH-171123	116
Figura 64 – Bocal 02-TH-171123	116
Figura 65 – Bocal 09-TH-171123	116
Figura 66 – Bocal 04-TH-171123	
Figura 67 – Bocal 06-TH-171123	
Figura 68 – Bocal 08-TH-171123	
Gráfico 1 – Comprimento total de trincas em mm de aços para trabalho a quente	52
Gráfico 2 – Coeficientes de desgaste K	86
Gráfico 3 – Dados ensaios estáticos 01	90
Gráfico 4 – Fatores F – Ensaios estáticos 01	91
Gráfico 5 – Fatores F – Ensaios estáticos 01 – Empuxo médio	92
Gráfico 6 – Média das variações dimensionais – Ensaios estáticos 01	93
Gráfico 7 – F calculado Ensaios estáticos 01 – Variação dimensional	94

Gráfico 8 – Dados ensaios estáticos 0295
Gráfico 9 – F calculado Ensaios estáticos 0296
Gráfico 10 – F calculado Ensaios estáticos 02 – Empuxo médio96
Gráfico 11 – Variação dimensional pós ensaios estáticos 01 – pós ensaios estáticos 0297
Gráfico 12 – F calculado – Variações dimensionais pós ensaios estáticos 01 – pós ensaios estáticos 02
Gráfico 13 – Dados ensaios estáticos 0399
Gráfico 14 – Fator F calculado – Ensaios estáticos 03100
Gráfico 15 – F calculado – Empuxo médio – Ensaios estáticos 03101
Gráfico 16 – Variação dimensional – pós ensaios estáticos 02 – pós ensaios estáticos 03101
Gráfico 17 – F calculado – Variação dimensional – Ensaios estáticos 03102
Gráfico 18 – Variação dimensional dos bocais pré ensaios estáticos 01 – pós ensaios estáticos 03
Gráfico 19 – Fator F - Variação dimensional pré ensaios estáticos 01 – pós ensaios estáticos 03
Gráfico 20 – Contrastes das médias das variações dimensionais – pré ensaios estáticos 01 – pós ensaios estáticos 03105

### LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Classificação dos motores de foguetes segundo a NAR24
Tabela 2 - Materiais para TBC e suas características
Tabela 3 – Parâmetros de rede da zircônia
Tabela 4 - Propriedades – 3Y – PSZ
Tabela 5 – Propriedades de alguns materiais para revestimento de barreira térmica
Tabela 6 – Temperaturas máximas sugeridas46
Tabela 7 – Composição química do AISI 304, % m49
Tabela 8 – Composição química (% m) Thermodur 2367 EFS (DIN 1.2367)51
Tabela 9 – Temperaturas de revenimento para a determinação da dureza (Thermodur 2367 EFS) 53
Tabela 10 – Faixa de temperatura para o coeficiente de expansão térmica (Thermodur 2367 EFS)
Tabela 11 – Condutividade térmica (Thermodur 2367 EFS)54
Tabela 12 – Configurações dos bocais analisados62
Tabela 13 – XRF AISI 30481
Tabela 14 – XRF Thermodur 2367 EFS82
Tabela 15 - Composição química AISI 30483
Tabela 16 - Composição química Thermodur 2367 EFS83
Tabela 17 – Espessura dos revestimentos MEV84
Tabela 18 – Dados gerais – Ensaios estáticos 0190
Tabela 19 – Diâmetro dos bocais92
Tabela 20 – Dados gerais – Ensaios estáticos 0295
Tabela 21 – Dados gerais – Ensaios estáticos 0399
Tabela 22 – Variação dimensional bocais pré ensaios estáticos 01 – pós ensaios estáticos 03103

Tabela A-1 – Dados gerais dos ensaios estáticos dos bocais - Ensaios 01	.140
Tabela A-2 – Dados gerais dos ensaios estáticos dos bocais - Ensaios 02	.141
Tabela A-3 – Dados gerais dos ensaios estáticos dos bocais - Ensaios 03	.142

## LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

AISI	American Iron and Steel Institute
ASTM	American Society for Testing and Materials
BAR	Brazilian Association of Rocketry
BSE	Backscattered electrons
CAPES	Fundação Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior
CARVI	Campus da Região dos Vinhedos
CFD	Computational fluid dynamics
COV	Compostos orgânicos voláteis
CVD	Chemical Vapor Deposition
EFS	Single melt extra fine structure
FUNCATE	Fundação de Ciência, Aplicações e Tecnologia Espaciais
FEG	Field Emission Gun
FSZ	Full stabilized zirconia
GPa	Gigapascal
LCMIC	Laboratório Central de Microscopia
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
MFE	Minifoguete experimental
MPa	Megapascal
NAR	National Association of Rocketry
ODSs	Objetivos de desenvolvimento sustentável
ONU	Organização das Nações Unidas
Pa	Pascal
PVD	Physical Vapor Deposition
SE	Secondary electrons
SRM	Solid Rocket Motor
TBC	Thermal Barrier Coating
TGO	Thermal Grown Oxide
UCS	Universidade de Caxias do Sul
XRF	Espectroscopia de fluorescência de raios X

## LISTA DE SÍMBOLOS

KNSu	Nitrato de potássio ( $KNO_3$ )/sacarose ( $C_{12}H_{22}O_{11}$ )
3Y-PSZ	Zircônia parcialmente estabilizada com 3% em mol de ítria
B <sub>4</sub> C	Carbeto de boro
nm	nanômetro
Ν	Newton
Κ	Kelvin
KNDX	Nitrato de potássio/Dextrose
KNSB	Nitrato de potássio/Sorbitol
Isp	Impulso específico (s)
km	Quilômetro
I <sub>t</sub>	Impulso total (N.s)
Dc	Diâmetro interno da câmara de combustão (mm)
Dt	Diâmetro da garganta do bocal (mm)
De	Diâmetro de saída do bocal (mm)
De opt	Diâmetro ideal da saída do bocal (mm)
Lc	Comprimento de convergência (mm)
Ld	Comprimento de divergência (mm)
Lo	Comprimento total (mm)
$T_t$	Temperatura da garganta (K)
$T_1$	Temperatura da câmara de combustão (K)
k	Razão de calores específicos (-)
YSZ	Yttria Stabilized Zirconia
CeO <sub>2</sub>	Óxido de cério
$La_2Zr_2O_7$	Zirconato de lantânio
ZrO <sub>2</sub>	Zircônia
SiO <sub>2</sub>	Sílica
$Zr^{4+}$	Cátion tetravalente de zircônio
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Óxido de ítrio
μm	Micrômetro

Tenacidade à fratura (MP $am^{\frac{1}{2}}$ )
Óxido de alumínio
Carbeto de silício
Coeficiente de desgaste (x $10^{-12} mm^2/N$ )
Diâmetro da cratera de desgaste (mm)
Distância de deslizamento (mm)
Força normal na amostra (N)
Diâmetro da esfera (mm)
Cobre-cromo
Resistência elétrica (ohm)

## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	
1.1	TEMA	20
1.2	JUSTIFICATIVA	20
1.3	OBJETIVOS	21
1.3.1	Objetivo geral	21
1.3.2	Objetivos específicos	21
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	22
2.1 PA	ANORAMA GERAL SOBRE FOGUETES	22
2.1.1	Minifoguetes	23
2.2 BC	DCAL	25
2.3 TI	RANSFERÊNCIA DE CALOR EM BOCAIS	
2.4 RI	EVESTIMENTOS TÉRMICOS EM BOCAIS	29
2.4.1	Revestimentos de barreira térmica	
2.5 M	ATERIAIS PARA REVESTIMENTO TÉRMICO	
2.5.1	Zircônia	32
2.5.2	Carbeto de Boro (B4C)	
2.6	REVESTIMENTO DE FILMES FINOS	
2.7 M	ATERIAIS PARA BOCAIS DE FOGUETES	44
2.7.1	Aços inoxidáveis	45
2.7.1.	1 Aços inoxidáveis em altas temperaturas	46
2.7.1.	2 Aço inoxidável Austenítico AISI 304	
2.7.2	Ligas especiais	49
2.8 ES	STUDO DE CASO PHOENIX ROCKET TEAM	54
2.9 TI	RABALHOS CORRELATOS	55
3 MA	TERIAIS E MÉTODOS	56
3.1 CO	ONSIDERAÇÕES INICIAIS	56
3.2 ES	SPECTRÔMETRO DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X	59
3.3 TI	RATAMENTO TÉRMICO DOS BOCAIS	60

3.4 REVESTIMENTO DOS BOCAIS	62
3.5 MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA (MEV)	67
3.6 ENSAIO DE MICROABRASÃO	67
3.7 ENSAIOS ESTÁTICOS	
3.7.1 Calibração da emissividade dos pirômetros	69
3.7.2 Sistema de aquisição de dados da bancada de ensaios estáticos	70
3.7.3 Metodologia de fabricação do propelente sólido	73
3.7.4 Metodologia dos ensaios estáticos	74
3.7.5 Análise de dados dos ensaios estáticos	77
3.7.5.1 Análise de variância unidirecional	78
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	81
4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS E BOCAIS	81
4.1.1 Análise espectrômetro de fluorescência de raios x	81
4.1.2 Espessura dos revestimentos – MEV	84
4.1.3 Resultados coeficientes de desgaste K	85
4.2 DADOS DOS ENSAIOS ESTÁTICOS	87
4.2.1 Análise dos resultados ensaios estáticos 01	
4.2.2 Análise dos resultados ensaios estáticos 02	95
4.2.3 Análise dos resultados ensaios estáticos 03	98
4.2.4 Análise da variação dimensional pós terceiro ensaio	102
4.3 ANÁLISE DOS BOCAIS	
4.3.1 Bocais de AISI 304 sem revestimento	108
4.3.2 Bocais de AISI 304 com revestimento de B4C	110
4.3.3 Bocais de AISI 304 com revestimento de 3Y-PSZ	112
4.3.4 Bocais de Thermodur 2367 EFS sem revestimento	114
4.3.5 Bocais de Thermodur 2367 EFS com revestimento de B4C	115
4.3.6 Bocais de Thermodur 2367 EFS com revestimento de 3Y-PSZ	117
5 CONCLUSÃO	119
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	

REFERÊNCIAS
ANEXO A - UTILIZAÇÃO DA PLANILHA (SRM) SOLID ROCKET MOTOR130
ANEXO B – LAUDO DE COMPOSIÇÃO QUÍMICA AISI 304131
ANEXO C – LAUDO DE COMPOSIÇÃO QUÍMICA THERMODUR 2367 EFS132
ANEXO D – LAUDO TRATAMENTO TÉRMICO THERMODUR 2367 EFS133
ANEXO E - CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DURÔMETRO134
ANEXO F – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO TERMOHIGRÔMETRO EXBOM FEPRO MUT-50
ANEXO G – TABELA COM PERCENTIS 95% DA DISTRIBUIÇÃO F138
ANEXO H – VALORES DA AMPLITUDE TOTAL ESTUDENTIZADA PARA USO NO TESTE DE TUKEY
APÊNDICE A – TABELAS GERAIS DOS DADOS DOS ENSAIOS ESTÁTICOS140

#### 1 INTRODUÇÃO

A área de exploração espacial está em constante evolução, sendo que nesta década está ocorrendo um crescimento exponencial neste campo de atuação, o tornando cada vez mais inerente a novas pesquisas para o seu desenvolvimento e avanço. Desta maneira muitos são os desafios enfrentados pelos foguetes para alcançarem o seu objetivo de enviar cargas para o espaço. Os foguetes como um todo estão sempre sofrendo diversas cargas, dentre elas cita-se a carga térmica.

O sistema de propulsão é o que mais sofre elevada carga térmica, sendo que isto decorre da alta temperatura dos gases provenientes da queima do propelente na câmara de combustão. O componente que acaba se sujeitando a maior parte desta elevada carga térmica é o bocal, este que faz parte do motor foguete, sendo o bocal responsável por realizar a aceleração dos gases desta forma convertendo a energia químico/térmica gerada na câmara de combustão em energia cinética, produzindo o empuxo.

Neste sentido, o bocal está sujeito a elevadas temperaturas que podem causar deformações plásticas severas ou a desintegração do mesmo logo após a ignição do motor se não tiver camadas de isolamento que o protejam uma vez que as temperaturas na queima do propelente sólido podem variar de 1247 K até 3200 K (Beckstead, M. W. (1993)). Desta forma, se torna necessária a utilização de revestimentos nos bocais de foguetes para proteger os mesmos deste alto fluxo de calor.

Desta forma a reutilização dos bocais se torna imperativo em um mundo que busca produzir de forma mais sustentável e eficiente possível. Isto se mostra importante também em uma escala de desenvolvimento menor, em minifoguetes, pois como a escala é menor, os custos operacionais pela reposição de um bocal que se torna inutilizável devido a deformação plástica imposta pelas altas temperaturas são elevados proporcionalmente, neste sentido buscar soluções que contemplem uma reutilização de forma eficiente e econômica se tornam importantes. Posto isto, a concepção inicial deste trabalho surge após a verificação da incapacidade de reuso de um bocal fabricado em AISI 304 da *Phoenix Rocket Team* da Universidade de Caxias do Sul no campus CARVI em Bento Gonçalves – RS, sendo esta problemática explicada na seção 2.8. Neste sentido, surgiu a necessidade de buscar uma solução que mitigasse a deformação plástica imposta sobre este bocal atualmente.

Desta forma, buscou-se verificar revestimentos e materiais de substrato que pudessem sanar este problema. Somado a isto, urge a necessidade de utilizar processos ambientalmente corretos onde se torna cada vez mais importante no contexto global atualmente, uma vez que as ODSs (Objetivos de Desenvolvimento Sustentável), desenvolvidos pela ONU (Organização das Nações Unidas), possuem 17 objetivos que abordam os principais desafios de desenvolvimento enfrentados por pessoas no Brasil e no mundo. Deste modo a utilização do método de deposição *ion plating* empregado neste trabalho se torna uma opção válida neste sentido, sendo que este processo é ambientalmente correto, pela não emissão de compostos orgânicos voláteis associados (COV) desta forma estando de acordo com o objetivo 12, sendo este o de consumo e produção responsáveis, sendo que no objetivo 12.4 a ONU (2023), aborda a necessidade da redução da liberação de produtos químicos para o ar, água e solo, com o objetivo de reduzir impactos negativos para o meio ambiente e para a saúde humana.

Com a utilização deste processo evidencia-se a necessidade de utilizar filmes finos devido a camada depositada neste processo ser próxima a 500 nm. Desta maneira, utilizar materiais de revestimento com propósito de atuar como proteção térmica utilizando este processo surge com o objetivo de validar esta proposição num contexto de minifoguete experimental a propelente sólido, com o objetivo de diminuir a variação dimensional dos bocais, consequentemente atenuando a sua deformação plástica. Este estudo propõe a utilização de zircônia parcialmente estabilizada com 3% em mol de ítria (3Y-PSZ) e carbeto de boro ( $B_4C$ ) como revestimentos de proteção térmica e a análise de dois substratos distintos: AISI 304, com o objetivo de comparar com as outras configurações e o Thermodur 2367 EFS.

O estudo utiliza a abordagem de realizar 3 ensaios estáticos na bancada de ensaios estáticos desenvolvida pela equipe *Phoenix Rocket Team*, com capacidade de até 5000 N de empuxo, para cada configuração de material de substrato e revestimento, sendo também avaliados os materiais de substrato sem revestimento, onde nos ensaios são monitorados os seguintes aspectos: temperatura na parede externa do bocal, pressão interna da câmara de combustão e a força exercida pelo motor sobre a célula de carga, sendo este o empuxo.

São analisados após os ensaios a variação dimensional após cada ensaio, a temperatura na parede externa, temperatura média, taxa de aumento de temperatura durante a fase de aquecimento do bocal, empuxo, impulso total e pressão interna da câmara de combustão. Neste sentido, também é verificada a integridade dos bocais após os ensaios, bem como a integridade dos revestimentos.

Com isto, este trabalho se propõe a verificar a eficácia dos revestimentos, bem como do novo material de substrato frente ao bocal de AISI 304 utilizado atualmente, tendo como objetivo final definir a melhor configuração de revestimento e substrato.

Estudo de revestimentos aplicados em um bocal de minifoguete a propelente sólido utilizando a técnica de *ion plating*.

#### 1.2 JUSTIFICATIVA

Os bocais de foguetes, tais como os bocais empregados em minifoguetes experimentais, enfrentam cargas térmicas extremamente elevadas onde o propelente sólido pode alcançar temperaturas próximas a 3200 K. Esta carga térmica elevada causa em materiais não preparados ou específicos para o emprego nesta situação deformação plástica, onde isto pode acontecer em menos de um segundo se nenhum tipo de ablação for empregado, causando a não reutilização do bocal como um todo para um próximo ensaio/lançamento ou mesmo para motores com tempo de queima considerável pode ocasionar a desintegração do bocal em pleno voo.

Diversas técnicas são empregadas para realizar a proteção do material constituinte do bocal. Setiadi, Bagus Wicaksono (2022) utiliza inserto de grafite nos bocais para proteção do material de substrato. Sofyan, Bondan. T. et al. (2010) aborda a utilização de revestimentos de WC-Co com espessura de 400 µm para proteger o bocal da erosão e das altas temperaturas provenientes do propelente. Oliveira, Fábio Silva da (2013) identifica a utilização de revestimentos de revestimentos de barreira térmica, onde aborda a utilização do cobre como material de substrato e zircônia estabilizada com ítria (7-8 YSZ) como material de revestimento para proteger o substrato em motor a propelente híbrido.

Neste sentido este estudo, utiliza uma abordagem alinhada com o desenvolvimento sustentável, utilizando uma técnica ambientalmente correta para a realização da deposição dos revestimentos, a técnica *ion plating*, com espessura na escala nanométrica (revestimentos com espessura próxima a 500 nm), espessura que se justifica realizar a análise em virtude do curto tempo de exposição dos bocais ao alto fluxo de calor (aproximadamente 1,6 s) sendo diferente do que a literatura aborda, onde são utilizadas espessuras mais elevadas que ultrapassam as centenas de µm. Este estudo, propõe a utilização de revestimentos, tais como a zircônia parcialmente estabilizada com 3% em mol de ítria que não é o estado da arte para a aplicação em revestimentos de barreira térmica (estado da arte é a zircônia estabilizada com 7-8 % em mol de ítria) e o carbeto de boro como materiais para realizar a proteção dos substratos. Outro

ponto abordado neste estudo é a utilização de um material não convencional como material de substrato, o Thermodur 2367 EFS, um aço para trabalho com ferramentas a quente.

Com isto este trabalho busca a viabilidade de dois revestimentos em específico, carbeto de boro  $B_4C$  e zircônia parcialmente estabilizada com 3% em mol de ítria 3Y-PSZ, aplicados em dois materiais de substrato distintos: AISI 304 e Thermodur 2367 EFS, com o objetivo de diminuir a deformação plástica nos bocais.

#### 1.3 OBJETIVOS

#### 1.3.1 Objetivo geral

Avaliar a aplicação de revestimentos protetores de zircônia e carbeto de boro em bocais de minifoguetes para redução da deformação plástica.

#### 1.3.2 Objetivos específicos

Os objetivos específicos pertinentes ao desenvolvimento deste trabalho são:

- a) Avaliar substratos para serem empregados em bocais operando em minifoguetes a propelente sólido;
- b) Avaliar revestimentos protetores de zircônia e carbeto de boro na eficiência da redução da deformação plástica dos bocais;
- c) Validar a durabilidade dos revestimentos no campo nanométrico sob elevado stress térmico;
- d) Avaliação estatística e análise dos resultados;
- e) Definição da melhor configuração de substrato e revestimento.

#### 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

#### 2.1 PANORAMA GERAL SOBRE FOGUETES

Neste capítulo, serão demonstrados os princípios dos foguetes e a sua composição, bem como o enfoque nos motores de foguetes com propelente sólido, que serão explicados a seguir. May, Sandra (2011) aborda que os foguetes são veículos que utilizam um motor propulsor, transformando o propelente em um gás quente, sendo este expelido pelo bocal, assim movimentando o foguete para frente. Isto se deve primordialmente pela terceira lei do movimento de Newton, onde para cada ação, há uma reação igual oposta.

Os motores de foguete têm várias classificações, perante o tipo de propulsão utilizada, Sutton e Biblarz (2010), definem que a fonte de energia mais útil para a propulsão de foguetes é a propulsão química. A energia também pode ser fornecida por radiação solar, reação nuclear e propulsão elétrica. Na propulsão química, Sutton e Biblarz (2010), definem que existem quatro tipos de motores: motores de propelente líquido, motores de propelente sólido, motores de propelente gasoso e motores de propelentes híbridos.

Guven Gok, Cihan, Omer (2020), definem que um motor de foguete de propelente sólido simples consiste em cinco partes principais: câmara de combustão; isolamento; ignição; bocal e o propelente sólido. A câmara de combustão do motor mantém o isolamento, a ignição e o propelente sólido de uma forma controlada, mantendo a integridade estrutural do foguete. O isolante protege as paredes do motor contra as altas temperaturas que ocorrem na câmara de combustão. O bocal do motor converte a energia obtida como resultado de uma reação química em energia cinética, resultando em altas pressões e temperaturas, variando de 1247 K até 3200 K (Beckstead, M. W. (1993)) durante a queima do propelente. O impulso ocorre quando partículas nestas condições de temperatura e pressão são aceleradas ao passar pelo bocal com a geometria convergente/divergente.

O propelente sólido é parte fundamental no motor do foguete, neste sentido, Alves, André Luiz et al (2020), definem que o propelente sólido é uma mistura complexa e estável de compostos redutores, que são os combustíveis e oxidantes que, quando ignitados, queimam de uma maneira homogênea, contínua e controlada, gerando a altas temperaturas moléculas gasosas de baixa massa molecular.

Chiarion Battagin, Eduardo et al (2011), demonstram que dentre os propelentes sólidos acadêmicos, destaca-se os propelentes a base de açúcar. Pode-se citar como exemplo o KNSu

(a base de sacarose), o KNDX (a base de dextrose) e o KNSB (a base de sorbitol). O autor define que o KNSu é o propelente mais utilizado no meio acadêmico. Este propelente consiste em nitrato de potássio e açúcar comum. O nitrato de potássio é o oxidante e o açúcar o combustível. Uma vantagem significativa do KNSu é a não exaustão de gases tóxicos, por apenas liberar vapor d'água e carbonato de potássio. Marchi, Carlos Henrique et al (2021), encontraram uma temperatura de queima teórica de aproximadamente 1477 K, fazendo o uso do *software* PROPEP utilizando a proporção típica de 65% de nitrato de potássio e 35 % de sacarose em massa, com uma pressão interna da câmara de combustão de 0,9 bar.

Nakka, Richard (2023), define que um dos produtos da combustão do KNSu é o carbonato de potássio, sendo que o mesmo é higroscópico, desta forma acaba absorvendo a umidade do ar e forma uma solução aquosa de íons hidróxidos que pode ser bastante corrosiva. Nakka, Richard (2023), também define que uma quantidade residual de hidróxido de potássio se forma, aumentando esta corrosividade. Os metais, especialmente o alumínio, ficam marcados ou corroídos se não forem limpos imediatamente com água morna.

Singh, D. Abhijeet (2015), define que estes propelentes a base de açúcares, são propulsores de desempenho moderado tendo um impulso específico fornecido típico (Isp) de cerca de 130 segundos. Como comparação o autor utiliza a pólvora que possui um Isp de 80 a 90 segundos. Singh, D. Abhijeet (2015), também demonstra que os propelentes a base de açúcares são propulsores compostos, pois possuem componentes separados de combustível e oxidante.

#### 2.1.1 Minifoguetes

Existem algumas diferenças entre foguetes e minifoguetes, neste sentido a norma BAR<sup>1</sup>-2/2020, traz as definições dos mesmos, onde têm-se:

Foguete modelo: um minifoguete composto por um motor de foguete comercial classe G. A norma descreve que neste tipo de minifoguete, utiliza-se materiais de baixa densidade;

Minifoguete experimental: a norma descreve, que são considerados minifoguetes experimentais, os minifoguetes sem restrições quanto aos materiais utilizados e que utilizam um motor de foguete experimental (não comercial), atingindo até 12 km de apogeu<sup>2</sup>. Um

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> BAR (Brazilian Association of Rocketry)

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Altura máxima atingida por um minifoguete em relação ao ponto de lançamento (Norma BAR-2/2020).

minifoguete que usa um motor de foguete comercial de classe H ou superior também é considerado um MFE;

Foguete: a norma define que um foguete é um veículo propulsado por motor-foguete alcançando 12 km ou mais de apogeu.

A NAR (*National Association of Rocketry*) (2014), define a classificação internacional de motores foguete, desta forma, na Tabela 1, têm-se a classificação.

CLASSIFICAÇÃO DOS MOTORES SEGUNDO A NAR				
Tipo de	Faixa de	Impulso	Catagoria	
Minifoguete	impulso	total (N.s)	Categoria	
	1/8A	0,3125	Micro	
	1/4A	0,625		
	1/2A	1,25	Baivo	
	А	2,5	consumo de	
Foguete modelo	В	5	energia	
roguete mouelo	С	10	ener gru	
	D	20		
	Е	40	Potência	
	F	80	Nédia	
	G	160	Wicula	
	Н	320	Nível 1	
	Ι	640		
	J	1280		
Minifoguete	K	2560	Nível 2	
experimental	L	5120		
	М	10240		
	Ν	20480	Nível 3	
	0	40960		

Tabela 1 – Class	sificação dos mo	tores de foguetes se	egundo a NAR
	Laĩo Dogla		

Fonte: adaptado de https://www.nar.org/standards-and-testing-committee/standard-motor-codes/.

Nakka, Richard (2001), traz na Figura 1, uma curva de empuxo-tempo, onde a partir desta curva é possível extrair os dados para a classificação de um motor foguete. Neste sentido,

pode-se verificar na figura que a área da curva é o impulso total, sendo o mesmo calculado pela integral da Equação 1.



Fonte: adaptado de Nakka, Richard (2001).

$$I_t = \int_{t_1}^{t_2} f(t) \, dt \tag{1}$$

Nakka, Richard (2001), define que pode-se também fazer a análise do impulso total, somando todos os empuxos e dividindo pelo número de amostras, sendo este o empuxo médio. Com isto multiplica- se este valor de empuxo médio pelo tempo total de queima e obtém-se o impulso total. Os motores são classificados pelo impulso total e empuxo, onde por exemplo se um motor for de classe H com 240 N de impulso total e um empuxo médio de 160 N, o motor é classificado como H-160.

#### 2.2 BOCAL

Braeunig, Robert A. (2012), define que a função do bocal é converter a energia químico/térmica gerada na câmara de combustão em energia cinética, produzindo o empuxo. Velocidades de gás de 2 a 4,5 quilômetros por segundo podem ser obtidas em bocais de foguetes. Os gases de exaustão quentes se expandem na seção divergente do bocal. A pressão desses gases diminuirá à medida que a energia for usada para acelerar o gás a alta velocidade.

Denton, Brandon Lee (2007), define que os principais tipos de bocais empregados são: bocal cônico, bocal em forma de sino, bocal em ponta e bocal plugue. Na Figura 2, Denton, Brandon Lee (2007), demonstra os tipos de bocais.



Fonte: adaptado de Denton, Brandon Lee (2007).

Segundo Benson, Tom (2021), os bocais cônicos têm uma taxa de expansão constante, onde eles tendem a ser o tipo de bocal mais longo e pesado, porém este tipo de bocal têm a vantagem de ser o mais fácil de fabricar.

O bocal em forma de sino possui uma curva no contorno de expansão que permite uma maior eficiência na conversão de energia térmica em energia cinética, tendo a vantagem de serem mais curtos e mais leves que o bico cônico, porém sendo mais difícil a sua fabricação. O bocal em ponta, também chamada de *aerospike*, é um caso particular do bocal de plugue, onde o fluxo do gás ocorre apenas na parede de contorno e o outro lado é definido por um limite de pressão constante.

O último tipo de bocal são os bocais em plugue. Esses bocais são caracterizados por terem um ponto de expansão sobre o qual o fluido é acelerado, no contorno da parede. Os bocais plug têm a vantagem de ajuste de altitude durante o voo permitindo o empuxo máximo ao longo de toda a trajetória do foguete onde o cônico e os bocais de sino têm apenas um impulso máximo em uma altitude projetada, que é otimizada em algumas altitudes durante o seu voo.

Benson, Tom (2021), identificam que os foguetes usam uma seção convergente fixa seguida por uma seção divergente sólida em seu projeto de bocal normalmente. Essa configuração de bocal é chamada de bocal convergente-divergente ou CD. No bocal de um foguete CD, o gás de exaustão quente sai da câmara de combustão e se reduz à área mínima ou região da garganta do bocal. O tamanho da garganta é escolhido para diminuir o fluxo e

determinar o fluxo de massa através do sistema. O fluxo na garganta é sônico, o que significa que o número de Mach é igual a um na garganta.

O autor ainda define que a jusante da garganta, a geometria se decompõe e o fluxo se expande isentropicamente em velocidades supersônicas até um número de Mach que depende da razão entre a saída e a área da garganta. A expansão de um fluxo supersônico faz com que a pressão estática e a temperatura diminuam da garganta até a saída, de modo que a quantidade de expansão também determina a pressão e a temperatura de saída. A velocidade de saída, a pressão e o fluxo de massa através do bocal determinam a quantidade de impulso produzido pelo bocal. Na Figura 3, Benson, Tom (2021), demonstra o bocal cônico com a seção convergente / divergente.



Fonte: adaptado de Benson, Tom (2021).

Nakka, Richard (2014), na planilha SRM (*Solid Rocket Motor*) define as equações aplicáveis para a definição geométrica do bocal, sendo que as etapas são todas fornecidas pelo autor nesta planilha amplamente difundida no desenvolvimento de motores para minifoguetes experimentais. Na Figura 4 observa-se a definição geométrica do bocal através da planilha do autor onde Dc é o diâmetro interno da câmara de combustão, Dt o diâmetro da garganta do bocal, De diâmetro de saída do bocal, De opt diâmetro ideal da saída do bocal, Lc o comprimento de convergência, Ld o comprimento de divergência, Lo comprimento total, beta é o ângulo de convergência do bocal e alfa o ângulo de divergência do mesmo, sendo 12º um valor típico.



Figura 4 – Geometria do bocal através da planilha SRM 2014

Fonte: adaptado de Nakka, Richard (2014).

### 2.3 TRANSFERÊNCIA DE CALOR EM BOCAIS

Sutton e Biblarz (2010), especificam que as temperaturas não são uniformes em todos os locais do bocal, sendo que o local que mais sofre altas temperaturas é a região da garganta, sendo necessário principalmente nesta região a adoção de camadas de isolamento. As regiões a montante e a jusante da garganta têm menos transferência de calor, menos erosão e temperaturas mais baixas do que a região da garganta, e na seção de saída divergente, a transferência de calor e as temperaturas são ainda mais baixas. Sutton e Biblarz (2010), definem na Equação 02, a temperatura da garganta do bocal.

$$T_t = \frac{2 * T_1}{(k+1)} \tag{02}$$

Sendo,

 $T_t$  = temperatura da garganta;

 $T_1$  = temperatura da câmara de combustão;

k = razão de calores específicos, onde de acordo com Nakka, Richard (2023), o valor para o KNSu é de 1,133.

Costa, Claúdio Sérgio Pinto (2003) determina na Figura 5, o perfil de transferência de calor em um motor de foguete, enfatizando desta forma a grande transferência de calor existente na região da garganta do bocal (ou tubeira). Varsi, G. et al (1976) apud Costa, Claúdio Sérgio Pinto (2003), aborda que a seção da garganta deve possuir seção constante senão ocorrerá uma variação na pressão acarretando numa variação do fluxo de gases e em um funcionamento não correto como um todo do motor foguete.



Figura 5 – Perfil de transferência de calor no contorno de um motor foguete

#### 2.4 REVESTIMENTOS TÉRMICOS EM BOCAIS

Sutton e Biblarz (2010), definem que os motores de foguete nunca atingem o ponto de equilíbrio térmico durante a ignição dos mesmos, deste modo os componentes estão expostos ao fluxo de calor de forma contínua durante todo o tempo, de forma que este fluxo aumenta continuamente, sendo que os locais críticos em um bom projeto térmico de bocal atingem uma máxima temperatura admissível em um curto período de tempo após o motor parar de funcionar.

Turner, Martin J. L. (2006), demonstra que embora a estrutura principal do bocal seja feita em aço na maioria das vezes, é necessário a utilização de diversas camadas de isolante internamente. O revestimento da garganta e do bocal desempenha um papel crucial na proteção contra o calor gerado pelo bocal. Além disso, um dissipador de calor é incorporado na garganta para minimizar a transferência de calor para a estrutura de aço.

O autor exemplifica que a maior parte do impulso é gerada nas paredes do bocal, exigindo que a estrutura mantenha sua temperatura de serviço até a exaustão. A combinação de ablação, dissipação de calor no dissipador e as propriedades isolantes térmicas do revestimento garantem que o aço permaneça resfriado o suficiente para cumprir sua função. Sem

Fonte: Costa, Cláudio Sérgio Pinto (2003).

revestimento, o aço atingiria seu ponto de fusão em menos de um segundo, mas o revestimento estende esse tempo em até aproximadamente 200 vezes.

#### 2.4.1 Revestimentos de barreira térmica

Neste sentido, uma solução que se apresenta são os revestimentos de barreira térmica (*thermal barrier coating*). Curry, Nicholas (2014), aborda que estes revestimentos são utilizados geralmente para fornecer isolamento térmico e proteção contra oxidação para componentes de alta temperatura dentro de turbinas a gás. Schloesser et al (2010), traz que com o objetivo de realizar sistemas de transporte espaciais relançáveis, a vida útil dos motores de foguetes precisa ser aumentada, onde neste sentido, o conceito de revestimentos de barreira térmica pode ser transferido para aplicações em foguetes, pois o bocal do foguete experimenta temperaturas e cargas extremas durante as partidas, e o material pode ser protegido por um revestimento contra temperaturas muito altas e também do ambiente oxidante.

Mondal, Kunal et al (2021), considera que ao reduzir a condutividade térmica do material de revestimento, a faixa de temperatura disponível do componente é aumentada, dessa forma incrementando a eficiência global do sistema. Estes revestimentos podem retardar a degradação do material exposto a temperaturas extremas e reter um gradiente térmico entre o revestimento e as interfaces do substrato.

Os revestimentos de barreira térmica são compostos por quatro camadas: substrato, revestimento de ligação, uma camada de óxido termicamente crescido (*Thermal Grown Oxide* - TGO) e o revestimento superior. O revestimento de ligação atua como uma interface de prérevestimento entre o substrato e o acabamento para aumentar a adesão entre as camadas e a integridade estrutural do revestimento, já a camada TGO é criada por meio da difusão de oxigênio através do acabamento durante a fabricação e operação. O revestimento superior, conhecido como camada de revestimento de barreira térmica é geralmente uma cerâmica que fornece proteção térmica ao substrato (Mondal, Kunal et al 2021). Na Figura 6, o autor traz a configuração básica destes revestimentos.



Fonte: adaptado de Mondal, Kunal et al (2021).

Sankar, Vishnu (2014), determina as características que um TBC (*Thermal Barrier Coating*) deve ter: alto ponto de fusão para suportar altas temperaturas sem derreter, tendo baixa condutividade térmica para que produza uma queda considerável de temperatura através do revestimento. Outras características citadas são a baixa densidade; alta resistência ao choque térmico; resistência à oxidação e produtos químicos; alta emissividade superficial, para que a maior parte do calor seja afastado; resistência à erosão mecânica para suportar as diversas partículas presentes nos gases de escape provenientes da câmara de combustão; alto coeficiente de expansão térmica, tendo um maior coeficiente de expansão térmica do que o substrato para garantir que não irá falhar ou rachar quando for exposto a altas temperaturas. Cao et al. (2004) aborda que o coeficiente de expansão térmica deve ser próximo ao do substrato. O autor traz também alguns materiais utilizados em revestimentos de barreiras térmicas: mullite; alumina; silicatos; zirconato de lantânio; bicamada de zircônia estabilizada com 7-8 % em mol de ítria. Na Tabela 2, Oliveira, Cao et al. (2004) apud Fábio da Silva (2013), apresenta os principais materiais utilizados em TBC, observando as suas vantagens e desvantagens.

Materiais	Vantagens	Desvantagens
(7-8) YSZ	Elevado coeficiente de expansão térmica; Baixa condutividade térmica; Elevada resistência a choques térmicos.	Sinterização acima de 1746 °C; Transformação de fase (1716 °C); Corrosão; Suscetível a passagem de oxigênio.
Mullite	Elevada resistência a corrosão; Baixa condutividade térmica; Boa resistência a choque térmico abaixo de 1546 °C; Não suscetível a passagem de oxigênio.	Cristalização (1296 - 1546 °C); Coeficiente de expansão térmica muito baixa.
Alumina	Alta resistência a corrosão; Alta dureza; Não suscetível a passagem de oxigênio.	Transformação de fase (1546 °C); Alta condutividade térmica; Coeficiente de expansão térmica muito baixa.
$YSZ + CeO_2$	Elevado coeficiente de expansão térmica; Baixa condutividade térmica; Elevada resistência a corrosão; Transformação de fase inferior entre m e t do que YSZ; Elevada resistência a choque térmico.	Aumento na taxa de sinterização; Precipitação de CeO <sub>2</sub> (> 1646 °C); Perda de CeO <sub>2</sub> durante a pulverização.
La <sub>2</sub> Zr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	Estabilidade térmica muito elevada; Baixa condutividade térmica; Baixa sinterização; Não suscetível a passagem de oxigênio.	Coeficiente de expansão térmica relativamente baixa.
Silicatos	Barato, prontamente disponível; Elevada resistência a corrosão.	Decomposição em ZrO <sub>2</sub> e SiO <sub>2</sub> durante a pulverização térmica; Coeficiente de expansão térmica realmente baixa.

Tabela 2 - Materiais para TBC e suas características

Fonte: Cao et al. (2004) apud Fábio da Silva (2013).

### 2.5 MATERIAIS PARA REVESTIMENTO TÉRMICO

### 2.5.1 Zircônia

Kandaswamy, Ramanaganapathy (2010), identifica que a zircônia ( $ZrO_2$ ) é um dos óxidos cerâmicos que tem sido amplamente explorados em virtude das propriedades mecânicas, como alta tenacidade à fratura e resistência à flexão. Saridag, S.; Tak, O.; Alniacik, G. (2013),

definem que a zircônia é um material polimórfico e ocorre em três formas: monoclínica, tetragonal e cúbica, onde a fase monoclínica é estável em temperaturas ambientes de até 1170 °C, a tetragonal a temperaturas de 1170-2370 °C e a cúbica em mais de 2370 °C. Santos, Michel Lacerda Marcondes dos (2011), demonstra que a maioria das aplicações são quando a zircônia está nas fases tetragonal e cúbica, sendo que nestas fases elas são menos estáveis em relação à monoclínica na temperatura ambiente. Porém, ela pode ser estabilizada nestas outras duas fases, na temperatura ambiente, com a adição de dopantes, como ítrio, cálcio e cério.

Lucchese, Márcia Maria (2006) define que a fase cristalina tetragonal da zircônia, apresenta para cada átomo de zircônio, oito átomos de oxigênio como vizinhos, quatro com distância de 0,2445 nm e quatro com distância de 0,2065 nm. A fase cúbica tem uma estrutura cristalina do tipo fluorita na qual cada átomo de zircônio é coordenado por oito átomos de oxigênio equidistantes e cada átomo de oxigênio é tetraedricamente coordenado por quatro átomos de zircônio. Na Figura 7, adaptada pela autora de Heuer, A. H.; Hobbs, L. W. (1981) demonstra as fases cristalinas da zircônia pura. Na Tabela 3, os parâmetros de rede e as estruturas cristalinas.



Figura 7 – Fases Cristalinas da zircônia pura

Fonte: Lucchese, Márcia Maria (2006) adaptada de Heuer, A. H.; Hobbs, L. W. (1981).

		is de lede da zircollia	
Estrutura Cristalina	Monoclínica	Tetragonal	Cúbica
Parâmetro de rede	a = 5,156	a = 5,094	a = 5,124
em Å	b = 5,191	c = 5,177	
	c = 5,304		
	$\beta = 98,9^{\circ}$		

rabela 5 – Farametros de rede da zircoma	'abela	13 – Par	âmetros	de	rede	da	zircônia
--	--------	----------	---------	----	------	----	----------

Yang, Fan (2011), aborda que as cerâmicas à base de zircônia são os materiais de última geração para revestimentos de barreira térmica, onde o autor destaca que a zircônia pura não é adequada para tal aplicação devido a condutividade térmica da zircônia pura não ser baixa o suficiente para atender à demanda de uma função de barreira térmica e em segundo lugar, sua

Fonte: Lucchese, Márcia Maria (2006) adaptada de Stevens, R. (1986).

transformação de fase da alta temperatura da fase tetragonal para a fase monoclínica à temperatura ambiente causa expansão de volume e leva a rachaduras e falhas do revestimento.

O autor observou que a eficácia dos dopantes na redução da condutividade térmica da zircônia depende em grande parte do estado de valência de seus cátions metálicos. Os óxidos subtetravalentes são os dopantes mais eficazes para reduzir a condutividade térmica devido à presença de vacâncias de oxigênio, que são criadas para compensar a deficiência de carga causada pela substituição de cátions dopantes de baixa valência por  $Zr^{4+}$ . As lacunas de oxigênio dispersam fortemente os fônons e, portanto, reduzem significativamente a condutividade térmica.

Nesse sentido, Yang, Fan (2011) nos traz a zircônia estabilizada com ítria (YSZ), que apresenta baixa condutividade térmica quase independente da temperatura devido à alta concentração de vacâncias de oxigênio. No caso de óxidos tetravalentes, a substituição de  $Zr^{4+}$  por cátions homovalentes não cria nenhuma vacância na rede de zircônia. A diminuição da condutividade térmica é atribuída apenas aos defeitos de substituição dos sítios catiônicos, que se mostraram menos eficazes que as vacâncias de oxigênio na redução da condutividade térmica. Na Figura 8 adaptada por Milani, Raquel (2009) da *University of Cambridge* (s.d), demonstra a estrutura cristalina da zircônia estabilizada com ítria.



Fonte: Milani, Raquel (2009) adaptado de University of Cambridge (s.d).

Na Figura 9, adaptada por Molossi, Michel (2014) de *University of Cambridge* (s.d) está o diagrama de fases da zircônia estabilizada com ítria, Y-PSZ, onde o autor destaca que se a concentração do aditivo é elevada (acima de 5% de ítria), a zircônia fica totalmente estabilizada
na fase cúbica. Em concentrações mais baixas, ilhas de zircônia tetragonal permanecem retidas na matriz cúbica. Neste caso, a zircônia é parcialmente estabilizada, Y-PSZ e apresenta um aumento substancial na tenacidade à fratura associado às ilhas tetragonais. Trincas podem ocorrer e a tensão local na extremidade de uma trinca induz a transformação martensítica da ilha tetragonal em monoclínica, com um moderado aumento de volume. Esse, por sua vez, retém a propagação da trinca evitando a ruptura catastrófica. Essa propriedade permite que a zircônia parcialmente estabilizada seja usada em ambientes que podem suportar uma ampla gama de mudanças térmicas.



Figura 9 - Diagrama de fases da zircônia estabilizada com ítria (Y-PSZ)

Fonte: Molossi, Michel (2014) adaptada de University of Cambridge (s.d).

Yang, Fan (2011), na Figura 10, demonstra a relação entre a porcentagem de adição de ítria e a condutividade térmica. Na imagem o autor representa a fase monoclínica com M, C cúbica e T tetragonal. FSZ, remete a zircônia completamente estabilizada. Esta análise foi conduzida sob temperatura ambiente.



Figura 10 - Efeito do teor de ítria na condutividade térmica da YSZ

Fonte: adaptado de Yang, Fan (2011).

Yang, Fan (2011), introduz que a concentração de ítria determina a vacância de oxigênio e, portanto, influencia a condutividade térmica de YSZ. O autor frisa que os resultados experimentais não indicam diminuição da condutividade térmica quando a concentração de ítria é superior a 9% em mol, sendo isto atribuído à formação de defeitos associados em altas concentrações de ítria. O aumento da concentração de ítria, provoca uma mudança de composição de fases na YSZ, desde monoclínica, passando por uma mistura de cúbica e tetragonal, até a fase cúbica totalmente estabilizada.

De acordo com Shvyduk, Kateryna O. et al (2023), o estado da arte para a camada de revestimento superior do revestimento de barreira térmica traz a utilização da  $ZrO_2$  estabilizada com uma concentração de 7 a 8% de  $Y_2O_3$ , por possuir uma elevada resistência mecânica, alta resistência ao desgaste, alta resistência à erosão, alta resistência ao impacto, alta resistência à corrosão, alta resistência química, condutividade térmica muito baixa e coeficiente de expansão térmica relativamente alto quando comparado a outras cerâmicas (10,5.10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup> Radovic Miladin et al (2016)).

A. J. Sriganapathy et al. (2022), aborda um outro tipo de zircônia, sendo esta a parcialmente estabilizada com 3% em mol de ítria (3Y - PSZ) em uma pá de turbina a gás com o objetivo de diminuir a temperatura exercida sobre este elemento que pode ser submetido a temperaturas em torno de 1000 °C como no caso do artigo publicado por Rezazadeh, Reyhani Majid et al. (2013).

A.J. Sriganapathy et al. (2022), expõe que a utilização da 3Y - PSZ possibilitou uma queda significativa de temperatura (em torno de 100 °C), com a utilização deste revestimento com uma espessura de 500 µm, onde o autor fez a análise térmica em software utilizando estado estacionário, onde as cargas térmicas não variam com o tempo.

Deste modo a International Syalons (2017), determina as propriedades da zircônia parcialmente estabilizada com 3% em mol de ítria (3Y-PSZ) na Tabela 4.

1 400	iu i i iopiieuuues 51	152
Propriedade	Valor	Unidade
Módulo de Weibull	15	-
Resistência à tração	500	MPa
Resistência à compressão	>2000	MPa
Módulo de elasticidade de Young	205	GPa
Dureza (HRA)	91	-
Dureza (Vickers)	1350	kg/mm²
Tenacidade à fratura K <sup>1</sup> C	9	$MPam^{\frac{1}{2}}$
Densidade	6.03	g/cm <sup>3</sup>
Porosidade	0	%
Coeficiente de expansão térmica (0 – 1200 °C)	10 * 10 <sup>-6</sup>	K <sup>-1</sup>
Condutividade Térmica	2.0	$\frac{W}{m/k}$
Resistência ao choque térmico	250	∆T ℃ temperado em água
Temperatura máximo de uso	1000	°C
Resistividade elétrica	109	ohm m

Tabela 4 - Propriedades – 3Y - PSZ

Fonte: International Syalons (2017).

Great Ceramics (2024), evidencia que a zircônia parcialmente estabilizada com óxido de ítria (Y-PSZ) é uma substância de granulação pequena que se destaca por possuir a maior resistência à flexão dentre todos os materiais cerâmicos. Isso significa que o material tem alta capacidade de resistir a impactos e abrasão, ao mesmo tempo em que possui baixa condutividade térmica. Por essas características, muitas vezes a zircônia parcialmente estabilizada com óxido de ítria é escolhida para substituir metais, por ser considerada um material apropriado para essa finalidade. Adicionando ítria no material, percebe-se o aumento da tenacidade por meio de uma mudança de fase, resultando em aumento significativo da tenacidade. Sob pressão, a estrutura cristalina do material favorece a transição da fase tetragonal para a monoclínica, gerando um aumento localizado de 3% a 5% no volume. Esse incremento comprime as fissuras, inibindo sua propagação. Por essa razão, o material apresenta baixa suscetibilidade à fadiga por tensão e alta resistência à flexão. Embora o Y-PSZ seja muito adequado para aplicações mecânicas exigentes, pode não ser adequado para aplicações em temperaturas muito altas porque sofrerá uma mudança de fase cristalina: quando exposto a um ambiente de alta temperatura por um longo período, o material mudará de uma forte fase tetragonal para uma mais fraca em fase monoclínica. Da mesma forma, pode não ser adequado para condições quentes e úmidas, pois quando exposto ao vapor d'água seu desempenho diminuirá. Assim o autor destaca que a Y-PSZ é mais adequada para operação em condições de temperatura seca e moderada.

A International Syalons (2017) aborda algumas comparações em relação a 3Y-PSZ, na Tabela 5 no que tange as suas propriedades, analisando módulo de ruptura, dureza, tenacidade a fratura, resistência ao choque térmico e condutividade térmica. A 3Y-PSZ apresenta o maior módulo de ruptura, e a maior tenacidade a fratura, onde Geng, Xibo et al (2023) traz que para os revestimentos de barreira térmica esta é uma propriedade mecânica crítica que rege os danos de resistência. A delaminação catastrófica do TBC sob condições de erosão ocorre em TBC com baixa tenacidade a fratura. Na comparação identificada pela publicação a 3Y-PSZ apresenta a menor condutividade térmica, propriedade inerente para proteger o substrato.

Material	Módulo de Ruptura (MPa)	Dureza Vickers (kg/mm²)	Tenacidade à fratura $K^{1}C$ $(MPam^{\frac{1}{2}})$	Resistência ao choque térmico ∆T (°C) temperado em água fria	Condutividade térmica (W/m.K)
Mullite	180	1100	2,0	305	6
$Al_2O_3$	350	1400	3,5	235	29
SiC	459	2200	4,3	180	100
3Y – PSZ	1000	1350	9	250	2

Tabela 5 – Propriedades de alguns materiais para revestimento de barreira térmica

Fonte: adaptado de International Syalons (2017).

### 2.5.2 Carbeto de Boro (B<sub>4</sub>C)

Borovinskaya, Inna P. et al., (2017) salienta que o carbeto de boro por ter uma alta temperatura de fusão (2000–2450 °C) torna possível o uso do mesmo como revestimento de isolamento térmico.

Borates today (2022), traz algumas aplicações do carbeto de boro onde destaca que este é um material de escolha para aplicações de engenharia, dado seu alto ponto de fusão e estabilidade térmica. Outra aplicação abordada é a utilização em aplicações refratárias, sendo usado como material de revestimento abrasivo pela sua capacidade de resistir à abrasão. Em aplicações militares, sua dureza e propriedades de baixa densidade são utilizadas na balística e no desenvolvimento de compósitos cerâmicos leves de armadura. Outra utilização do carbeto de boro também é a sua utilização no setor nuclear, pois absorve a radiação de nêutrons. Por oferecer boas propriedades de absorção de nêutrons nas faixas de energia térmica e epitérmica, é amplamente utilizado na indústria nuclear como material de controle e blindagem.

D.K. Bose (1986) et al. e Borates Today (2022) ressaltam que o carbeto de boro é um material de revestimento adequado para gargantas de bocais de foguete devido às suas boas propriedades de adesão e resistência a altas temperaturas e produtos químicos, sendo que a Borates Today (2022) demonstra na Figura 11 a utilização do carbeto de boro em bocais de foguete.



Figura 11 - Carbeto de boro revestindo bocais de foguete

Fonte: Borates Today (2022).

Altinok, Sertaç (2018), define que o carbeto de boro é o material mais duro já conhecido depois do diamante e do nitreto de boro à temperatura ambiente. O autor identifica que a característica de ligação do carbeto de boro é fundamentalmente covalente pela combinação de energia de ligação covalente de 9,24 eV e energia de ligação iônica de 1,41 eV, sendo romboédrico com uma célula unitária que consiste em icosaedros de 12 átomos localizados nos cantos e três cadeias lineares de átomos colocadas na diagonal mais longa da célula unitária. Cada átomo final da cadeia é ligado covalentemente com um átomo de três icosaedros diferentes. Watts, Joshua (2018), demonstra na Figura 12 a estrutura da célula unitária romboédrica do carbeto de boro.



Figura 12 - Estrutura da célula unitária romboédrica do carbeto de boro

Fonte: Watts, Joshua (2018)

Watts, Joshua (2018), explicita que o carbeto de boro é usado em uma ampla gama de aplicações de engenharia devido a uma combinação de propriedades úteis, incluindo alta dureza, alta resistência a corrosão química, alto ponto de fusão e baixo peso específico, sendo que ele pode ser encontrado em muitas formas como pós, tarugos sinterizados e revestimentos. Ele pode ser usado como um material refratário resistente ao desgaste, revestimento para ferramentas de corte e para aplicações balísticas como blindagem. O carbeto de boro também é um semicondutor do tipo p com propriedades termoelétricas com aplicações especificamente em ambientes de alta temperatura.

Turatti, Águeda Maria (2009), sublinha que o carbeto de boro, possui elevada dureza, onde os sinterizados de alta qualidade possuem microdureza de 25-40 GPa, alto ponto de fusão (2450 °C), alta resistência ao desgaste e à flexão (350-500 MPa), possui um alto módulo de Young (450-470 GPa), e uma condutividade térmica variando de 29-67 W/m.°C. A região de estabilidade do carbeto de boro, está em uma concentração de carbono que vai de 8 a 20 % ( $B_{10,4}C \ a \ B_4C$ ). A AZO Materials (s.d.), traz que a faixa de trabalho do carbeto de boro é de 726,85 °C até 1726,85 °C. O autor define que o coeficiente de expansão térmica varia de 3,2 a 9,4.10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup>.

R.V. Goldstein, N.M. Osipenko (2019), R.J. Martin III (1972) apud D.E. Cherepanov et al. (2023), indicam que as cerâmicas policristalinas (como o  $B_4C$ ) contêm defeitos (tais como, poros, grãos e inclusões com propriedades mecânicas que diferem da média), que são o seu ponto fraco. Com aquecimento rápido da superfície, ocorre a expansão térmica da substância, o que leva ao aparecimento de tensões compressivas. Quando a superfície é aquecida, as tensões de compressão serão maiores na direção longitudinal em relação ao plano da superfície, uma vez que a substância pode expandir-se livremente na direção transversal. Essa pressão assimétrica sobre os defeitos levará à transição de tensões de compressão em uma direção para tensões de tração em outra direção na vizinhança dos defeitos. Quando as tensões de tração atingem a resistência à tração máxima, o início da trinca começa, e pequenos volumes de matéria são destacados da superfície com a formação de crateras. Os autores definem que estatisticamente, esse processo ocorre quando a tensão compressiva atinge a resistência à compressão, desta forma assume-se que tal processo limita a temperatura operacional da cerâmica.

D.E. Cherepanov et al. (2023), fez um experimento para determinar a faixa de temperaturas em que ocorrem erosões no  $B_4C$  devido ao choque térmico. Neste sentido, os autores utilizaram uma técnica onde os choques térmicos foram simulados usando um laser de neodímio em vidro de silicato com bombeamento de lâmpada de xenônio pulsado. A amostra  $B_4C$  estava à temperatura ambiente dentro de uma câmara de vácuo a uma pressão de cerca de 4 Pa. Neste sentido os autores determinaram que os danos superficiais começam no caso de rápido aquecimento da superfície a temperaturas críticas na faixa de 1200–1400 K a uma temperatura inicial da amostra de 300 K.

#### 2.6 REVESTIMENTO DE FILMES FINOS

Na aplicação de materiais em bocais de foguetes, as temperaturas que os gases de exaustão impõem sobre este elemento são extremamente elevadas, normalmente ultrapassando os limites toleráveis por esses materiais, caracterizando em deformações plásticas, desta forma torna-se evidente a utilização de revestimentos para a proteção destes materiais.

De acordo com Mbam,Stephen Ogbonna et al. (2019) uma camada de material que varia de alguns nanômetros a vários micrômetros de espessura é chamada de filmes finos. A deposição de material de película fina pode ser sobre um substrato ou camada previamente depositada. O autor cita três métodos de deposição de filmes finos: deposição química, física e deposição eletro-hidrodinâmica.

Mbam,Stephen Ogbonna et al. (2019), definem que a deposição química é realizada por técnicas de CVD (*Chemical Vapor Deposition*), também conhecido como processo de vácuo, sendo um processo de exposição do substrato a um ou mais materiais voláteis (isto é, o precursor) no qual o precursor reagirá e se decomporá no substrato para produzir os filmes finos desejados.

Os mesmos autores definem que os métodos de revestimento físico são comumente chamados de deposição física de vapor (PVD), sendo este um processo no qual os materiais são transformados de uma fase sólida para uma fase de vapor e, em seguida, retornam a uma fase sólida de filme fino. O sólido de filme fino é sempre direcionado para depositar em uma superfície de substrato. O material de origem de filme fino é colocado em um ambiente energético e entrópico para permitir que as partículas escapem de sua superfície. O substrato é colocado estrategicamente para atrair as partículas energéticas à medida que chegam. Além disso, os substratos estão em energia mais baixa para permitir a condensação de partículas vaporizadas na chegada, formando assim películas finas sólidas sobre elas. A câmara de deposição à vácuo é mantida para permitir o movimento livre das partículas vaporizadas.

Uma das técnicas de PVD é o *ion plating*, sendo que Petersen, Christian (2024), define que nesta técnica o material de revestimento é vaporizado e ionizado por um arco elétrico, então impulsionado em alta velocidade em direção ao alvo, onde a carga elétrica das partículas ionizadas faz com que elas se liguem à superfície do alvo sendo geralmente feito em uma câmara de vácuo ou em uma atmosfera de gás inerte.

Rings, R. (2024) evidencia que uma vantagem da técnica *ion plating* em comparação com os métodos tradicionais de revestimento, se deve ao fato do mesmo ser considerado mais ecológico. O processo não utiliza produtos químicos perigosos e produz menos resíduos,

contribuindo para um menor impacto ambiental. Staton Coating (2024) aborda que os compostos orgânicos voláteis (COV) são compostos orgânicos que apresentam alta pressão de vapor à temperatura ambiente. Eles são poluentes, sendo perigosos para a saúde humana e causam danos ambientais. As técnicas de PVD são um processo seco e baseado em vácuo que elimina o uso de solventes líquidos e as emissões de COV associadas, resultando na melhoria da qualidade do ar.

Ohring, Milton (1992), aborda as principais caracterizações de filmes finos, sendo elas a espessura do filme; morfologia e estrutura do filme; superfície e composição do filme.

O autor expressa que para caracterizar a morfologia da superfície a técnica a ser aplicada é a utilização do microscópio eletrônico de varredura. Para a composição do revestimento e do substrato deve-se utilizar a espectroscopia de fluorescência de raios X (XRF). Bugnicourt, Elodie et al. (2016) traz que para a medição absoluta da espessura de filmes finos pode-se utilizar a técnica *offline* da medição da seção transversal utilizando o microscópio eletrônico de varredura.

K.L. Rutherford, I.M. Hutchings (1995), demonstra a utilização do teste de desgaste microabrasivo para verificar a resistência intrínseca ao desgaste para revestimentos finos, utilizando desta forma uma esfera para gerar cratera no revestimento e desta forma verificar o desgaste.

A CSM Instruments (2004) define na Equação 03 o coeficiente de desgaste K  $(x10^{-12} mm^2/N)$ , sendo que quanto maior o coeficiente menor a resistência ao desgaste.

$$K = \frac{\pi . b^4}{32L. F_{N}. d} \tag{3}$$

Onde:

K = Coeficiente de desgaste (x $10^{-12} mm^2/N$ );

b = o diâmetro da cratera de desgaste (mm);

L = distância de deslizamento (mm);

 $F_N$  = força normal na amostra (N);

d = diâmetro da esfera (mm).

#### 2.7 MATERIAIS PARA BOCAIS DE FOGUETES

Signorelli, Robert A. e Johnston, James R. (1963) ressaltam que no desenvolvimento de foguetes de propelente sólido, estes apresentam diversos problemas sendo um dos mais críticos a definição do material do bocal, onde este componente é normalmente não resfriado devendo suportar altas temperaturas, gases de exaustão de alta velocidade erosivos e corrosivos. O material pode ser removido do bocal por meio térmico, químico ou mecânico e a integridade estrutural do bocal pode ser destruída por rachaduras como resultado do choque térmico. Por causa das combinações complexas de mecanismos de falha do bocal, a previsão do comportamento dos materiais não pode ser com base em dados de propriedades físicas ou testes laboratoriais simples, sendo necessário estudos de falha de material do bocal que devem ser conduzidos em escala real dos motores de foguetes, no entanto devido ao alto custo com o bocal e vastas quantidades de propelente necessárias pode-se utilizar-se escala reduzida.

Sutton e Biblarz (2010), definem que para o bocal suportar as tensões e deformações impostas pelos gradientes térmicos e cargas os materiais empregados devem ter alta capacidade de absorção de calor (alto calor específico e alta demanda de energia para decomposição do material) e uma lenta transferência de calor, tendo bom isolamento com baixa condutividade térmica. A temperatura máxima permitida para qualquer um dos materiais do motor está logo abaixo da temperatura na qual ocorre o excesso de degradação.

Sutton e Biblarz (2010) ainda definem que para a estrutura do bocal pode-se utilizar materiais tais como alumínio (limitado a 515 °C). Para temperaturas entre 625 °C e 1200 °C o grupo de materiais que deve ser utilizado são os aços de baixo carbono, aços de alta resistência e ligas especiais.

Sutton e Biblarz (2010) determinam que o aço inoxidável vem sendo utilizado no cone de saída do bocal, por ser um metal leve e que suporta alta temperatura. Neste sentido, Nakka, Richard (2022) também traz a possibilidade de uso dos aços inoxidáveis como materiais de bocais.

A World Stainless (2020) traz que a utilização de aços inoxidáveis em aplicações aeroespaciais se deve a resistência à corrosão e à oxidação em alta temperatura e pela capacidade de manter suas propriedades mecânicas em uma ampla faixa de temperatura. A classe de aço inoxidável mais utilizada nas aplicações aeroespaciais são os aços inoxidáveis austeníticos, onde os mesmos podem ser aplicados nos tanques de combustíveis, componentes

de exaustão, motores sob alta temperatura e partes estruturais. Málek, Michal (2019), utiliza aço inoxidável 304 para a fabricação do bocal.

#### 2.7.1 Aços inoxidáveis

De acordo com Carbó, Hector Mario (2008), os aços inoxidáveis são ligas de ferro, carbono e cromo contendo um mínimo de 10,50% de cromo. Davis, Joseph R. (1998), ressalta que existem cinco famílias de aços inoxidáveis, sendo que quatro são baseados na característica cristalográfica estrutura/microestrutura das ligas da família: martensítica, ferrítica, austenítica ou duplex (austenítica mais ferrítica). Na quinta família, estão as ligas endurecíveis por precipitação, baseada no tipo de tratamento térmico utilizado, em vez da microestrutura. O autor, classifica os aços inoxidáveis da seguinte maneira:

Aços inoxidáveis martensíticos: são ligas de Fe-Cr-C que possuem estrutura cristalina tetragonal martensítica na condição endurecida. Como características, o autor destaca que estes aços são ferromagnéticos, endurecíveis por tratamentos térmicos e geralmente resistentes à corrosão apenas em ambientes relativamente suaves, possuindo de 10,5 a 18% de cromo, e o teor de carbono pode exceder 1,2%, onde os teores de carbono e cromo são equilibrados, com o objetivo de manter a estrutura martensítica. Estes aços são utilizados quando a aplicação requer resistência à tração, fluência e resistência à fadiga, desta maneira obtendo uma moderada resistência à corrosão e resistência ao calor até aproximadamente 650 °C.

Aços inoxidáveis ferríticos: são ligas de ferro-cromo com estrutura cristalina cúbica de corpo centrado, sendo que o teor de cromo está entre 11 a 30%, onde nestes aços estão contidos molibdênio, silício, alumínio, titânio e nióbio para conferir características particulares. O autor salienta que o enxofre e o selênio são usados para melhorar a usinabilidade. Desta forma, os aços inoxidáveis ferríticos podem ser excelentes em relação à corrosão e oxidação, sendo aplicações típicas em trocadores de calor e sistemas de tubulação.

Aços inoxidáveis duplex: são ligas bifásicas baseadas no sistema Fe-Cr-Ni, compreendendo proporções aproximadamente iguais de fases de ferrita e austenita na sua microestrutura, tendo baixo teor de carbono, em torno de 0,03%, contendo adições de molibdênio, tungstênio e cobre. Possuem teores típicos de cromo e níquel em torno de 20 a 30% e 5 a 8%. Se caracterizam pelo dobro de resistência em relação aos aços inoxidáveis austeníticos, possuindo ótima tenacidade e ductilidade.

Aços inoxidáveis de endurecimento por precipitação: são aços de cromo-níquel sendo passíveis de serem endurecidos pelo tratamento de envelhecimento. O autor frisa que o trabalho

a frio é às vezes usado para facilitar o envelhecimento, sendo que os elementos de liga, como alumínio, titânio, nióbio ou cobre, são usados para atingir o envelhecimento. Estes aços podem atingir elevadas resistência à tração chegando até 1700 MPa, com isso têm ductilidade e tenacidade com resistência à corrosão de moderada a boa.

Aços inoxidáveis austeníticos: são aços não magnéticos na condição recozida e podem ser endurecidos apenas por trabalho a frio, possuindo propriedades criogênicas e resistência a altas temperaturas, oxidação e resistência. O teor de cromo geralmente varia de 16 a 26%; o teor de níquel é menor ou igual a aproximadamente 35%; e o teor de manganês é menor ou igual a 15%. Os aços da série 200 contêm nitrogênio, contendo de 4 a 15% de manganês e teores de níquel de até 7%. Os aços da série 300 contêm maiores quantidades de níquel e até 2% de manganês. Nesta série, o autor identifica que alguns elementos podem ser adicionados para determinadas características, como o molibdênio, cobre, silício, alumínio, titânio e nióbio.

2.7.1.1 Aços inoxidáveis em altas temperaturas

De acordo com a Azo Materials (2002), a resistência à oxidação, ou incrustação, depende do teor de cromo da mesma forma que a resistência à corrosão, desta maneira grande parte dos aços austeníticos, com teores de cromo de pelo menos 18%, podem ser usados em temperaturas de até 870 °C. A resistência dos materiais a altas temperaturas é geralmente expressa em termos de sua resistência à fluência, sendo que os aços inoxidáveis austeníticos são bons nesta condição.

Na Tabela 6 a AISI (*American Iron and Steel Institute*) (2020), define as temperaturas máximas de serviço dos aços inoxidáveis. A AISI (2020), na Figura 13 demonstra a condutividade térmica dos aços austeníticos, martensíticos e ferríticos, onde observa-se que os austeníticos possuem condutividade térmica menor em comparação à ambos.

TEMPERATURA MÁXIMA SUGERIDA NO AR				
AISI	SERVIÇO INTERMITENTE °C	SERVIÇO CONTÍNUO °C		
201	815	845		

Tabela 6 – Temperaturas máximas sugeridas

202	815	845
301	840	900
302	870	925
304	870	925
308	925	980
309	980	1095
310	1035	1150
316	870	925
317	870	925
321	870	925
330	1035	1150
347	870	925
410	815	705
416	760	675
420	735	620
440	815	760
405	815	705
430	870	815
442	1035	980
446	1175	1095

Fonte: adaptado de AISI (2020).

Figura 13 - Condutividade térmica de três classes principais de aços inoxidáveis



Fonte: adaptado de AISI (2020).

O aço inoxidável austenítico 304, de acordo com a BS Stainless (2023), representa 50% do aço inoxidável usado em todo o mundo, tendo resistência à corrosão, excepcional ductilidade e soldabilidade e bom desempenho em altas e baixas temperaturas.

Este aço possui elevado teor de cromo, em torno de 18 a 20%. A AZO Materials (2019), demonstra as propriedades térmicas deste material, tendo um coeficiente de expansão térmica de 16 a  $18.10^{-6}$  K<sup>-1</sup>, e uma condutividade térmica de 14 a 17 W/m.K.

A AISI (2020) demonstra como o aumento de cromo na composição química dos aços inoxidáveis proporciona uma redução da perda em massa por demanda de alta temperatura, sendo que isto está destacado na Figura 14. Na Tabela 7, a norma ASTM A276, determina a composição química do AISI 304.



Figura 14 - Efeito do teor de cromo na escala de resistência (982 °C)

Fonte: adaptado de AISI (2020).

Carbono	Manganês	Fósforo	Enxofre	Silício	Cromo	Níquel
0,08%	2,00%	0,045%	0,03%	1%	18- 20%	8-11%

Tabela 7 – Composição química do AISI 304, % m

Fonte: adaptado da ASTM A276.

#### 2.7.2 Ligas especiais

Heanjia, A. (2015) identifica a utilização de super ligas como materiais para a fabricação nos motores de foguetes. As principais ligas são as à base de níquel, uma vez que Jewett e Halchak (1991), mostram a utilização do inconel 718 no motor principal do *Space Shuttle*, sendo responsável por 51% da massa do motor. Gowthaman K. et al (2020), utiliza inconel 718 como material para os bocais pela sua alta capacidade de suportar altas temperaturas. Heanjia, A. (2015) traz que as super ligas a base de níquel são amplamente utilizadas nos motores de foguete por oferecerem excelente resistência à corrosão, resistência à oxidação em temperaturas elevadas e manutenção de características significativas por um longo período nas diferentes faixas de temperatura. Os graus de inconel consistem em Ni, Cr e Fe e evitam o ataque de oxidação em limites de alta temperatura de até 982 °C.

Outro tipo de super ligas que Heanjia, A. (2015) cita são as ligas de níquel à base de cobalto, onde o autor exemplifica que estas ligas apresentam excelente durabilidade em altas temperaturas e resistem à oxidação, mantendo-se livres de fragilização por hidrogênio. São resistentes à corrosão e ao calor, além de possuírem excelentes propriedades em baixas temperaturas. Oferecem elevada resistência, prevenindo a corrosão, e são não magnéticos.

Dustre (2024) traz algumas desvantagens na utilização de super ligas, sendo elas o alto custo de produção e dificuldades de processamento, limitando seu uso. Pessoa, Edson Frota (2014) traz que um fator limitante que restringe a aplicação destas ligas em larga escala é o seu alto custo.

Como citado por Signorelli, Robert A. e Johnston, James R. (1963), uma das principais propriedades críticas aos bocais no que tange a sua integridade é a resistência ao choque térmico, neste sentido, a Böhler Brasil (2024) traz que uma das principais propriedades dos aços para trabalho com ferramentas a quente é a resistência ao choque térmico, prevenindo desta forma a formação precoce de trincas por fadiga térmica.

Deutsche Edelstahlwerke (2014), aborda que estes aços tem como seu principal alvo a utilização em conformação de peças de ferro e metais não ferrosos, assim como em ligas derivadas em altas temperaturas. Os mesmos são aplicados em processos como matriz de pressão, fundição, extrusão e forjamento também como na fabricação de tubos e produtos de vidro.

O autor traz que estes aços não são sujeitos apenas a temperaturas consistentemente altas mas também a flutuações térmicas que ocorrem onde a superfície da ferramenta entra em contato com os materiais a serem processados, neste sentido o autor enfatiza que combinado com o desgaste causado por abrasão ou impacto, essas tensões térmicas constituem diversos requisitos específicos nestes aços para trabalho com ferramentas a quente, assim as principais demandas são a alta resistência ao revenido, resistência ao choque térmico, resistência a altas temperaturas, tenacidade a alta temperatura e resistência ao desgaste.

Pickering F. (1987) apud Krumphals, Friedrich (2014), aborda que os aços utilizados como ferramentas para operações em altas temperaturas são frequentemente empregados em condições temperadas e revenidas. Após o processo de revenimento a temperaturas em torno de 550-650 °C, dependendo da composição da liga, é possível obter uma resistência adequada. Para manter as propriedades em temperaturas elevadas, é necessária uma maior resistência ao revenido. Elementos de formação de carboneto robustos, como vanádio, cromo, tungstênio e molibdênio, desempenham um papel crucial no aumento eficaz da resistência do material.

Mayerhofer, J. (1998) apud Krumphals, Friedrich (2014), neste sentindo identifica que quando estes aços são expostos a altas temperaturas, esses componentes têm uma função crucial, uma vez que se precipitam na forma de carbonetos de liga fina. Esses carbonetos não apenas retardam o amolecimento ao longo do tempo de uso, mas também aumentam a dureza do aço. A temperatura de trabalho destes aços ferramentas é mantida constantemente acima de 200 °C. Por meio desse processo, é possível formar materiais expostos a temperaturas entre 400 e 1200 °C.

Desta maneira o autor identifica que o tempo que o material fica em contato com o aço pode ser de milissegundos até minutos, onde quanto mais tempo dura o contato, maior se torna a área de superfície do aço, onde fenômenos dependentes do tempo de alta temperatura, como fluência, podem ocorrer, além das cargas de fadiga independentes do tempo cíclico. Assim, um aço para trabalho a quente deve conter quatro propriedades principais:

 Alta resistência ao revenido, com o objetivo de evitar uma diminuição na dureza devido a cargas térmicas durante o uso, que é mantida por uma desaceleração da martensita. dissolução por elementos de liga, precipitação de carbonetos secundários (Cr, W, Mo, V) e tratamento térmico especial;

2 - Uma exigente resistência a quente, dureza e resistência ao desgaste em altas temperaturas para garantir deformação e resistência ao desgaste, que podem ser alcançadas em

temperaturas de revenido em torno de 600 °C pelo fortalecimento da solução sólida e precipitação de compostos intermetálicos;

3 - Uma tenacidade exigente para evitar fraturas frágeis em zonas com altas tensões concentradas onde também são necessárias homogeneidade e pureza;

4 - Resistência ao choque térmico para evitar trincas causadas por flutuações térmicas onde pode ser melhorado por uma boa condutividade térmica e baixa expansão térmica, alta tenacidade, homogeneidade e resistência a quente.

Neste sentido Deutsche Edelstahlwerke (2014), identifica o aço para trabalho com ferramentas a quente, Thermodur 2367 EFS (*single melt extra fine structure*) (DIN 1.2367), um aço com estabilidade em alta temperatura, tendo excelente resistência ao revenido, choque térmico, fadiga térmica, resistência a erosão e abrasão. Na Tabela 8, Deutsche Edelstahlwerke (2014) traz a composição química do Thermodur 2367 EFS.

Composição Química						
ElementoCSiCrMoVS						
%	0.37	0.40	5.0	3.0	0.60	0.03 Máx.

Tabela 8 – Composição química (% m) Thermodur 2367 EFS (DIN 1.2367)

Fonte: Deutsche Edelstahlwerke (2014).

Fuchs, K. D. (2006) denota que o Thermodur 2367 EFS (DIN 1.2367) apresenta boa resistência a oxidação a altas temperaturas, excelente resistência ao desgaste e estabilidade dimensional. Fuchs, K. D. (2006) apud Nogueira de Morais, Natasha (2019), traz no Gráfico 1 a comparação de resistência a fadiga térmica de três aços para trabalho a quente, onde o aço DIN 1.2367 apresenta comprimento total de trincas inferior aos dos dois assim demonstrando sua maior resistência à fadiga.



Gráfico 1 – Comprimento total de trincas em mm de aços para trabalho a quente

Fonte: Fuchs, K. D. (2006) apud Nogueira de Morais, Natasha (2019).

Deutsche Edelstahlwerke (2014), determina que a faixa de dureza para o tratamento térmico do Thermodur 2367 EFS é de 44-48 HRC. M. Tercelj, A. Smolej, P. Fajfar e R. Turk (2007) apud Krumphals, Friedrich (2014), expressa que o meio de têmpera ar, óleo, banho quente, banho de sal ou nitrogênio para endurecimento a vácuo ou tratamento criogênico, varia de acordo com o tipo de aço. Taxas de resfriamento muito baixas podem resultar em formação de precipitados de carboneto pré-eutetóide ou em grande quantidade de bainita, enquanto resfriamentos muito rápidos podem causar distorção e rachaduras devido à tensão. As temperaturas de revenido costumam situar-se entre 550 e 650 °C, tipicamente realizadas em duas ou três etapas distintas, cada uma durando de uma a duas horas. Quanto mais alta a temperatura de revenido, maior a redução da dureza devido à decomposição da martensita, tornando o material mais tenaz.

A estabilidade dimensional durante o tratamento térmico se torna importante em uma peça tão complexa como o bocal de um motor de foguete. Neste sentido, a têmpera e revenimento a vácuo se tornam uma alternativa uma vez que a Isoflama (2024), explicita que o resfriamento realizado no mesmo equipamento, com taxas controladas e sem a necessidade de movimentação de peças quentes, acaba minimizando as tensões e normalmente mitigam-se os riscos de trincas e deformações. Como aços para trabalho a quente temperáveis a vácuo a publicação traz os aços AISI H11, AISI H13, WNR 1.2367 e suas variantes. Na Figura 15 Vendramin, João Carmo (2023) traz as deformações impostas pelos tipos de meios de resfriamento para a têmpera e para o revenimento.

Tipo de	D	eformação en	n %	+0,12
Resfriamento	Largura	Comp/mto	Espessura	+0.08
Ál	-0,08	-0,06	+-0	0
Uleo	-0,15	-0,16	+0,30	-0.04
٨٢	-0,02	-0,05	+-0	-0.08
A	+0,03	-0,02	+0,05	100 200 300 400 500 600 700
Visiona (NL)	+0,01	-0,02	+0,08	210 390 570 750 930 1110 1290 Temperature (1b + 1b)
vacuo (N2)	+0,02	-0,04	+0,12	Deformação [%] no Revenimento

Figura 15 – Deformações no revenimento

Fonte: Vendramin, João Carmo (2023).

Deutsche Edelstahlwerke (2014), delimita as temperaturas de revenimento para a determinação da dureza para o Thermodur 2367 EFS na Tabela 9. Na Tabela 10, temos o coeficiente de expansão térmica do material de acordo com a faixa de temperatura a que ele é exposto. Na Tabela 11, o autor determina a condutividade térmica de acordo com a temperatura e a condição do material.

Tabela 9 – Temperaturas de revenimento para a determinação da dureza (Thermodur 2367 EFS)

Revenimento °C	100	200	300	400	500	550	600	650	700
Dureza	57	55	53	52	55	55	52	45	36
(HRC)	51	55	55	52	55	55	52	Ъ	50

Fonte: Deutsche Edelstahlwerke (2014).

Tabela 10 – Faixa de temperatura para o coeficiente de expansão térmica (Thermodur 2367

				/			
Faixa de							
temperatura	20-100	20-200	20-300	20-400	20-500	20-600	20-700
°C							
Coeficiente							
de							
expansão	11.0	10.5	10.0	10.0	12.1	12.2	12.5
térmica	11.9	12.5	12.0	12.8	13.1	13.3	13.5
10 <sup>-6</sup> m/							
(m. K)							

Fonte: Deutsche Edelstahlwerke (2014).

Tabela 11 – Condutividade termica (Thermodul 2507 EFS)					
Condutividade térmica °C	20	350	700		
W/(m.K) - Recozido	30.8	33.5	35.1		
W/(m.K) –					
Temperado e revenido	29.8	33.9	35.3		

Tabela 11 – Condutividade térmica (Thermodur 2367 EFS)

Fonte: Deutsche Edelstahlwerke (2014).

#### 2.8 ESTUDO DE CASO PHOENIX ROCKET TEAM

No projeto de extensão *Phoenix Rocket Team* da Universidade de Caxias do Sul no campus CARVI em Bento Gonçalves – RS, são realizados projetos e construções de foguetes de nível universitário. O grupo realiza diversos testes para o desenvolvimento do motor do foguete, onde os mesmos são: teste estático sem monitoramento; teste estático com monitoramento e lançamento do foguete. No teste estático não monitorado o mesmo é realizado em um local seguro, afastado, com proteções, tendo o objetivo de promover segurança e confiabilidade, sendo este o primeiro a ser realizado para um motor ainda não validado, sendo realizado diversas vezes antes de partir para a segunda etapa: o teste estático monitorado. Este é atualmente realizado em uma bancada de aquisição de dados, onde são aferidos o empuxo gerado pelo foguete através de uma célula de carga e a pressão interna exercida na câmara de combustão. A última etapa ocorre no lançamento, para verificar o comportamento aerodinâmico do foguete como um todo.

Desta forma, os componentes dos motores são expostos a muitos testes consecutivos, ocasionando grandes esforços sobre os mesmos. O bocal do foguete, que tem o propósito de converter a energia químico/térmica gerada na câmara de combustão em energia cinética, produzindo o empuxo, é o elemento que mais sofre com gradientes térmicos, desta forma o grupo enfrenta problemas na utilização do mesmo quanto a sua durabilidade, assim inviabilizando a sua utilização após dois testes pelo fato do bocal apresentar deformações plásticas. O material atualmente empregado pela equipe é o AISI 304, o propelente utilizado, é o nitrato de potássio (KNO<sub>3</sub>)/sacarose (C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>O<sub>11</sub>), comumente chamado de KNSu, que chega a temperaturas de combustão em torno de 1720 K (Nakka, Richard, 2023). Desta forma, delimitou-se que é necessário realizar um revestimento na superfície interna do bocal, com o objetivo de diminuir as deformações impostas pelo alto gradiente térmico sofrido pelo bocal e

pelo material atual empregado ter uma temperatura de serviço abaixo do solicitado. Na Figura 16, foi realizado o diagrama de Ishikawa para delimitar o problema que afeta o bocal.



## 2.9 TRABALHOS CORRELATOS

Oliveira, Fábio Silva da (2013) realizou um trabalho onde o mesmo analisou bocais para um motor de foguete a propelente híbrido. O autor propôs a solução de empregar ligas de CuCr na fabricação dos bocais. O mesmo definiu a escolha deste material devido ao fato deste apresentar elevada condutividade térmica, resistência à corrosão e resistência mecânica, além de baixo custo e facilidade de fabricação de bocais comparada com tubeiras de carbonocarbono, no entanto o autor destaca que o seu ponto de fusão, entorno de 1080 °C, é inferior à temperatura dos gases quentes.

Neste sentido, o autor propôs revestimentos cerâmicos para atuar como barreira térmica. Foram revestidos bocais de CuCr com zircônia estabilizada com ítria (7-8YSZ) pelo processo de pulverização térmica. Desta forma foram realizados testes em bancada nos bocais, com e sem revestimento, para avaliar o desempenho em exercício. O autor buscou realizar testes com bocais de carbono-carbono e grafite para comparação. Assim, a conclusão encontrada foi que os bocais de CuCr com revestimento cerâmico apresentaram desempenho satisfatório, assim se tornando candidatos para futuras aplicações associadas ao processo de refrigeração regenerativa com óxido nitroso.

## **3 MATERIAIS E MÉTODOS**

#### 3.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

Nesta seção serão abordados os materiais e métodos empregados neste estudo. Na Figura 17 o bocal utilizado neste trabalho é exemplificado. O bocal é do tipo cônico, no formato convergente/divergente, sendo que o motor que ele faz parte é da classe H. As dimensões foram definidas pela Equipe Phoenix Rocket Team, visando um motor da classe H, com altitude estimada de 500 m, desta forma esta definição geométrica não é discutida no trabalho sendo usada como a base, onde as variáveis a serem analisadas são os materiais de substrato e os revestimentos. No Anexo A, está exemplificada a utilização da planilha SRM (Solid Rocket Motor) de Richard, Nakka (2014), com a definição geométrica do bocal. O bocal apresenta 1 mm a mais no comprimento do que indica a tabela do autor devido ao aumento da seção da garganta para facilitar a usinagem. As superfícies demarcadas em vermelho receberam os revestimentos. Na Figura 18 está demonstrado o fluxograma deste trabalho.



Fonte: O Autor (2024).



Figura 18 – Fluxograma do estudo

Como ponto de partida têm-se a temperatura da garganta do bocal, sendo esta a região com maior temperatura da mesma, como visto na fundamentação teórica. A temperatura na

Fonte: O Autor (2024).

câmara de combustão é fornecida pelo software ProPep. Para isto são necessários alguns dados de entrada, tais como a temperatura do propelente, a pressão da câmara de combustão, a proporção do KNSu e a pressão de exaustão dos gases, sendo estes dados fornecidos pelo banco de dados da *Phoenix Rocket Team*, resultantes de diversos ensaios estáticos com este motor.

Desta forma a temperatura do propelente é 25 °C (298 K), sendo a temperatura ambiente. A pressão interna da câmara de combustão é de 1,5 MPa (217 psi) e a pressão de exaustão dos gases é a ambiente – 1 ATM (14,7 psi). A proporção de propelente utilizada é de 65% de nitrato de potássio e 35% de sacarose em massa. Desta maneira, o *software* retorna uma temperatura da câmara de combustão de 1657,3 K. Neste sentido, utilizando a Equação 02, onde o fator K retorna um valor de 1,133, como exposto para o KNSu, nos apresenta uma temperatura da garganta de 1297,83 °C. Na Figura 19, o retorno do *software* está demonstrado. O tempo estimado de queima do propelente é de 1,6 s.

ProPenMain	
- Florepindin	
File Options Multiple Runs Notes About	
Propellant Formulation Grain Information Test Burns Comp	pute A & N
Ingredients Name knsu V	Operating Conditions
POTASSIUM NITRATE ~	65.00 Temp. of Ingredients (K) 298
SUCROSE (TABLE SUGAR)	35.00 Chamber Pressure (PSI) 217
~	0.00
~	0.00 Exhaust Pressure (PSI) 14.70
~ ~	0,00
~	0.00 Boost Velocity and Nozzle Design
×	0.00
×	0.00 Colculato ISP* 115 1508
	0.00 Density 15 of
~	0,00 Density TE-05
~	0.00 Molecular Wt. 36.81581
~	0,00 Chamber CP/CV 1.13912
~	0,00 Chamber Temp. 1657,292
Total Wt. (grams)	100,00 Display Nozzle Results Graphs

Figura 19 - Propep

Fonte: O Autor (2024).

Sutton e Biblarz (2010), sugerem na seção 2.7 que a faixa de utilização dos aços de alta resistência e ligas especiais na estrutura dos bocais é limitada a faixa de exposição de 625 °C até 1200 °C, neste sentido como a temperatura da garganta supera este valor torna-se necessária a utilização de revestimento interno para não alcançar a temperatura de degradação do material.

Os materiais de substrato utilizados neste trabalho são respectivamente: aço inoxidável AISI 304 fornecido pela empresa Favorit, sendo que o laudo da composição química do material consta no Anexo B; Thermodur 2367 EFS fornecido pela empresa Swiss Steel, onde o laudo da composição química do mesmo está presente no Anexo C.

# 3.2 ESPECTRÔMETRO DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X

Como posto no Fluxograma na Figura 18, para ambos os materiais de substrato foram realizadas análises via XRF (espectrômetro de fluorescência de raios X) utilizando o modelo Shimadzu EDX-7000. As análises foram realizadas com uma janela de medição de 10 mm (colimador de 10 mm). Foram utilizadas três amostras de cada material e realizada a média das medições. Na Figura 20 estão as amostras de AISI 304 que foram utilizadas para realizar a análise dos materiais, e na Figura 21 são apresentadas as amostras de Thermodur 2367 EFS em A.



Figura 20 – Amostras para análise XRF – AISI 304

Fonte o Autor (2024).



Figura 21 – Amostras para análise XRF – Thermodur 2367 EFS

Fonte o Autor (2024).

# 3.3 TRATAMENTO TÉRMICO DOS BOCAIS

Neste trabalho foram fabricados dezoito bocais por meio de usinagem, sendo nove bocais de Thermodur 2367 EFS e nove bocais de AISI 304. Na Figura 22 a usinagem dos bocais está exposta (nesta imagem observa-se um bocal de Thermodur 2367 EFS após processo de torneamento). Os bocais de Thermodur 2367 EFS foram tratados termicamente, utilizando têmpera a vácuo, com o objetivo de diminuir a deformação imposta durante o tratamento, conforme aponta Vendramin, João Carmo na Figura 15. Foi realizado triplo revenimento nestes bocais com o objetivo de alcançar a faixa de dureza 44-48 HRC proposta por Deutsche Edelstahlwerke (2014). O tratamento térmico foi realizado pela empresa Tecnovacum onde o primeiro revenimento foi realizado a 500 °C, o segundo revenimento 610 °C e o terceiro revenimento 615 °C, alcançando uma dureza superficial de 46 HRC. Este mesmo tratamento foi realizado nas amostras utilizadas para a caracterização do material e revestimentos. O laudo fornecido pela empresa está no Anexo D. O laudo do durômetro utilizado pela empresa para a medição das peças está no Anexo E. Na Figura 23 estão demonstrados os bocais e amostras tratados termicamente.

Figura 22 – Usinagem dos bocais



Fonte: o Autor (2024).

Figura 23 – Bocais e amostras de Thermodur 2367 EFS pós tratamento térmico



Fonte: o Autor (2024).

#### 3.4 REVESTIMENTO DOS BOCAIS

Neste trabalho como materiais de revestimento foram utilizados o carbeto de boro B<sub>4</sub>C e a zircônia parcialmente estabilizada com 3% em mol de ítria 3Y - PSZ. Inicialmente foi realizada a deposição dos filmes finos por meio da técnica de ion plating em 2 amostras de cada material de substrato analisado e em 6 bocais de cada material. Para cada amostra foi depositado um revestimento diferente, e para os bocais foram realizadas três deposições de 3Y - PSZ para cada material de substrato e três deposições de B<sub>4</sub>C respectivamente. Três bocais de cada material de substrato não receberam nenhuma deposição de revestimento com o objetivo de realizar uma comparação frente aos bocais revestidos. Na Tabela 12, a disposição das configurações dos bocais está colocada, com os seus respectivos códigos de identificação, onde SS remete a Stainless Steel (Bocais de AISI 304) e TH remete a Thermodur 2367 EFS. Os números subsequentes a estas iniciais são as datas de gravação dos códigos dos bocais.

Tabela 12 – Configurações dos bocais analisados						
	CONFIGURAÇOES DOS BOCAIS					
CÓDIGO BOCAL	MATERIAL DE SUBSTRATO	REVESTIMENTO				
01-SS-061123	AISI 304	Sem revestimento				
02-SS-061123	AISI 304	Sem revestimento				
03-SS-061123	AISI 304	B <sub>4</sub> C				
04-SS-061123	AISI 304	3Y - PSZ				
05-SS-061123	AISI 304	3Y - PSZ				
06-SS-061123	AISI 304	B <sub>4</sub> C				
07-SS-061123	AISI 304	B <sub>4</sub> C				
08-SS-061123	AISI 304	Sem revestimento				
09-SS-061123	AISI 304	3Y-PSZ				
01-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	B <sub>4</sub> C				
02-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	B <sub>4</sub> C				
03-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	Sem revestimento				
04-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	3Y-PSZ				
05-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	Sem revestimento				
06-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	3Y-PSZ				
07-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	Sem revestimento				

\_ . . . . . **a c** ~ -. .

08-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	3Y-PSZ
09-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	B <sub>4</sub> C

Fonte: o Autor (2024).

Para realizar a deposição via *ion plating* nos bocais e amostras de Thermodur 2367 EFS previamente foi realizado o lixamento dos bocais e amostras usando lixa de granulometria 600 para ambos. Para todas os bocais e amostras depositadas via *ion plating* foi realizada a limpeza das superfícies por meio de *etching* de argônio, com o objetivo de eliminar as impurezas da superfície desta forma garantindo a deposição do revestimento diretamente sobre o substrato (Thermodur 2367 EFS ou AISI 304). A preparação da superfície é crítica para a eficiência do processo de modificação da superfície, sendo o *etching* um exemplo de limpeza física na qual as impurezas da superfície, incluindo óxidos, são removidas por bombardeio de íons. O *etching* foi realizado utilizando radiofrequência de 70 W por 15 minutos nas amostras.

Com isto, após esta etapa foi realizada a deposição dos revestimentos (3Y-PSZ e  $B_4C$ ), por meio do *ion plating*. O equipamento utilizado para fazer a deposição trabalha em temperatura ambiente, funcionando com uma tensão de 6000 V e com um canhão de elétrons com uma corrente de emissão de 16,5 A. O monitoramento da taxa de deposição é realizado por um medidor de espessura de cristal piezelétrico.

Para a 3Y-PSZ, utilizou-se como parâmetros de deposição as seguintes correntes: corrente de filamento (18 A); corrente de emissão (182 mA) e corrente na bobina (0,31 A). Em relação ao carbeto de boro foram utilizadas as seguintes correntes: corrente de filamento (17,2 A); corrente de emissão (190 mA) e corrente na bobina (0,32 A).

Nas Figuras 24 e 25 temos os bocais sendo inseridos no equipamento de *ion plating* e o dispositivo utilizado para colocar as peças nele.



Figura 24 – Dispositivo de deposição ion plating

Fonte: o Autor (2024).

Figura 25 – Dispositivo para colocação das peças no equipamento de ion plating



Fonte: o Autor (2024).

Na sequência abaixo estão os bocais utilizados no estudo pós deposição dos revestimentos. Na Figura 26 têm-se todos os bocais utilizados, na Figura 27 os bocais de AISI 304 revestidos, na Figura 28 os bocais de Thermodur 2367 EFS revestidos. Na Figura 29 estão presentes os bocais de Thermodur 2367 EFS e AISI 304 que não foram revestidos.

<image>

Fonte: o Autor (2024).





Fonte: o Autor (2024).



Figura 28 - Bocais de Thermodur 2367 EFS revestidos

Fonte: o Autor (2024).

Figura 29 - Bocais de Thermodur 2367 EFS e AISI 304 não revestidos



Fonte: o Autor (2024).

## 3.5 MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA (MEV)

Com a etapa da deposição dos revestimentos sob os substratos realizada foi iniciada a caracterização dos mesmos. A primeira análise realizada foram as medições das espessuras dos revestimentos. A análise foi conduzida utilizando as amostras, onde foram realizadas três medições para cada revestimento. O equipamento utilizado foi o microscópio eletrônico de varredura (MEV) com feixe eletrônico por emissão de campo FEG (*Field Emission Gun*). O MEV utilizado foi o Mira 3 Tescan com magnificação até 1.000.000 x.

## 3.6 ENSAIO DE MICROABRASÃO

Nos ensaios de microabrasão foi utilizado o equipamento Calotest da CSM Instruments (Figura 30) para verificar a microabrasão em cada amostra com sua respectiva configuração.

Como abrasivo utilizou-se o DiaDuo2, *Struers* de 1 micrômetro em suspensão aquosa. O diâmetro da esfera utilizada no equipamento é de 25,4 mm, sendo que o equipamento desenvolve uma velocidade de 200 RPM. Foi realizada a calibração da célula de carga, onde observou-se a relação de 0,0131 N/mV. Na análise utilizou-se sete parâmetros de análise observando-se o número de rotações por minuto. Analisou-se, portanto, os seguintes parâmetros: 1; 200; 400; 600; 800; 1000 e 1200 RPM. Em cada parâmetro observado, foi verificado o diâmetro da cratera causado na amostra. Com estes resultados e parâmetros tornase possível definir o coeficiente de desgaste para cada configuração.

Previamente a análise no ensaio de microabrasão foi realizada a verificação da rugosidade média (Ra) das amostras, a partir das medições em um perfilômetro (112, *TayloHobson*, Inglaterra) utilizando-se 3 trilhos de 10 mm em 3 direções distintas (0°,45°,90°), onde o Thermodur 2367 EFS sem revestimento apresentou as seguintes rugosidades: 0,0799  $\mu$ m, 0,1083  $\mu$ m e 0,0934  $\mu$ m desta forma resultando em uma Ra média de 0,0939  $\mu$ m. Já o AISI 304 com revestimento de 3Y-PSZ apresentou as seguintes medições: 0,0753  $\mu$ m, 0,0782  $\mu$ m e 0,0708  $\mu$ m resultando em uma Ra média de 0,0748  $\mu$ m.

Para a análise nos ensaios de microabrasão, foram utilizadas as seguintes configurações: Thermodur 2367 EFS; Thermodur 2367 EFS +  $B_4C$ ; Thermodur 2367 EFS + 3Y – PSZ; AISI 304; AISI 304 +  $B_4C$  e AISI 304 + 3Y – PSZ. Na Figura 31 temos uma amostra de  $B_4C$  passando pelo ensaio de microabrasão.



Fonte: o Autor (2024).





Fonte: o Autor (2024).

# 3.7 ENSAIOS ESTÁTICOS

Com as etapas de caracterizações dos revestimentos realizadas iniciou-se a etapa de ensaios estáticos. Os ensaios estáticos foram realizados em uma bancada de ensaios estáticos desenvolvida pela *Phoenix Rocket Team* com apoio da FUNCATE (Fundação de Ciência, Aplicações e Tecnologia Espaciais) que é equipada com célula de carga, pressostato e dois pirômetros ópticos. Em A na Figura 32, temos a célula de carga de 5000 N, GL500 da *Alfa Instruments*. Em B está o pressostato com capacidade de medição de 0 a 60 Bar, pressostato NP400, da *Novus Automation*. Em C temos o pirômetro óptico Impac IGA 310 MB15 que possui uma faixa de medição de 500 a 1500 °C. Em D temos o pirômetro óptico Optris CT 3MH

- CF 2,3 µm, possuindo uma faixa de medição de 100 a 600 °C com um limite superior de alarme de 500 °C.



Figura 32 - Bancada de ensaios estáticos

Fonte: o Autor (2024).

## 3.7.1 Calibração da emissividade dos pirômetros

Para os pirômetros foi realizada a calibração dos mesmos para encontrar a emissividade de ambos. Foi realizada a análise em um forno mufla Quimis 318M21 que possui temperatura máxima de trabalho de 1200 °C, sensor de temperatura tipo K e uma potência de 1720 W. A calibração foi conduzida colocando um bocal de teste de AISI 304 (que não foi utilizado para os ensaios na bancada) no interior do forno, onde foram colocadas temperaturas específicas no forno e desta maneira apontou-se os pirômetros para o bocal para verificar se a temperatura informada pelo pirômetro era a mesma fornecida pelo forno. Neste sentido para o pirômetro óptico Optris CT 3MH – CF foi encontrada uma emissividade de 0,3 a uma temperatura de 450 °C (Figura 34), já para o pirômetro óptico Impac IGA 310 MB15 foi encontrada uma emissividade de 0,45 a 903 °C. Para ambas as análises o bocal foi deixado cerca de 5 minutos nestas temperaturas dentro do forno para a mesma ser homogênea em todo o bocal. Foram mantidas estas emissividades em todos os ensaios realizados.



Fonte: o Autor (2024).

Figura 34 - Calibração pirômetro óptico Optris CT 3MH - CF



Fonte: o Autor (2024).

### 3.7.2 Sistema de aquisição de dados da bancada de ensaios estáticos

A bancada possui um sistema de aquisição de dados (*datalogger*) baseado no microcontrolador ESP32 que foi desenvolvido para monitorar e registrar parâmetros físicos, como pressão, força e temperatura, para aplicação direta em sistemas tipo laboratoriais. Sua arquitetura possibilita a interface com diversos sensores e módulos periféricos, cada um desempenhando funções específicas para permitir uma coleta de dados consistente em taxa amostral elevada (15 ms à 20 ms) para todas as leituras, relativos a 1 ciclo operacional.
- ESP32 Datalogger: Funciona como a unidade central de processamento, responsável por coletar, armazenar e processar os dados provenientes dos sensores. O sistema realiza a aquisição dos dados a uma taxa aproximada determinística de 20 ms, o que possibilita capturar alterações mais rápidas nos parâmetros monitorados. Adicionalmente, são aplicados filtros digitais aos sinais, com o objetivo de reduzir ruídos e flutuações, aprimorando a qualidade das informações coletadas, durante o ensaio, delimitando a aquisição para somente no momento da geração de empuxo.
- 2) Cartão de Memória microSD: Fornece um meio de armazenamento para os dados adquiridos, permitindo arquivar informações para análises posteriores. O sistema utiliza *bufferização* dos dados, otimizando o processo de escrita no cartão SD e reduzindo a possibilidade de perda de dados durante operações. O arquivo final gerado está no formato .csv, permitindo sua leitura de forma prática em leitores de planilhas.
- 3) Interface Homem-Máquina (IHM) Display: Facilita a visualização em tempo real dos dados, oferecendo ao operador acesso imediato às informações sobre os parâmetros monitorados. O display também apresenta dados de status, como o tempo de aquisição e o estado dos sensores para os valores máximos absolutos obtidos durante o ensaio, como pressão e força. O mesmo está demonstrado na Figura 36.
- Interface de Controle: Consiste em botões que permitem ao usuário interagir com o sistema, ajustando configurações, iniciando e interrompendo a coleta de dados, e ativando modos específicos de operação.
- 5) Sensor de Pressão: Transforma a pressão em um sinal elétrico, agindo diretamente como um transdutor (0-60 Bar para 4-20 mA) em aplicações que exigem acompanhamento de variações de pressão. O sinal passa por filtros digitais para atenuar ruídos, o que ajuda a representar melhor as condições reais do ensaio.
- 6) Célula de Carga com Amplificador HX711: Mede forças ou pesos aplicados e utiliza o módulo HX711 para amplificação e digitalização do sinal analógico, aumentando a sensibilidade do sistema. O sinal gerado passa por *bufferização* e filtragem antes de ser processado pelo ESP32, buscando melhorar a linearidade para o sistema de 1<sup>a</sup> ordem.
- 7) Conversor A/D ADS1115: Com uma resolução de 16 bits, o ADS1115 converte os sinais analógicos dos sensores em digitais, o que é especialmente útil para sensores que requerem uma interpretação mais detalhada dos dados. A comunicação com o ESP32 ocorre por protocolo I2C, facilitando a identificação do módulo pelo microcontrolador.
- Sensores de Temperatura Infravermelho: Permitem a medição de temperatura sem contato direto, utilizando radiação infravermelha. São recomendados para

monitoramento térmico onde não é desejado interferir fisicamente com o objeto ou superfície. Os dados de temperatura passam por filtros digitais internos ao microcontrolador, para reduzir interferências e manter a estabilidade da medição. Na Figura 35 está exposto o fluxograma deste sistema de aquisição de dados.



Figura 35 - Fluxograma do sistema de aquisição de dados da bancada de ensaios estáticos

Fonte: o Autor (2024).



Figura 36 - IHM - Sistema de aquisição de dados da bancada de ensaios estáticos

Fonte: o Autor (2024).

#### 3.7.3 Metodologia de fabricação do propelente sólido

O propelente utilizado nos ensaios foi o KNSu, sendo que o mesmo foi fabricado mantendo sempre a proporção de 65% de nitrato e 35% de sacarose. Na preparação do propelente utilizou-se o Termo-Higrômetro Digital FEPRO-MUT50 (Certificado no Anexo F) para verificar a umidade do ambiente na preparação, armazenagem e moagem do propelente estando sempre próxima de 45%. Foi utilizado para a conformação do grão um sistema desenvolvido pela *Phoenix Rocket Team* que mantém uma repetibilidade do processo, sendo as peças utilizadas fabricadas com usinagem de precisão, desta forma o propelente inserido nos motores possui sempre a mesma geometria e para o mesmo foi verificada a massa utilizada em todos os testes para manter a constância.

A geometria do grão propelente, câmara de combustão, e tampo utilizados decorrem do trabalho de Rui, Gabriel (2020) onde foi desenvolvido o projeto destes componentes. Os mesmos foram utilizados desta maneira pois o objeto de estudo deste trabalho são os materiais de substrato e revestimentos utilizados no bocal, desta forma estes componentes não são abordados. Na Figura 37 estão alguns exemplos de grãos propelentes utilizados, sendo que os mesmos são envoltos por uma camada de PVC, sendo este o inibidor de queima. Nesta imagem está presente o bocal 07-TH-171123 antes do segundo ensaio estático, com os dois grãos propelentes, a câmara de combustão e o tampo superior com a saída para o pressostato. Nos grãos propelentes em todos os ensaios mensurou-se a massa do inibidor e após a prensagem do

grão a massa total, assim subtraindo um pelo outro temos a massa líquida de propelente. Na Figura 38 temos o motor já montado para o ensaio.



Figura 37 – Motor desmontado previamente ao ensaio estático

Fonte: o Autor (2024).

Figura 38 - Motor montado para posterior ensaio estático



Fonte: o Autor (2024).

### 3.7.4 Metodologia dos ensaios estáticos

A metodologia adotada nos testes estáticos seguiu a seguinte dinâmica: os testes foram realizados de maneira que todos os bocais passassem pelo primeiro teste independente de material de substrato e revestimento. Com isto após estes primeiros ensaios todos os bocais foram submetidos aos segundos ensaios e após aos terceiros totalizando desta maneira 54 ensaios estáticos. Para os ensaios seguiu-se uma metodologia que consiste em realizar a moldagem dos grãos propelentes conforme mencionado acima com o mecanismo da *Phoenix Rocket Team*, onde após esta moldagem (todos os grãos tiveram a mesma tonelagem exercida (7 Ton)) é verificada a massa de propelente inserida no motor com o auxílio de uma balança de precisão. A moldagem dos grãos foi realizada em uma prensa manual, realizada em temperatura ambiente e umidade próxima aos 45% mensurada com o Termo Higrômetro Digital FEPRO-

MUT50, onde são inseridas 249,93 g de propelente nos dois inibidores de queima, onde após a inserção do propelente nos mesmos, o conjunto propelente e inibidor denomina-se grão propelente. Posto isto é inserido na câmara de combustão os grãos propelentes e após o motor é fechado utilizando o próprio bocal e o tampo superior. No tampo superior fica alocada a mangueira responsável por realizar a conexão com o pressostato que realiza a medição da pressão interna da câmara de combustão.

Finalizada esta etapa de montagem do motor foguete, parte-se para a colocação do mesmo na bancada de ensaios estáticos, onde o mesmo é preso por garras de alumínio que realizam a sua fixação a bancada. Neste sentido o motor fica encostado em uma peça que é anexa a célula que irá mensurar a força de empuxo exercida pelo motor sobre ela. Na ponta do motor está o ignitor composto por resistor e pólvora sendo este o responsável pela ignição do motor, sendo a ignição remota por meio de acionamento elétrico com o auxílio de uma bateria a uma distância segura da bancada. Posto isto, inicia-se os testes de verificação eletrônica da bancada onde utiliza-se o IHM para realizar esta verificação. Para isto é colocado no dispositivo eletrônico a cartão uSD e liga-se a interface IHM. Após é acionado o botão de ligar e exerce-se uma força manual empurrando o motor contra a célula de carga e depois o mesmo botão é pressionado novamente assim o sistema para de fazer a medição e se a célula de carga apresentar leitura o teste pode ser conduzido pois o sistema está em pleno funcionamento. Após pressionase o botão de tara e o sistema fica zerado e em estado de stand by esperando a interação do usuário. Com isto pressiona-se o botão de ligar novamente e o sistema está apto para coletar os dados. Desta maneira conta-se até dez e é realizada a ignição do motor. Finalizada a ignição o usuário pode ir na interface IHM e pressionar o botão liga/desliga e o sistema irá parar de coletar as informações. Predefiniu-se que o usuário deve parar o sistema somente após o pirômetro óptico Optris CT 3MH - CF informar uma temperatura abaixo de 200 °C no mostrador do mesmo.

Com isto espera-se um tempo até o motor obter uma temperatura ambiente assim possibilitando a retirada do mesmo da bancada. Após abre-se o motor e o mesmo é higienizado e o bocal por consequência também. Após a limpeza do bocal são verificadas as dimensões do bocal. Todos os bocais tiveram suas dimensões aferidas previamente aos testes com a utilização de um paquímetro digital Tesa 200 mm Ip67 Dura-cal - Fp135 com precisão de 0,01 mm. Estes passos se repetem em todos os testes com o objetivo de adquirir uma repetibilidade do processo.

Depois de cada ensaio como os bocais após os testes apresentam uma coloração no cone externo diferente da inicial em função da temperatura, os bocais foram lixados com lixa com granulometria 600 para estarem na mesma condição de medição que eles tinham inicialmente para a medição dos pirômetros. Na Figura 39 temos um bocal pós teste e o mesmo sendo lixado.



Figura 39 – Bocal pós teste e lixado

Em relação a posição dos pirômetros os mesmos são fixados por meio de hastes cromadas e suportes onde o direcionamento dos mesmos para o bocal foi aferido com a utilização de um laser, onde a região que os mesmos fazem a medição é a região logo acima do raio, como demonstrado na Figura 40, pois como se observa na Figura 39 esta é a região com maior temperatura na parte externa do bocal, sendo a posição dos pirômetros mantida a mesma em todos os testes.



Figura 40 - Região do bocal medida pelos pirômetros

Fonte: o Autor (2024).

Fonte: o Autor (2024).

As medições no bocal foram realizadas no diâmetro externo (ØA), na região da rosca uma vez que é a região que mais sofre variação dimensional. As medições foram realizadas previamente em todos os bocais antes dos testes e após cada teste. A região está demostrada na Figura 41.



Figura 41 – Região analisada para medição dos bocais

## 3.7.5 Análise de dados dos ensaios estáticos

São realizados 54 ensaios estáticos, sendo que o sistema de aquisição de dados da bancada fornece 4 dados de saída: pressão, força, temperatura do pirômetro óptico Optris CT 3MH – CF e temperatura do pirômetro óptico Impac IGA 310 MB15, sendo que todos estes dados são fornecidos em taxa amostral de 15 a 20 ms. Neste sentido, foi realizada a compilação de todos estes dados resultantes dos ensaios estáticos.

Após a aquisição dos dados de cada ensaio foi realizada a análise dos mesmos para verificar o início e o fim de cada ensaio sendo estes pontos de corte definidos a partir da aquisição de dados da célula de carga indicando que o ensaio iniciou pela força exercida contra ela, já o ponto de corte definido para o fim do ensaio é quando o pressostato presente na extremidade da câmara de combustão não apresenta mais marcas acima de 0 Bar e por consequente a célula de carga também não demonstra força exercida sobre ela.

Com estes dados de força fornecidos pela célula de carga e tempo durante a aquisição é possível obter o empuxo máximo que é a máxima força exercida sobre a célula de carga e calcular o empuxo médio e o impulso total.

Fonte: o Autor (2024).

Em relação as temperaturas fornecidas pelos pirômetros a análise seguiu a seguinte sistemática: utilizou-se como ponto inicial de temperatura, o ponto a partir do qual a célula de carga inicia a marcar o empuxo sendo que neste caso o pirômetro que atua é o Optris CT 3MH – CF devido ao pirômetro Impac IGA 310 MB atuar a partir de 500 °C, desta forma como ponto final da análise da temperatura temos o momento em que o bocal atinge a temperatura máxima registrada pelo pirômetro de maior alcance de temperatura, sendo este tempo superior ao tempo de queima devido a transferência de calor nos bocais.

Neste sentido, com estas análises foram adquiridos os seguintes dados: temperatura máxima em cada bocal, temperatura média entre o ponto inicial fornecido pelo pirômetro de menor escala e o ponto final do pirômetro de maior escala. Desta forma, com os dados fornecidos pelos dois pirômetros foi possível obter a taxa de aumento da temperatura (°C/s) nos bocais em virtude do tempo total entre o primeiro e o último ponto e a média de temperaturas mencionadas.

Para a variação dimensional relativa à medida antes do ensaio e após o primeiro ensaio é realizada a subtração do diâmetro inicial em relação ao diâmetro após o primeiro ensaio. Para a variação dimensional relativa ao primeiro ensaio para o segundo ensaio realizou-se a subtração do diâmetro do bocal após o primeiro ensaio em relação ao diâmetro do bocal após o segundo ensaio. Para a variação dimensional relativa ao segundo ensaio para o terceiro ensaio utilizou-se o diâmetro do bocal após o segundo ensaio subtraindo pelo diâmetro do bocal após o terceiro ensaio. Por fim para a variação dimensional final utilizou-se o diâmetro inicial do bocal subtraído pelo diâmetro do bocal após passar pelos três ensaios.

#### 3.7.5.1 Análise de variância unidirecional

A análise estatística adotada neste estudo foi a análise de variância unidirecional, uma vez que Wahid, Zaharah et al. (2017) infere que deve-se utilizar a ANOVA unidirecional quando o número de variáveis independentes no teste de análise de variância é apenas um. Na análise assume-se duas hipóteses: a hipótese nula de que as médias são todas iguais usando a distribuição F, e a hipótese alternativa é que pelo menos uma das médias é diferente das demais. Com o teste F, todas as médias são comparadas simultaneamente.

A análise estatística foi conduzida conforme a metodologia apresentada por Moreno, L. Z.; Morcillo, A. M. (2019) e Ostertagová, E.; Ostertag, O. (2013). Desta maneira, observou-se a análise primeiramente das temperaturas máximas, médias e a taxa de aumento da temperatura. A análise baseia-se em verificar quais configurações realmente tem relevância perante as outras. Para cada ANOVA, foi realizada a comparação entre cada grupo de substrato com o seu respectivo revestimento ou não, para verificar a relevância dos revestimentos nestes fatores analisados (temperatura máxima, média e a taxa de aumento da temperatura), sendo a análise conduzida em cada um dos três ensaios estáticos. Desta forma, cada análise ANOVA realizada nestes três fatores analisados, contém 3 configurações diferentes com 3 repetições para cada configuração, somando 9 repetições ao total. No caso da análise nos substratos AISI 304, temos 3 configurações (AISI 304 sem revestimento, AISI 304 revestido de carbeto de boro e AISI 304 revestido de 3Y-PSZ), do mesmo modo para o Thermodur 2367 EFS (Thermodur 2367 EFS sem revestimento, Thermodur 2367 EFS revestido de 3Y-PSZ). Neste sentido foram realizadas 18 ANOVAS diferentes, distribuídas ao longo dos três ensaios estáticos para estes três fatores analisados.

Com isto para cada fator analisado assume-se a hipótese nula onde as médias são todas iguais usando a distribuição F, e a hipótese alternativa é que pelo menos uma das médias é diferente das demais. Passando do teste F, onde assume-se que ao menos uma das médias é diferente, utiliza-se o teste de *Tukey*, onde foi utilizada a metodologia adotada por Silva, J. P. Da; Dos Santos, Y. R. P. Dos; Bello, M. I. M. Da C. (2021) onde é verificada a diferença honestamente significativa, desta maneira verifica-se qual/quais médias realmente fazem diferença, sendo sempre a análise comparada aos bocais sem revestimento em cada grupo de substrato, realizando a análise F e *Tukey* a cada grupo de ensaio realizado (primeiro, segundo e terceiros ensaios).

Na análise da variação dimensional utilizando a ANOVA unidirecional, foram realizadas 9 ANOVAS distribuídas da seguinte maneira: da mesma maneira, como realizado nas análises pertinentes as temperaturas, utilizou-se a mesma metodologia no estudo das variações dimensionais, sendo realizadas ANOVAS entre cada grupo de substrato com as suas 3 diferentes configurações com o objetivo de verificar o desempenho dos revestimentos em cada substrato ao longo dos três ensaios estáticos. Com isto foram realizadas duas ANOVAS, sendo uma para cada substrato na análise da variação dimensional compreendida entre as medições antes dos ensaios e após o primeiro ensaio, duas ANOVAS na análise entre as variações dimensionais entre o primeiro ensaio e o segundo ensaio e duas ANOVAS entre as variações dimensionais entre o segundo ensaio e o terceiro ensaio. Após este grupo de seis ANOVAS foram realizadas duas ANOVAS, sendo uma para cada grupo de substrato analisando a variação dimensional compreendida entre as medições antes dos ensaios estáticos. Por fim, foi realizada a ANOVA total, utilizando as 6 configurações diferentes com 3 repetições para cada, totalizando 18 amostras, onde nesta

ANOVA foi realizada a comparação das variações dimensionais compreendidas entre as medições prévias aos ensaios estáticos e após os três ensaios estáticos, para verificar a diferença entre as médias que os bocais de Thermodur 2367 EFS impõem sob os bocais de AISI 304.

Outra análise procedida foi a verificação do empuxo médio dos bocais, fazendo a comparação entre cada grupo de substrato, a cada ensaio realizado, desta forma verificando se a utilização dos revestimentos afeta o desempenho dos bocais como um todo, totalizando 6 ANOVAS distintas.

Desta maneira para as análises referentes aos grupos de substrato onde analisa-se três grupos diferentes, temos 9 amostras realizadas, desta forma temos um grau de liberdade de valor 8, conforme metodologia apresentada por Moreno, L. Z.; Morcillo, A. M. (2019) e Ostertagová, E.; Ostertag, O. (2013) e utilizando a Tabela Anova 5% presente no anexo H, o valor de F é 5,14. Para o valor da amplitude total estudentizada (q), necessária para o teste de *Tukey* utilizando a Tabela presente no Anexo I, temos um valor de 4,34.

Para as análises verificadas entre todas as configurações analisadas temos 6 grupos com 3 repetições, desta forma totalizando 18 amostras. Com isto, temos o grau de liberdade total 17. Com isto temos um valor de F de 3,105. Para o valor da amplitude total estudentizada (q) o valor utilizado é de 4,75, sendo estes valores retirados das tabelas acima mencionadas. Com isto, é realizada a discussão dos resultados pertinentes a análise estatística e a interpretação destes resultados.

# **4 RESULTADOS E DISCUSSÕES**

Neste capítulo serão abordados os resultados e discussões referentes as caracterizações dos bocais e aos ensaios estáticos realizados, onde nos ensaios estáticos foram realizadas avaliações estatísticas, com o objetivo de verificar estatisticamente a importância de cada configuração de substrato e/ ou não revestimento.

# 4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS E BOCAIS

# 4.1.1 Análise espectrômetro de fluorescência de raios x

Como observado na seção de materiais e métodos, foi realizada a análise para verificar a composição química dos materiais de substrato abordados neste estudo. Desta forma, na Tabela 13 temos a análise realizada nas três amostras de AISI 304, e na Tabela 14 a análise XRF das três amostras de Thermodur 2367 EFS.

Aná	lise XRI	F - Espectrôm	etro de	Fluorescência	ı de Rai	os-X - Al	ISI 304
Amostra	01	Amostra	02	Amostra	03	Média	Desvio padrão
Elemento	% m	Elemento	% m	Elemento	% m	% m	% m
Fe	69,43	Fe	68,81	Fe	69,44	69,23	0,36
Mn	1,00	Mn	1,01	Mn	0,52	0,84	0,28
Si	1,19	Si	1,04	Si	1,16	1,13	0,08
Cr	18,33	Cr	18,25	Cr	18,44	18,34	0,09
Ni	8,28	Ni	8,06	Ni	8,34	8,22	0,15
Мо	0,43	Mo	0,42	Mo	0,43	0,43	0,00
Р	0,40	Р	1,22	Р	0,55	0,73	0,44
S	0,09	S	0,09	S	0,09	0,09	0,00
Al	ND	Al	ND	Al	ND	ND	ND
Cu	0,39	Cu	0,38	Cu	0,39	0,39	0,00
K	0,12	K	0,31	K	0,24	0,22	0,01
Ca	0,11	Ca	0,2	Ca	0,13	0,15	0,05
V	0,08	V	0,08	V	0,08	0,08	0,00
W	0,07	W		W	0,09	0,05	0,01
Zr	0,03	Zr	0,08	Zr	0,04	0,05	0,03
Nb	0,03	Nb	0,03	Nb	0,03	0,03	0,00

Tabela 13 - XRF AISI 304

	С	0,02	С	0,02	С	0,02	0,02	0,000
1	Tantas a Asstan (2)	004)						

Análise XR	Análise XRF - Espectrômetro de Fluorescência de Raios-X - Thermodur 2367 EFS												
Amostra	01	Amost	ra 02	Amostra	03	Média	Desvio padrão						
Elemento	% m	Elemento	% m	Elemento	% m	% m	% m						
Fe	89,71	Fe	89,76	Fe	89,71	89,73	0,03						
Mn	0,37	Mn	0,39	Mn	0,40	0,39	0,01						
Si	0,3	Si	0,31	Si	0,30	0,30	0,01						
Cr	4,87	Cr	4,9	Cr	4,82	4,86	0,04						
Ni	0,17	Ni	0,13	Ni	0,16	0,15	0,02						
Mo	2,65	Мо	2,64	Mo	2,61	2,63	0,02						
V	0,57	V	0,57	V	0,56	0,56	0,00						
Р	0,08	Р	0,07	Р	0,08	0,08	0,00						
S	0,55	S	0,56	S	0,55	0,56	0,00						
Al	ND	Al	ND	Al	ND	ND	ND						
Cu	0,10	Cu	0,11	Cu	0,1	0,10	0,00						
Pd	ND	Pd	ND	Pd	ND	ND	ND						
Ca	0,26	Ca	0,20	Ca	0,29	0,25	0,05						
W	0,02	Sr	0,01	K	0,08	ND	ND						
С	0,35	С	0,35	С	0,35	0,35	0,00						

Tabela 14 – XRF Thermodur 2367 EFS

Fonte: o Autor (2024).

Na Tabela 15 têm-se as porcentagens definidas no certificado do fabricante para o AISI 304. Neste sentido percebe-se algumas diferenças do laudo disponibilizado pelo fabricante e a análise XRF. Há uma discrepância em relação a porcentagem de Si onde no laudo apresenta 0,47% e na análise XRF há 1,13%. Em relação ao Mn o laudo aponta 1,35%, no entanto a análise via XRF aponta 0,84%. A porcentagem de P também está acima do que a norma recomenda na análise apontando 0,73% enquanto o laudo aponta 0,028%. Outro ponto que se destaca é a presença maior de S neste material apresentando uma porcentagem de 0,09%. Contudo as porcentagens dos outros materiais estão de acordo tanto com a norma (ASTM A276) quanto com o laudo apresentado pelo fabricante destacando-se a porcentagem de Cr de 18,34% e a porcentagem de Ni de 8,22%.

Na Tabela 16 estão as porcentagens definidas pelo fabricante para o Thermodur 2367 EFS. Com isto observando-se as porcentagens apresentadas pelo fabricante infere-se que as mesmas em sua maioria são condizentes com as encontradas na análise via XRF, pontua-se

apenas em relação ao S que apresenta uma porcentagem maior que o certificado apresentado e que a norma DIN evidenciando uma porcentagem de 0,56%.

Composição quím 304 – Aços Fa	ica AISI vorit
Elemento	% m
Fe	70,80
С	0,018
Si	0,47
Mn	1,35
Р	0,028
S	0,026
Cr	18,31
Ni	8,1
Мо	0,47
Cu	0,34
Al	0,004
Ν	0,081
Fonte: o Autor (2024).	-

Tabela 15 - Composição química AISI 304

F or (2024).

Composição química Thermodur 2367 EFS - Swiss Steel								
Elemento	% m							
Fe	90,692							
С	0,35							
Si	0,33							
Mn	0,39							
Р	0,017							
S	0,001							
Cr	4,83							
Мо	2,83							
V	0,56							

Tabela 16 - Composição química Thermodur 2367 EFS

Fonte: o Autor (2024).

### 4.1.2 Espessura dos revestimentos – MEV

Na Tabela 17 estão as espessuras medidas no MEV. Observa-se que o revestimento de  $B_4C$  apresenta uma espessura média de 464,67 nm com um desvio padrão de 20,23 nm, já o revestimento de 3Y – PSZ apresenta uma espessura média de 470,33 nm e um desvio padrão de 20,23 nm. Nas Figura 42 e 43 temos as micrografias realizadas no MEV. Na Figura 42 está uma leitura realizada com o revestimento  $B_4C$  e na Figura 43 o revestimento 3Y – PSZ. Na análise do  $B_4C$  foi utilizada uma magnificação de 198000 vezes tendo um campo de visão de 1,4 µm. Já para o revestimento 3Y – PSZ, foi utilizada uma magnificação de 150000 vezes com um campo de visão de 1,85 µm.

Espessuras dos revestimentos - MEV												
Revestimento	Espessura 1 (nm)	Espessura 3 (nm)	Média (nm)	Desvio padrão (nm)								
B <sub>4</sub> C	488	454	452	464,67	20,23							
3Y-PSZ	446	484	481	470,33	21,13							

Tabela 17 – Espessura dos revestimentos MEV

Fonte: o Autor (2024).



Figura 42 – Medição da espessura do revestimento B<sub>4</sub>C

Fonte: o Autor (2024).



Figura 43 – Medição da espessura do revestimento 3Y-PSZ

Fonte: o Autor (2024).

### 4.1.3 Resultados coeficientes de desgaste K

Foram verificados os resultados dos coeficientes de desgaste K ( $x10^{-12} mm^2/N$ ), sendo os mesmos demonstrados no Gráfico 2. A amostra de AISI 304 apresentou um coeficiente de desgaste de 0,0339 ( $x10^{-12} mm^2/N$ ), já a amostra de AISI 304 com carbeto de boro apresentou um K de 0,0292, porém foi possível verificar um halo ao redor da cratera (Figura 44 - B) desta maneira apresentando uma cratera externa, desta forma o diâmetro externo é do substrato e o diâmetro interno do revestimento. Com este revestimento o coeficiente de desgaste referente ao diâmetro interno é de 0,0239. Neste sentido nota-se um leve aumento na resistência ao desgaste com este revestimento.

Na amostra de AISI 304 com 3Y-PSZ observa-se que o coeficiente retornou um valor de 0,0276 onde também demonstrou uma maior resistência ao desgaste do que a amostra sem revestimento. Na Figura 44 temos as imagens das crateras causadas nas amostras no ensaio de microabrasão onde em A está o AISI 304 sem revestimento sendo que ao final do ensaio

verificou-se um diâmetro da cratera de 0,597 mm, B AISI 304 com revestimento de B<sub>4</sub>C, onde nota-se o halo ao redor da cratera principal, sendo que o diâmetro externo resultou em uma cratera de diâmetro de 0,577 mm e diâmetro interno de 0,533 mm. Em C temos o AISI 304 com revestimento de 3Y-PSZ, onde o ensaio resultou em uma cratera com diâmetro de 0,563 mm.

Em relação ao Thermodur 2367 EFS o mesmo retornou um valor de 0,0275 apresentando uma maior resistência ao desgaste do que o AISI 304 sem revestimento. Com a utilização do revestimento de B<sub>4</sub>C nota-se uma perda de resistência ao desgaste na cratera com diâmetro externo referente ao substrato fornecendo um coeficiente de resistência ao desgaste de 0.0338. Na análise do diâmetro interno com este mesmo revestimento a resistência se manteve similar. Já com o revestimento de 3Y-PSZ nota-se um leve decréscimo na resistência ao desgaste. Na Figura 45, em A, têm-se o Thermodur 2367 EFS sem revestimento sendo que o ensaio produziu uma cratera de diâmetro 0,573 mm. Em B, temos o mesmo material de substrato com revestimento de  $B_4C$ , sendo que para o diâmetro externo resultou em um diâmetro de 0,600 mm e para o diâmetro interno um diâmetro de 0,57 mm. Em C, temos o Thermodur 2367 EFS com revestimento de 3Y-PSZ sendo que a cratera resultante apresentou um diâmetro de 0,602 mm.





Fonte: o Autor (2024).



Fonte: o Autor (2024).

Figura 45 - Crateras resultantes do ensaio de microabrasão Thermodur 2367 EFS



A perca de resistência ao desgaste principalmente na utilização dos revestimentos no substrato Thermodur 2367 EFS, deve-se principalmente a razão entre substrato e revestimento onde a espessura do revestimento está em escala nanométrica, neste sentido implicando em uma grande influência do substrato sobre o revestimento.

## 4.2 DADOS DOS ENSAIOS ESTÁTICOS

Como mencionado na seção materiais e métodos, foram realizadas as análises dos dados dos ensaios estáticos. Com isto, foram obtidos os resultados, onde na Figura 46 temos um gráfico extraído de um ensaio estático onde temos as curvas de empuxo e pressão em função do tempo. Na Figura 47 foi realizado um gráfico do mesmo ensaio estático mostrando a intersecção entre as curvas dos dois pirômetros utilizados. Na Figura 48, esta mesma curva, com um tempo maior mostrando o bocal diminuindo a temperatura. Com isto na Figura 49 as curvas dos pirômetros foram unidas e a curva resultante da mesma está exposta, sendo esta a curva com os dados onde se retira a média da temperatura e a taxa de aumento da temperatura, onde se observa no início da mesma a temperatura do pirômetro Optris CT 3MH – CF no momento que a célula de carga começa atuar e no final a temperatura máxima informada pelo pirômetro Impac IGA 310 MB. Este procedimento foi realizado em todos os 54 ensaios abordados neste estudo.



Fonte: o Autor (2024).





Fonte: o Autor (2024).



Figura 48 – Curvas dos pirômetros – Temperatura em função do tempo

Fonte: o Autor (2024).





Fonte: o Autor (2024).

Os dados foram reunidos de acordo com material de substrato e revestimento (no caso das configurações). No Anexo F, estão todos os dados dos 54 ensaios, sendo esta composta com os dados de empuxo médio, empuxo máximo, impulso total, tempo de queima, pressão máxima, temperatura máxima, temperatura média, tempo até alcançar a temperatura máxima e taxa de aumento de temperatura.

### 4.2.1 Análise dos resultados ensaios estáticos 01

Na Tabela 18 temos os dados gerais provenientes dos ensaios estáticos 1. Com estes dados foi possível realizar a compilação dos dados gerados nos ensaios estáticos 1, com as

médias dos dados de temperatura máxima, média e taxa de aumento da temperatura, presentes no Gráfico 3.

	Ensaios 1 - Dados Gerais											
	AISI 30 revest	4 - Sem imento	AISI 304	4 - B4C	- B4C AISI 304 - 3Y- PSZ PSZ Thermodur 236 EFS - Sem revestimento		lur 2367 - Sem imento	Thermodur 2367 EFS - B4C		Thermodur 2367 EFS - 3Y-PSZ		
Dados	Média	Desvio padrão	Média	Desvio Padrão	Média	Desvio Padrão	Média	Desvio Padrão	Média	Desvio Padrão	Média	Desvio Padrão
Empuxo médio (N)	131,72	8,77	122,17	7,71	128,37	3,02	133,19	9,88	173,64	45,93	138,06	14,15
Temperatura Máxima (°C)	770	90,81	694,2	114,9	800,5	37,41	752,45	55,47	718,91	67,42	770,7	41,7
Temperatura Média (°C)	474,01	32,32	436,12	55,82	460,61	21,66	473,72	5,99	456,44	25,36	479,21	19,21
Taxa de aumento da temperatura °C/s	256,82	32,97	255,97	13,12	238,62	8,25	242,15	11,67	261,02	22,09	249,19	30,81
Pressão Máxima (Bar)	16,47	3,65	17,03	5,55	10,93	1,15	12,45	0,53	13,97	2,56	12,64	1,11

Tabela 18 - Dados gerais - Ensaios estáticos 01

Fonte: o Autor (2024).



# Gráfico 3 - Dados ensaios estáticos 01

Fonte: o Autor (2024).

Realizada a compilação dos dados foi iniciada a realização da análise estatística dos mesmos, onde abordou-se como explicado na metodologia a análise para estes dados de cada grupo de substrato com seu respectivo revestimento ou não.



Gráfico 4 – Fatores F - Ensaios estáticos 01

Com a realização desta compilação de dados que estatisticamente infere-se ao nível de 95% de confiança não há uma diferença significativa em nenhum dos parâmetros apresentados na análise perante os revestimentos em comparação com os bocais sem revestimento do mesmo grupo de substrato, pois o fator F não foi superior ao F tabelado (5,14) um resultado esperado uma vez que a espessura do revestimento não é significativa para desencadear algum fator relevante no que tange a temperatura máxima, média e na taxa de aumento da temperatura. À medida que a espessura do revestimento aumenta a temperatura externa do substrato diminui. Com isto não foi utilizado o teste de *Tukey* para verificar a diferença honestamente significativa dentre as médias. Nota-se a similaridade de temperaturas entre os bocais de Thermodur 2367 e AISI 304.

Foi realizada a análise estatística do empuxo médio utilizando a mesma metodologia abordada para as temperaturas onde analisou-se para cada grupo de substrato as médias com e sem revestimento. Deste modo, observou-se um fator F de 0,97 para o AISI 304 e 1,22 para o Thermodur 2367 EFS desta maneira nota-se que ao utilizar os revestimentos em ambos os substratos não ocorre uma perda ou ganho significativo de desempenho no que tange ao empuxo médio ao nível de confiança de 95%.



Gráfico 5 - Fatores F - Ensaios estáticos 01 - Empuxo médio

Posto isto, foi realizada a análise da variação dimensional dos bocais, onde temos estes dados presentes na Tabela 19 onde os diâmetros dos bocais foram mensurados conforme definido na Figura 41 na região da rosca, onde foram medidos os bocais previamente aos ensaios e após cada ensaio.

	Diâmetros dos bocais pré e pós ensaios											
Código	Material de substrato	Revestimento	Ø pré ensaios (mm)	Ø pós ensaio 01 (mm)	Ø pós ensaio 02 (mm)	Ø pós ensaio 03 (mm)						
01-SS- 061123	AISI 304	Sem revestimemto	41,01	40,82	40,67	40,59						
02-SS- 061123	AISI 304	Sem revestimemto	41,03	40,81	40,7	40,58						
03-SS- 061123	AISI 304	B <sub>4</sub> C	41	40,84	40,75	40,67						
04-SS- 061123	AISI 304	3Y - PSZ	40,99	40,8	40,7	40,65						
05-SS- 061123	AISI 304	3Y - PSZ	40,95	40,76	40,69	40,62						
06-SS- 061123	AISI 304	B <sub>4</sub> C	41,05	40,9	40,8	40,7						
07-SS- 061123	AISI 304	B <sub>4</sub> C	41,03	40,88	40,75	40,7						
08-SS- 061123	AISI 304	Sem revestimemto	41,05	40,84	40,77	40,69						
09-SS- 061123	AISI 304	3Y-PSZ	40,96	40,79	40,74	40,7						
01-TH- 171123	Thermodur 2367 EFS	B <sub>4</sub> C	41,01	41	40,99	40,99						

Tabela 19 – Diâmetros dos bocais

02-TH- 171123	Thermodur 2367 EFS	B <sub>4</sub> C	41	40,98	40,98	40,98
03-TH- 171123	Thermodur 2367 EFS	Sem revestimemto	41,01	40,96	40,94	40,94
04-TH- 171123	Thermodur 2367 EFS	3Y-PSZ	41,01	40,99	40,99	40,99
05-TH- 171123	Thermodur 2367 EFS	Sem revestimemto	41,01	40,97	40,97	40,97
06-TH- 171123	Thermodur 2367 EFS	3Y-PSZ	41,03	41,01	41	41
07-TH- 171123	Thermodur 2367 EFS	Sem revestimemto	41	40,95	40,93	40,93
08-TH- 171123	Thermodur 2367 EFS	3Y-PSZ	41	40,97	40,97	40,97
09-TH- 171123	Thermodur 2367 EFS	B <sub>4</sub> C	41	40,97	40,96	40,95

Com estes dados, conforme posto na metodologia foi realizada a média das variações dimensionais dos bocais após o primeiro ensaio, onde as médias se encontram no Gráfico 06. Com estes dados foi realizada a análise estatística para verificar se há uma diferença entre as médias, descartando a hipótese inicial.



Gráfico 6 - Média das variações dimensionais - Ensaios estáticos 01

Deste modo foi realizada ANOVA unidirecional para os dados relativos aos ensaios 01, conforme demonstrado no Gráfico 7, onde observa-se que as médias tem diferenças

Fonte: o Autor (2024).

significativas entre elas no AISI 304 e no Thermodur 2367 EFS, pois o valor retornado para F é muito superior ao tabelado de 5,14. Com isto para ambas as análises foi possível realizar o teste de Tukey.



Gráfico 7 – F calculado Ensaios estáticos 01 – Variação dimensional

Aplicando o teste de Tukey utilizando a metodologia abordada para 9 amostras, obtevese para o grupo do substrato AISI 304 uma diferença honestamente significativa de 0,03 mm, com isto observa-se com os resultados presentes no Gráfico 6, que entre os bocais não revestidos e os bocais revestidos de B<sub>4</sub>C é de 0,06 mm, desta forma sendo significativa ao nível de confiança de 95%, onde o mesmo ocorre na comparação entre os bocais não revestidos e os revestidos de 3Y-PSZ apresentando uma diferença entre as médias de 0,03 mm estando no limite para apresentar a diferença honestamente significativa. Na comparação entre os dois revestimentos infere-se que após o primeiro ensaio, os bocais revestidos de carbeto de boro no substrato de AISI 304 apresentam um desempenho superior no que tange a variação dimensional uma vez que a diferença honestamente significativa entre eles é de 0,03 mm.

Realizando a análise de *Tukey* para o grupo do substrato de Thermodur 2367 EFS, foi obtido uma diferença honestamente significativa de 0,02 mm, sendo que no Gráfico 6 observase que a diferença de média para os bocais de Thermodur 2367 EFS não revestidos em ambos os substratos é de 0,03 mm, desta forma superando a diferença proposta no teste de *Tukey*. Na comparação entre os bocais revestidos não há uma diferença honestamente significativa deste modo após os primeiros ensaios o desempenho dos dois revestimentos se mostra similar nos bocais revestidos.

Fonte: o Autor (2024).

### 4.2.2 Análise dos resultados ensaios estáticos 02

Na Tabela 20 temos os dados gerais provenientes dos ensaios estáticos 02. Estes dados foram compilados no Gráfico 8 com as médias dos dados de temperatura máxima, média e taxa de aumento da temperatura.

	Ensaios 2 - Dados Gerais											
	AISI 304 - Sem revestimento		AISI 304 - B4C		AISI 304 - 3Y- PSZ		Thermodur 2367 EFS - Sem revestimento		Thermodur 2367 EFS - B4C		Thermodur 2367 EFS - 3Y-PSZ	
Dados	Média	Desvio padrão	Média	Desvio Padrão	Média	Desvio Padrão	Média	Desvio Padrão	Média	Desvio Padrão	Média	Desvio Padrão
Empuxo médio (N)	99,5	6,33	98,99	2,12	94,89	11,62	111,56	6,18	109,01	15,81	111,5	7,16
Temperatura Máxima (°C)	765,87	26,72	856,97	45,28	756,82	76,38	795,97	15,35	745,59	11,67	708,53	49,24
Temperatura Média (°C)	488,85	14,93	503,9	18,1	467,06	18,73	517,58	17,77	503,82	28,49	458,37	37,73
Taxa de aumento da temperatura °C/s	216,37	16,98	227,08	3,64	194,46	46,92	211,99	11,3	198,42	29,95	207,16	24,18
Pressão Máxima (Bar)	10,42	0,36	10,23	0,21	10,56	0,46	10,99	0,62	10,99	0,64	11,65	0,60

Tabela 20 - Dados gerais - Ensaios estáticos 02

Fonte: o Autor (2024).



Gráfico 8 - Dados ensaios estáticos 02

Fonte: o Autor (2024).

Conforme realizado na análise dos ensaios estáticos 1, a análise estatística utilizando a ANOVA unidirecional foi realizada. Neste sentido, conforme demonstrado no Gráfico 9, os fatores F calculados nos ensaios estáticos 02, em ambos os substratos, no que tange a temperatura máxima, média e a taxa de aumento da temperatura, demonstraram que não há diferença entre as médias nos bocais revestidos frente aos não revestidos da mesma forma que nos ensaios estáticos 01, pois os fatores F são inferiores ao F tabelado (5,14) com confiança de 95%.





Posta a análise dos dados de temperatura foi verificado se o empuxo médio sofre alguma alteração com a utilização dos revestimentos em ambos os substratos. Deste modo, como se identifica no Gráfico 10 não há perca ou ganho de desempenho nos bocais revestidos frente aos revestidos.



Fonte: o Autor (2024).

Fonte: o Autor (2024).

Após a análise dos dados dos ensaios estáticos foi realizada a análise da variação dimensional dos bocais entre as medidas após o primeiro ensaio e após o segundo ensaio. Neste sentido, no Gráfico 11 estão apresentadas as médias das variações dimensionais dos bocais no comparativo após o primeiro ensaio e após o segundo ensaio. Observa-se que o Thermodur 2367 EFS revestido de 3Y-PSZ não apresentou variação dimensional neste segundo ensaio, uma vez que devido ao instrumento de medição apresentar uma resolução de 0,01 mm, a média foi menor que este valor (0,003 mm) neste sentido adotou-se como 0 mm de variação. Com os dados desta análise comparativa foi possível realizar a ANOVA unidirecional, utilizando a metodologia de três repetições para cada configuração totalizando 9 amostras para cada substrato. Com isto, temos no gráfico 12 os fatores F calculados.



Fonte: o Autor (2024).





Fonte: o Autor  $(202\overline{4})$ .

Neste sentido, observa-se que as médias das variações dimensionais não apresentam uma variação dimensional que faça ultrapassar a hipótese inicial em que as médias são iguais, pois os fatores F calculados apresentam valor inferior ao F tabelado ao nível de significância de 95% (5,14). Porém como se observa no Gráfico 11 os bocais revestidos de 3Y-PSZ no substrato AISI 304 apresentam uma diferença na variação dimensional de 0,04 mm frente aos bocais revestidos, onde os bocais revestidos de carbeto de boro não apresentam variação frente aos bocais revestidos. Neste sentido, observa-se que há um aumento na performance dos bocais de 3Y-PSZ a partir do segundo ensaio no substrato de AISI 304 e uma perca na performance nos bocais revestidos de B<sub>4</sub>C, infere-se que isto se deve, como se observa na literatura abordada na fundamentação teórica que devido ao choque térmico o B<sub>4</sub>C pode começar a experimentar danos superficiais devido ao choque térmico entre 1200-1400 K.

Nos bocais de Thermodur 2367 EFS não há uma diferença significativa dentre as médias, deste modo infere-se que ocorre uma estabilidade dimensional nos bocais com este substrato, deste modo os bocais revestidos não apresentam uma melhora significativa dos bocais revestidos frente aos não revestidos, sendo isto muito em função do material de substrato.

O processo de fabricação que passa o Thermodur 2367, o EFS (*Extra Fine Structure*), é um processo que produz aço com estrutura homogênea, tornando-o mais tenaz e minimizando alterações dimensionais após o tratamento térmico (Önerler (2023)), deste modo esta propriedade se confirma após este segundo ensaio.

### 4.2.3 Análise dos resultados ensaios estáticos 03

Na Tabela 21 temos os dados gerais provenientes dos ensaios estáticos 03, onde estão presentes as médias e os desvios padrões do empuxo médio, temperatura máxima, temperatura média, taxa de aumento da temperatura e pressão máxima. Com estes dados foi realizada a compilação dos dados presentes no Gráfico 13, com enfoque nas temperaturas.

				Ens	saios 03 -	Dados (	Gerais					
	AISI 304 - Sem revestimento		AISI 304 - B4C		AISI 304 - 3Y- PSZ		Thermodur 2367 EFS - Sem revestimento		Thermodur 2367 EFS - B4C		Thermodur 2367 EFS - 3Y-PSZ	
Dados	Média	Desvio Padrão	Média	Desvio Padrão	Média	Desvio Padrão	Média	Desvio Padrão	Média	Desvio Padrão	Média	Desvio Padrão
Empuxo médio (N)	118,8	8,2	114,03	4,34	118,05	10,77	105,52	0,89	103,13	5,26	100,28	4,32
Temperatura Máxima (°C)	817,35	50,3	774,99	69,85	788,09	83,38	800,57	35,73	715,24	23,78	692,54	10,85
Temperatura Média (°C)	502,64	51,29	480,78	38,57	484,78	28,85	504,45	37,93	485,59	20,17	450,86	31,25
Taxa de aumento da temperatura °C/s	240,48	13,33	240,09	5,24	250,06	9,84	239,49	10,12	199,65	23,74	204,11	8,88
Pressão Máxima (Bar)	12,23	0,32	12,80	1,23	13,55	1,95	11,49	0,76	11,66	0,40	12,01	0,80

Tabela 21 – Dados gerais - Ensaios estáticos 03



Gráfico 13 - Dados ensaios estáticos 03

Fonte: o Autor (2024).

Posto isto, foi realizada a ANOVA unidirecional nos dados presentes no Gráfico 13, onde conforme realizado nos ensaios 1 e 2, foi realizada a ANOVA em cada grupo de substrato,

totalizando 9 amostras sendo 3 repetições para cada configuração, para verificar se as médias ultrapassam a hipótese inicial onde as médias não sejam diferentes.



Fonte: o Autor (2024).

Conforme observado nos ensaios anteriores não há diferença significativa entre as médias em praticamente todas as comparações nas temperaturas, porém neste terceiro ensaio, observa-se que na análise da temperatura máxima no substrato de Thermodur 2367 EFS, há diferença entre as médias, deste modo foi possível realizar o teste de Tukey para verificar se há diferença honestamente significativa dentre as médias. Aplicando o teste de Tukey, a diferença honestamente significativa foi de 78,44 °C, neste sentido entre os bocais de Thermodur 2367 EFS sem revestimento frente aos bocais revestidos de  $B_4C$  apresentaram uma diferença entre as médias de 82,33 °C. Já na comparação com os bocais de 3Y-PSZ esta diferença sobe para 108,03 °C. No comparativo entre os bocais revestidos e os bocais de 3Y-PSZ apresentaram uma redução de 22,70 °C, deste modo não apresentando uma diferença entre as médias que superasse a diferença honestamente significativa ao nível de confiança 95%. Entende-se que esta diferença nas médias das temperaturas máximas no substrato Thermodur 2367 EFS decorre de uma variação dos dados, que foi acarretada por outro fator que não seja os revestimentos pois em nenhuma outra análise nas três condições de temperatura analisadas nos três ensaios estáticos foi identificada uma variação das médias das temperaturas que ultrapassa-se a hipótese nula. Após a análise das temperaturas foi realizada também nestes ensaios estáticos 3 a análise do empuxo médio para verificar se há alguma diferença entre as médias na comparação dentro de cada grupo de substrato observando a utilização dos revestimentos.



Gráfico 15 – F calculado - Empuxo médio – Ensaios estáticos 03

Com a análise ANOVA unidirecional aplicada no empuxo médio, observa-se que não há diferença entre as médias desta forma, nota-se que não há perca ou ganho de performance nos bocais com a utilização dos revestimentos, fato que se repete nos outros dois ensaios, deste modo infere-se que a utilização destas camadas de revestimento não implica em perca ou ganho no desempenho dos motores foguetes.

Posta a análise das temperaturas e empuxo médio, iniciou-se a análise das variações dimensionais entre as dimensões dos bocais pós segundos ensaios e após os terceiros ensaios. Neste sentido, no Gráfico 16 temos as médias das variações dimensionais dos bocais.



Gráfico 16 – Variação dimensional – Pós ensaios estáticos 02 – Pós ensaios estáticos 03

Fonte: o Autor (2024).

Com isto, foi realizada a ANOVA unidirecional com estes dados, onde foi realizada a análise entre cada grupo de substrato. Neste sentido, conforme observa-se no Gráfico 17 a hipótese nula não foi superada e entende-se que não há diferença entre as médias nos dois substratos.



Fonte: o Autor (2024.)

# 4.2.4 Análise da variação dimensional pós terceiro ensaio

Após a análise ensaio a ensaio, nesta seção foi analisada a variação dimensional entre os bocais antes dos ensaios e após os três ensaios. Neste sentido, temos no Gráfico 18, as médias das variações dimensionais, após os três ensaios de cada configuração. Com isto, foi realizada a ANOVA unidirecional em cada grupo de substrato.



Gráfico 18 – Variação dimensional dos bocais pré ensaios estáticos 01 – pós ensaios estáticos 03

Fonte: o Autor (2024).

Neste sentido, na Tabela 22 temos as variações dimensionais dos bocais, na comparação entre os bocais antes dos ensaios e após os ensaios. Na tabela, temos as variações de cada bocal, onde cada bocal utilizado foi considerado uma repetição.

Variação din	Variação dimensional bocais pré ensaios estáticos 01 - pós ensaios estáticos 03										
Material de substrato	Revestimento	Repetição 1 (mm)	Repetição 2 (mm)	Repetição 3 (mm)	Média (mm)						
AISI 304	Sem revestimento	0,42	0,45	0,36	0,41						
AISI 304	B4C	0,33	0,33	0,35	0,34						
AISI 304	3Y - PSZ	0,34	0,33	0,26	0,31						
Thermodur 2367 EFS	Sem revestimento	0,07	0,04	0,07	0,06						
Thermodur 2367 EFS	B4C	0,02	0,02	0,05	0,03						
Thermodur 2367 EFS	3Y-PSZ	0,02	0,03	0,03	0,03						

Tabela 22 - Variação dimensional bocais pré ensaios estáticos 01 - pós ensaios estáticos 03

Fonte: o Autor (2024).

Com os dados presentes na Tabela 23, foi realizada a ANOVA unidirecional para cada grupo de substrato, presente no Gráfico 19 sendo que para o grupo do substrato AISI 304, a hipótese inicial foi rejeitada, pois o fator F retornado apresentou um valor de 5,84, superando o valor tabelado de 5,14 desta maneira foi possível realizar o Teste de *Tukey*. Observa-se que na ANOVA unidirecional realizada no Thermodur 2367 EFS o valor de F retornado apresentou um valor de 4,79, próximo a superar o F tabelado.





Fonte: o Autor (2024).

Desta maneira aplicando o teste de *Tukey* para o grupo do substrato AISI 304, foi observado uma diferença honestamente significativa ao nível de confiança de 95% de 0,09 mm. Deste modo como se observa na Tabela 23, a diferença entre os bocais de AISI 304 sem revestimento e os bocais revestidos de  $B_4C$  é de 0,07 mm, deste modo não superando a diferença honestamente significativa, porém ficando próximo do valor. No entanto fazendo a avaliação da diferença das médias entre os bocais de AISI 304 sem revestimento e os bocais revestidos de AISI 304 sem revestimento e os bocais revestidos de AISI 304 sem revestimento e os bocais revestidos de AISI 304 sem revestimento e os bocais revestidos de 323 a diferença das médias entre os bocais de AISI 304 sem revestimento e os bocais revestidos de 334 sem revestimento e os bocais revestidos de 344 diferença é de 0,1 mm deste modo superando a diferença honestamente significativa. Na comparação direta entre os dois revestimentos observou-se que não há diferença significativa entre os mesmos, deste modo infere-se que os dois tem o mesmo desempenho.

Nos bocais de Thermodur 2367 EFS mesmo sem a ANOVA unidirecional ter apontado que há diferença entre as médias foi realizado o teste de *Tukey*, sendo apontada a diferença honestamente significativa de 0,04 mm, deste modo como a diferença entre os dois bocais revestidos frente aos não revestidos é de 0,03 mm, deste modo não supera ou iguala a diferença honestamente significativa, porém como se observa se aproximam muito.

Após ser realizada a análise dos grupos de substrato separadamente foi realizada a análise total incluindo as 6 combinações diferentes de substrato e revestimento (ou não), com 3 repetições para cada, totalizando 18 amostras. Neste sentido, como observado na metodologia para este conjunto de dados o fator F tabelado é de 3,106 ao nível de confiança 95%. O F calculado observado nesta análise foi de 115,78, demonstrando como há uma forte diferença entre as médias. Com isto, foi realizado o teste de *Tukey* para verificar a diferença honestamente significativa, sendo o valor tabelado de Q, 4,75. Deste modo o valor retornado foi de 0,08 mm. Neste sentido, no Gráfico 20 temos os contrastes das médias. As configurações utilizadas foram codificadas da seguinte maneira:

- A = AISI 304 sem revestimento;
- B = AISI 304 revestido de  $B_4C$ ;
- C = AISI 304 revestido de 3Y-PSZ;
- D = Thermodur 2367 EFS sem revestimento;
- E = Thermodur 2367 EFS revestido de  $B_4C$ ;
- F = Thermodur 2367 EFS revestido de 3Y-PSZ.



Gráfico 20 – Contrastes das médias das variações dimensionais - pré ensaios estáticos 01 - pós ensaios estáticos 03

Desta maneira, observa-se que conforme a análise individual dos substratos, os bocais de AISI 304 revestidos de 3Y-PSZ apresentaram um valor acima da diferença honestamente significativa, porém os bocais revestidos de  $B_4C$  se aproximaram do valor, chegando a 0,07 mm. Observa-se que as diferenças são elevadas quando se emprega o Thermodur 2367 EFS mesmo na combinação sem revestimento, onde com revestimento este valor acresce. Neste comparativo final, nota-se que no Thermodur 2367 EFS os revestimentos não apresentaram valores que demonstrassem uma diferença entre as médias, onde isto muito se deve as propriedades do Thermodur 2367 EFS, principalmente devido ao processo EFS, que mesmo sem revestimento apresenta um resultado bastante expressivo na redução da variação dimensional frente aos bocais não revestidos e revestidos de AISI 304.

Neste sentido, a utilização dos revestimentos protetores de zircônia e carbeto de boro, apresentaram resultados promissores essencialmente nos primeiros ensaios estáticos uma vez que a utilização destes revestimentos em ambos os substratos apresentou fatores F que ultrapassaram a hipótese nula, onde observa-se que o revestimento de carbeto de boro apresentou um desempenho superior ao revestimento 3Y-PSZ na combinação com o substrato AISI 304. A literatura abordada identifica que o carbeto de boro pode suportar temperaturas de uso máximo em torno de 1726,85 °C. Esta propriedade avalia-se que tem impacto neste desempenho superior da cerâmica frente ao 3Y-PSZ. Esta diferença entre um revestimento e outro não se observa no substrato Thermodur 2367 EFS onde ambos os revestimentos possuem

uma diferença na variação dimensional frente a média dos bocais revestidos na ordem de 0,03 mm superando a diferença honestamente significativa de 0,02 mm.

Este desempenho similar no substrato Thermodur 2367 EFS se deve principalmente a este material ser submetido previamente ao processo EFS o que reduz de forma significativa a variação dimensional pós tratamento térmico, o que se perpetua nos ensaios estáticos uma vez que as temperaturas em que o bocal é submetido estão próximas das temperaturas utilizadas no revenimento, desta forma não é possível observar diferença entre os revestimentos devido a escala de medição não conseguir abranger o nível necessário para verificar a mesma, pois a variação dimensional é próxima ao nível de resolução do instrumento de medição.

Na análise realizada nos ensaios estáticos 02, não foi observada uma diferença dentre as médias em ambos os substratos analisados em que com a utilização dos revestimentos houvesse uma diminuição efetiva da variação dimensional. Observando o Thermodur 2367 EFS o mesmo apresenta a partir deste segundo ensaio uma estabilidade dimensional, presente também nos bocais sem revestimento. Na análise para verificar se os revestimentos tem efeito durante os segundos ensaios no substrato AISI 304, nota-se uma perca de desempenho no carbeto de boro após este segundo ensaio, sendo uma explicação plausível para este comportamento o fato do mesmo, conforme aborda D.E. Cherepanov et al. (2023) que entre 1200-1400 K o carbeto de boro começa enfrentar erosões devido ao choque térmico, sendo esta erosão iniciada anteriormente no ensaio 1 e demonstrando a perca de eficiência no ensaio 2.

Observando o revestimento 3Y-PSZ mesmo a estatística não apontando um fator F que demonstrasse um desempenho que superasse a hipótese nula, a partir do segundo ensaio este revestimento começa a apresentar um desempenho superior ao carbeto de boro, devido a variação dimensional ser 0,04 mm menor comparada ao carbeto de boro, com a utilização do substrato AISI 304. Com a utilização do substrato Thermodur 2367 EFS o revestimento 3Y-PSZ também demonstra um desempenho levemente superior ao carbeto de boro. Isto se deve primordialmente a abordagem realizada por Molossi, Michel (2014) onde o mesmo aborda que a zircônia em concentrações abaixo de 5% apresenta retenção de zircônia tetragonal na matriz cúbica, assim tendo um aumento substancial na tenacidade à fratura associado às ilhas tetragonais. Esta propriedade proporciona que a zircônia parcialmente estabilizada seja usada em ambientes que podem suportar uma ampla gama de mudanças térmicas. A International Syalons (2017) aborda que a temperatura de uso máximo da 3Y-PSZ é de 1000 °C, porém neste caso específico o revestimento foi submetido a um curto período de tempo o que acarretou na propriedade de resistir de forma mais eficiente as altas temperaturas e desta forma conseguir manter um desempenho superior ao carbeto de boro.
A comparação direta entre os bocais não revestidos fazendo o comparativo entre os dois substratos demonstra um desempenho superior do Thermodur 2367 EFS frente ao AISI 304, uma vez que o Thermodur 2367 EFS passa pelo processo EFS e possui uma condutividade térmica superior ao AISI 304 que tende a concentrar o calor e não conseguir transferir o mesmo de maneira mais eficiente como ocorre nos bocais de Thermodur 2367 EFS. Isto acarreta em uma variação dimensional em um patamar consideravelmente baixo em relação aos bocais de AISI 304 nos três ensaios estáticos realizados.

Nos terceiros ensaios estáticos, a estatística apontou que não houve diferença entre as médias em ambos os substratos na variação dimensional, como ocorreu nos ensaios estáticos 02. Porém novamente a zircônia parcialmente estabilizada com 3% em mol de ítria imprime uma variação dimensional menor que o carbeto de boro, no substrato AISI 304, demonstrando a tendência de apresentar um desempenho superior. Com o substrato Thermodur 2367 EFS a variação dimensional após os terceiros ensaios se manteve na mesma condição ocorrida nos ensaios estáticos 02, tendo uma variação dimensional praticamente nula.

Na análise da variação dimensional entre os bocais antes dos ensaios e após os ensaios estáticos, fazendo o comparativo dentro de cada grupo de substrato, a estatística apontou diferença entre as médias no substrato de AISI 304 e apresentou valor próximo de superar o F tabelado no substrato Thermodur 2367 EFS.

Na comparação final no substrato AISI 304, o revestimento 3Y-PSZ superou a diferença honestamente significativa demonstrando o progresso do mesmo ao longo dos ensaios, uma vez que iniciou com um desempenho inferior ao carbeto de boro e ao final dos três ensaios apresentou estatisticamente que há diferença utilizando este revestimento como protetor térmico nos bocais de AISI 304. A diferença entre os bocais revestidos de 3Y-PSZ e carbeto de boro não supera a diferença honestamente significativa deste modo ao final da análise entende-se que ambos possuem o mesmo desempenho neste contexto de três ensaios estáticos. Na análise realizada dentro do grupo de Thermodur 2367 EFS a diferença honestamente significativa foi de 0,04 mm, sendo que os bocais revestidos independente do revestimento apresentaram uma variação dimensional na ordem de 0,03 mm, neste sentido próxima de igualar a diferença honestamente significativa. Como mencionado anteriormente, este desempenho que não ultrapassou a hipótese nula deve-se primordialmente ao substrato sendo que o mesmo na sua configuração sem revestimento apresenta um desempenho satisfatório com uma baixa variação dimensional.

Após esta análise individualizada foi realizada a análise conjunta da variação dimensional cruzando os dados dos dois materiais de substrato na ANOVA unidirecional. Com

isto o fator F calculado teve um valor 37,3 vezes maior que o F tabelado, evidenciando a forte diferença dentre as médias, superando a hipótese nula.

Neste sentido, nos bocais revestidos de 3Y-PSZ no substrato de AISI 304 os mesmos superaram a diferença honestamente significativa, da mesma maneira que ocorreu na análise individualizada. Observando a diferença exercida pela utilização do revestimento de carbeto de boro no substrato AISI 304 o mesmo não igualou a diferença honestamente significativa, uma vez que apresentou um valor 0,01 mm inferior, porém na comparação entre os bocais revestidos a diferença entre as médias não superou ou igualou a diferença honestamente significativa, deste modo compreende-se que ambos os revestimentos possuem o mesmo desempenho. Na análise do Thermodur 2367 EFS foi identificado que os revestimentos não superaram a diferença honestamente significativa. As diferenças sobem de patamar quando é comparado o Thermodur 2367 EFS revestido ou não frente aos bocais de AISI 304, desta forma evidenciando o forte desempenho deste substrato após os três ensaios estáticos realizados.

Em ambas as análises nos primeiros ensaios estáticos (Thermodur 2367 EFS e AISI 304), na análise da temperatura máxima, média e taxa de aumento da temperatura não foi observada uma diferença entre as médias, fato que é recorrente nos ensaios estáticos 2 e 3, na comparação direta dentro de cada grupo de substrato entre bocais revestidos e não revestidos. Como observado acima, a espessura dos revestimentos não é significativa para desencadear uma diminuição das temperaturas externas dos bocais, porém o impacto dos revestimentos é observado nas variações dimensionais.

### 4.3 ANÁLISE DOS BOCAIS

Nesta seção serão analisados os bocais perante a durabilidade dos revestimentos e integralidade dos bocais após os ensaios.

#### 4.3.1 Bocais de AISI 304 sem revestimento

Na Figura 50 estão as imagens do bocal 01-SS-061123 antes dos ensaios e após cada ensaio, onde em A, têm-se o bocal antes dos ensaios, B pós ensaio 01, C pós ensaio 02 e D pós ensaio 03, sendo esta configuração de sistematização das imagens presentes em todos os bocais analisados na sequência. Observa-se que após o primeiro ensaio o bocal apresenta pouca coloração na parte externa muita em vista da pressão excessiva que ocorreu neste teste

apresentando 20,96 Bar, assim ocasionou uma queima não uniforme do propelente, pois com a pressão maior a taxa de queima se eleva e o propelente é consumido mais rápido deste modo não apresentou elevada temperatura permanecendo em 644,19 °C no entanto mesmo com a temperatura inferior apresentou uma deformação de 0,19 mm. Na Figura 51 está a curva do bocal no primeiro ensaio. Nos ensaios seguintes o comportamento do bocal foi nominal (curva se manteve conforme a Figura 46), porém apresentou importante variação dimensional na parte da rosca (0,42 mm).

Observa-se que a distribuição da temperatura neste bocal se concentra na região acima do raio, onde nota-se um tom azulado mais escuro, onde isto decorre principalmente da baixa condutividade térmica do AISI 304 (14 a 17 W/m.K. (AZO Materials (2019))), frente aos bocais de Thermodur 2367 EFS (35,3 W/m.K) desta forma concentrando mais o calor, não distribuindo o mesmo de maneira uniforme.





Fonte: o Autor (2024).



Fonte: o Autor (2024).

Na Figura 52 temos o bocal 02-SS-061123. O bocal apresentou comportamento nominal nos três ensaios mantendo uma queima uniforme do propelente, apresentando uma variação dimensional importante na região da rosca após os três ensaios (0,45 mm). O bocal 08-SS-061123 presente na Figura 53 apresenta o mesmo comportamento com uma variação dimensional final de (0,36 mm).





Fonte: o Autor (2024).



Figura 53 – Bocal 08-SS-061123

Fonte: o Autor (2024).

### 4.3.2 Bocais de AISI 304 com revestimento de B<sub>4</sub>C

Na Figura 54 está o bocal 03-SS-061123. No primeiro ensaio o bocal apresentou uma temperatura baixa (534,73 °C) devido ao mesmo processo ocorrido no bocal 01-SS-061123 devido a uma pressão maior que a esperada (24,8 Bar). Nos outros dois ensaios o bocal apresentou comportamento nominal imprimindo uma variação dimensional após os três ensaios

de 0,33 mm. Observa-se que aparentemente não é mais visível o filme de  $B_4C$  após o primeiro ensaio.

Na Figura 55 temos o bocal 06-SS-061123. O bocal apresenta uniformidade no revestimento como se observa em A. O bocal realizou três ensaios nominais, apresentando uma variação dimensional de 0,33 mm. Como no bocal anterior aparentemente não é mais possível visualizar o filme de  $B_4C$  após o primeiro ensaio. Na Figura 56 temos o bocal 07-SS-061123, onde da mesma maneira que nos outros bocais, o mesmo apresenta uniformidade no revestimento, tendo imprimido três ensaios nominais, onde após o primeiro ensaio aparentemente não é possível visualizar o filme de  $B_4C$ . Após o terceiro ensaio o bocal apresentou uma variação dimensional de 0,35 mm.

Figura 54 – Bocal 03-SS-061123



Fonte: o Autor (2024).

Figura 55 – Bocal 06-SS-061123



Fonte: o Autor (2024).



Fonte: o Autor (2024).

#### 4.3.3 Bocais de AISI 304 com revestimento de 3Y-PSZ

O bocal 04-SS-061123 está presente na Figura 57, sendo que o mesmo apresenta uniformidade no revestimento como se observa em A. O bocal passou por três ensaios nominais. Observa-se que o revestimento aparentemente se mantém integro após o primeiro ensaio, sendo que o mesmo se repete no segundo e terceiro ensaio. O bocal apresentou uma variação dimensional após o final do terceiro ensaio de 0,34 mm. Nota-se em B na Figura 57 que a distribuição de temperatura no bocal é diferente do que nos bocais sem revestimento demonstrando o efeito do revestimento empregado, uma vez que a distribuição de calor ocorre de forma mais distribuída no cone do bocal, atenuando a concentração de calor em apenas uma região conforme acontece nos bocais de AISI 304 sem revestimento, sendo isto decorrente principalmente devido a retenção do calor pelo revestimento por ter uma baixa condutividade térmica desta forma o calor excedente que é transferido para o bocal se torna homogêneo.

Na Figura 58, onde têm-se o bocal 05-SS-061123, o mesmo apresentou uniformidade no revestimento como se observa em A, tendo passado por três ensaios nominais. Como no bocal anterior aparentemente o revestimento se mantém integro após os ensaios estáticos. O bocal apresentou uma variação dimensional após o final do terceiro ensaio de 0,33 mm. Notase em B na Figura 58 que a tendência observada no bocal 04-SS-061123 se mantém neste bocal apresentando uma distribuição de temperatura no bocal similar. No bocal 09-SS-061123 presente na Figura 59, o mesmo apresentou o mesmo comportamento que os outros bocais de mesmo substrato e revestimento, onde ao final do terceiro ensaio, foi observado uma variação dimensional de 0,26 mm.

Figura 57 – Bocal 04-SS-061123



Fonte: o Autor (2024).





Fonte: o Autor (2024).

Figura 59 – Bocal 09-SS-061123



### 4.3.4 Bocais de Thermodur 2367 EFS sem revestimento

Nos bocais de Thermodur 2367 EFS sem revestimento, os mesmos apresentaram comportamento nominal em todos os ensaios estáticos. O bocal 03-TH-171123, na Figura 60 apresentou uma variação dimensional após o final do terceiro ensaio de 0,07 mm. Devido a sua maior transferência de calor, os bocais deste material de substrato demonstram uma distribuição maior de calor no cone do bocal como é possível observar na imagem, fato que se repete nos outros dois bocais sem revestimento. O bocal 05-TH-171123 na Figura 61 apresentou uma variação dimensional ao final dos três ensaios de 0,04 mm e o bocal 05-TH-171123 presente na Figura 62 sofreu uma variação dimensional de 0,07 mm ao final dos três ensaios.

Figura 60 – Bocal 03-TH-171123

Fonte: o Autor (2024).

Figura 61 – Bocal 05-TH-171123



Fonte: o Autor (2024).



Fonte: o Autor (2024).

### 4.3.5 Bocais de Thermodur 2367 EFS com revestimento de B<sub>4</sub>C

Na Figura 63 temos o bocal 01-TH-171123. Em A identifica-se que o revestimento está uniforme no bocal previamente aos ensaios. O bocal no primeiro ensaio apresentou uma temperatura máxima menor (624,53 °C) devido ao empuxo máximo ser maior que os demais (605,38 N) ocasionando um tempo menor de queima de 1,14 s, nos outros dois ensaios o bocal passou por dois ensaios nominais. O bocal apresentou uma variação dimensional após o final do terceiro ensaio de 0,02 mm. Da mesma forma como ocorre nos bocais de Thermodur 2367 EFS sem revestimento, observa-se uma distribuição de calor uniforme em todo o cone do bocal, fato que é recorrente nos outros dois bocais revestidos de  $B_4C$ , no entanto observa-se que a tendência de distribuição de calor no bocal se altera de forma sútil no primeiro ensaio em comparação aos bocais de mesmo substrato, mas sem revestimento. Após o primeiro ensaio aparentemente não é mais possível visualizar o filme de  $B_4C$  em nenhum dos três bocais revestidos de carbeto de boro.

Na Figura 64 está o bocal 02–TH–171123, sendo que o mesmo apresentou uma variação dimensional de 0,02 mm ao final dos três ensaios. No bocal 09-TH-171123 presente na Figura 65, o mesmo apresentou uma variação dimensional na ordem de 0,05 mm. Estes dois bocais apresentaram comportamento nominal em todos os ensaios.

Figura 63 – Bocal 01-TH-171123



Fonte: o Autor (2024).

Figura 64 – Bocal 02-TH-171123



Figura 65 – Bocal 09-TH-171123



Fonte: o Autor (2024).

#### 4.3.6 Bocais de Thermodur 2367 EFS com revestimento de 3Y-PSZ

Nos bocais de Thermodur 2367 EFS revestidos de 3Y-PSZ todos os bocais apresentaram ensaios nominais. Na Figura 66 está o bocal 04-TH-171123, onde o mesmo apresentou uma variação dimensional após o final do terceiro ensaio de 0,02 mm. No bocal 06-TH-171123 presente na Figura 67, a variação dimensional foi de 0,03 mm e no bocal 08-TH-171123 ao final dos três ensaios a variação dimensional foi de 0,03 mm. Observa-se que a tendência de distribuição de calor no primeiro ensaio é ligeiramente diferente do que nos bocais de mesmo material de substrato, porém sem revestimento apresentando uma uniformidade de coloração distribuída, devido a ação do revestimento 3Y-PSZ. Após o primeiro ensaio aparentemente ainda é possível verificar o revestimento na seção convergente na parte superior, onde a mesma tendência se observa nos dois ensaios seguintes, porém com menor intensidade.





Fonte: o Autor (2024).

Figura 67 – Bocal 06-TH-171123



Fonte: o Autor (2024).



Fonte: o Autor (2024).

### 5 CONCLUSÃO

Os bocais desempenham um papel fundamental em um motor de foguete/minifoguete experimental a propelente sólido. Neste sentido preservar a sua integridade é de suma importância para o bom funcionamento do motor foguete como um todo. Desta forma, neste trabalho buscou-se soluções para preservar a integridade do bocal, principalmente no que tange a deformação plástica, provocada pelas altas temperaturas desenvolvidas na queima do propelente.

Com isto, a abordagem utilizada neste projeto foi a utilização de revestimentos de filmes finos utilizando a técnica PVD *ion plating*, sendo este um processo ambientalmente correto, deste modo utilizando uma solução nanométrica em bocais de minifoguetes. Para isto, foram realizados cinquenta e quatro ensaios estáticos, com o objetivo de verificar a eficácia dos revestimentos empregados como um todo, e dos materiais de substrato.

A abordagem utilizada neste estudo teve como enfoque principal verificar se a variação dimensional dos bocais diminuiria utilizando revestimentos protetores e substituindo o material de substrato. Idealizou-se a submissão dos bocais em três ensaios estáticos para verificar a eficácia dos mesmos ao longo de um stress térmico tão elevado. Neste sentido, os revestimentos de carbeto de boro e zircônia parcialmente estabilizada com 3% em mol de ítria se mostraram promissores na utilização como revestimentos de proteção térmica em bocais de minifoguetes a propelente sólido, por apresentarem impacto na variação dimensional dos bocais frente aos bocais não revestidos independente do substrato no primeiro ensaio. O carbeto de boro demonstrou uma performance superior ao 3Y-PSZ neste primeiro ensaio, decorrente principalmente devido a sua faixa de trabalho de temperatura estar acima do 3Y-PSZ.

A partir do segundo ensaio este cenário se inverte e os bocais de 3Y-PSZ começam a apresentar uma performance sutilmente superior aos bocais revestidos de carbeto de boro, principalmente no substrato AISI 304. Entende-se que a performance do revestimento  $B_4C$  diminui em virtude das temperaturas experimentadas pelo bocal estarem próximas as temperaturas em que esta cerâmica começa a sofrer erosão. Por outro lado, o 3Y-PSZ mesmo não possuindo uma temperatura de trabalho elevada (1000 °C) consegue ter um desempenho superior ao carbeto de boro a partir deste ponto em virtude da sua tenacidade á fratura ser elevada, o que diminui a chance de ocorrer delaminação catastrófica, desta maneira conseguindo performar nos bocais.

Esta tendência de performance superior permanece após o terceiro ensaio nos bocais revestidos de 3Y-PSZ no substrato AISI 304, onde mesmo após este revestimento ter tido um desempenho inferior ao carbeto de boro no primeiro ensaio ao final dos três ensaios, numericamente apresentou uma variação dimensional inferior, porém estatisticamente os dois revestimentos se equivalem protegendo o substrato AISI 304.

Avaliando o desempenho do substrato Thermodur 2367 EFS o mesmo demonstrou a sua capacidade de ter uma variação dimensional significativamente menor quando é comprado aos bocais revestidos e não revestidos de AISI 304, muito em virtude do processo em que o mesmo é submetido, o EFS que proporciona uma baixa variação dimensional após o processo de tratamento térmico. A utilização dos revestimentos se mostra promissora neste substrato intrinsecamente no primeiro ensaio onde para ambos a nível estatístico os mesmos demonstram uma variação dimensional inferior que os bocais não revestidos, onde o desempenho dos dois revestimentos neste primeiro ensaio é similar estatisticamente.

A partir do segundo ensaio, os bocais de Thermodur 2367 EFS apresentam uma estabilidade dimensional, comportamento que se repete no terceiro ensaio, desta forma os revestimentos não apresentam nenhum efeito que diminua a variação dimensional a partir do segundo ensaio em virtude do substrato em função do processo prévio em que é submetido (EFS) conseguir manter uma maior estabilidade dimensional. Neste sentido ao final dos três ensaios estáticos ao nível estatístico não há influência dos revestimentos na diminuição da variação dimensional, porém mesmo esta falta de variação dimensional no segundo e terceiro ensaio o valor mínimo para superar a diferença honestamente significativa se aproxima de forma contundente chegando a 4,84 frente aos 5,14 tabelado.

Neste sentido avalia-se que os revestimentos têm efeito sobre os bocais de Thermodur 2367 EFS, uma vez que em virtude da baixa variação dimensional não é possível verificar após o segundo ensaio a eficácia, porém no primeiro ensaio os revestimentos obtiveram um desempenho que justifica a utilização dos revestimentos em novos estudos, que abordem um tempo maior de queima, deste modo sujeitando o bocal a uma variação dimensional superior em que possa ser verificado esta condição após o segundo ensaio.

A nível estatístico observa-se que no substrato AISI 304 ambos os substratos possuem o mesmo desempenho, porém, ao observar o desempenho do carbeto de boro durante os ensaios, entende-se que o revestimento 3Y-PSZ é superior neste substrato, em estudos posteriores podese adicionar mais repetições para verificar se a utilização do 3Y-PSZ se prova superior ao carbeto de boro. Aparentemente em ambos os substratos é possível verificar a presença do revestimento 3Y-PSZ permanecendo nos bocais após os três ensaios, fato que não se repete no carbeto de boro.

Evidencia-se que a utilização destes revestimentos de filmes finos utilizando a técnica de *ion plating* com espessuras próximas a 500 nm, utilizando nanotecnologia, conseguem atuar de forma satisfatória em uma situação extrema de alto choque térmico com um curto período de permanência em altas temperaturas. A utilização do Thermodur 2367 EFS como material de substrato se mostrou competente frente ao AISI 304 uma vez que impôs uma variação dimensional 85,37% menor, deste modo a sua utilização como material de substrato para fabricação de bocais em minifoguetes experimentais se torna promissora.

Contudo a melhor configuração observada neste estudo é o Thermodur 2367 EFS como substrato e a zircônia parcialmente estabilizada com 3% em mol de ítria (3Y-PSZ) uma vez que mesmo a nível estatístico ambos os revestimentos apresentem o mesmo desempenho em ambos os substratos, a perda continua de desempenho do carbeto de boro, acarreta em um indicativo que torna a utilização do 3Y-PSZ mais promissora em ambos os substratos, acarretando em um ponto de análise que deve ser verificado em estudos futuros, realizando mais ensaios estáticos no mesmo bocal para verificar esta diferença entre revestimentos.

### 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Para trabalhos futuros sugere-se as seguintes linhas de pesquisa:

- Análise da possibilidade de utilizar multicamadas de revestimentos, mantendo a utilização do processo de deposição PVD *ion plating*, utilizando B<sub>4</sub>C e 3Y-PSZ como materiais de revestimento;
- Viabilidade da utilização da zircônia estabilizada com 8% em mol de ítria (8-YSZ) depositada via *ion plating* mantendo uma camada de 500 nm e multicamadas;
- Testar diferentes espessuras do revestimento;
- Análise numérica via CFD da transferência de calor no bocal, verificando a eficácia da camada nanométrica de revestimento por via teórica;
- Aumentar o tempo de queima do propelente, para verificar o desempenho principalmente do Thermodur 2367 EFS sob um maior tempo de queima;
- Aumentar o número de ensaios estáticos para verificar a diferença de desempenho entre os revestimentos estudados.

## REFERÊNCIAS

ALVES, A. L. et al. Minifoguete a propelente sólido: aspectos teóricos e propostas experimentais para o ensino de física. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 42, 2020.

ALTINOK, Sertaç. **Thermal plasma synthesis of boron carbide.** 2018. 129 p. (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Middle East Technical University, Ankara, 2018.

AMERICAN IRON AND STEEL INSTITUTE (AISI). 2020. **High-temperature** characteristics of stainless steel a designers' handbook series n° 9004. Disponível em: <a href="https://nickelinstitute.org/media/4657/ni\_aisi\_9004\_hightemperaturecharacteristics.pdf">https://nickelinstitute.org/media/4657/ni\_aisi\_9004\_hightemperaturecharacteristics.pdf</a>>.

ASSOCIAÇÃO Brasileira de minifoguetes - Brazilian Association of Rocketry (BAR). **Norma BAR-2/2020**. 2020. Disponível em: <a href="https://bar.org.br/SistemaBAR/Publicados/Bibliotecada-BAR/Normas">https://bar.org.br/SistemaBAR/Publicados/Bibliotecada-BAR/Normas</a> BAR/Norma%20BAR-2-2020%20-%20Nomenclatura%20B%c3%a1sica%20de%20Foguetemodelismo.pdf>. Acesso em: 5 jan. 2024.

ASTM International. **Standard Specification for Stainless Steel Bars and Shapes** – ASTM A276. West Conshohocken, Pennsylvania. 2011.

AZO Materials.Properties: Boron Carbide (B4C) - Properties and Information about<br/>Disponível em:BoronCarbide.(s.d.)Disponível em:<https://www.azom.com/properties.aspx?ArticleID=75>.Acesso em: 17 de fevereiro de 2024.

AZO Materials. **Properties: Stainless Steel - Grade 304 (UNS S30400)**. 2019. Disponível em: <a href="https://www.azom.com/properties.aspx?ArticleID=965">https://www.azom.com/properties.aspx?ArticleID=965</a>>. Acesso em: 5 abr. 2023.

AZO Materials. **Stainless Steel - High Temperature Resistance**. 2002. Disponível em: <a href="https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=1175">https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=1175</a>>. Acesso em 08 mai. 2023.

BECKSTEAD, M. W. Solid propellant combustion mechanisms and flame structure. v. 65, n. 2, p. 297–307, 1 jan. 1993.

BENSON, Tom. 2021. **Nozzle Design**. Disponível em: <a href="https://www.grc.nasa.gov/www/k-12/rocket/nozzle.html">https://www.grc.nasa.gov/www/k-12/rocket/nozzle.html</a>>. Acesso em 12 fev. 2023.

BÖHLER BRASIL. **Hot work tool steels**. 2024. Disponível em: https://www.bohler-brasil.com.br/en/product-category/hot-work-tool-steels/>. Acesso em: 07 abril de 2024.

BORATES Today. **Boron Carbide: A Comprehensive Overview.** 2022. Disponível em: <https://borates.today/boron-carbide/>. Acesso em: 18 março de 2024.

BOROVINSKAYA, I. P. et al. Concise encyclopedia of self-propagating high-temperature synthesis: history, theory, technology, and products. Amsterdam, Netherlands: Elsevier Science, 2017.

BRAEUNIG, Robert A. **Basics of Space Flight: Rocket Propulsion**. 2012. Disponível em: <<u>http://www.braeunig.us/space/propuls.htm</u>>. 2012. Acesso em 20 de fevereiro de 2023.

BS Stainless. **Stainless Steel Grades: All About 304**. 2023. Disponível em: <a href="https://www.bsstainless.com/stainless-steel-grades-all-about-304">https://www.bsstainless.com/stainless-steel-grades-all-about-304</a>. Acesso em: 5 abr. 2023.

BUGNICOURT, Elodie et al. Recent Prospects in the Inline Monitoring of Nanocomposites and Nanocoatings by Optical Technologies. **Nanomaterials**, v. 6, n. 8, p. 150, 19 ago. 2016.

CAO, X. Q.; VASSEN, R.; STOEVER, D. Ceramic materials for thermal barrier coatings. Journal of the European Ceramic Society, v. 24, n. 1, p. 1–10, 1 jan. 2004.

CSM Instruments. Calowear technical features. Manual. 2004, 10 p.

CARBÓ, Héctor Mario. Aços Inoxidáveis: aplicações e especificações. ArcelorMittal Inox Brasil. 2008. Disponível em: <a href="http://guides.com.br/home/wp-content/uploads/2011/12/inonx-apost-tec.pdf">http://guides.com.br/home/wp-content/uploads/2011/12/inonx-apost-tec.pdf</a>>. Acesso em: 14 de abril de 2024.

CHIARION Battagin, E. et al. Knsu solid propellant granulometry effects analysisinvolvingaballmill.2011.Disponívelem:<https://abcm.org.br/anais/cobem/2011/PDF/104501.pdf>.Acesso em: 4 fev. 2023.

COSTA, Claúdio Sérgio Pinto. **Estudo teórico-experimental da transferência de calor na tubeira de um foguete.** 2003. 92 p. (Mestrado em ciências em engenharia mecânica) – Universidade do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2003.

CURRY, Nicholas. **Design of Thermal Barrier Coatings**. 2014. 110 p. (Doutorado em tecnologia da produção) – University West, Trollhättan, Suécia. 2014.

Davis, Joseph R. Metals Handbook, Desk Edition (2nd Edition). Asm International, 1998.

D.E. CHEREPANOV et al. In situ study of thermal shock damage to high-temperature ceramics. **Nuclear Materials and Energy**, v. 36, p. 101495–101495, 1 set. 2023.

DENTON, Brandon Lee. **Design and Analysis of Rocket Nozzle Contours for Launching Pico-Satellites**. 2007. 284 p. (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Rochester Institute of Technology, Rochester, Nova Iorque, 2007.

DEUTSCHE Edelstahlwerke. Hot-Work Tool Steel. Witten, Alemanha. 2014.

D.K. BOSE et al. Production of High Purity Boron Carbide. High Temperature Materials and Processes, Volume 7, N° 2 e 3, p. 133–140, 1986.

DUSTRE. Tipos de Superligas. 2024. Disponível em: <a href="https://dustre.com.br/tipos-de-superligas/">https://dustre.com.br/tipos-de-superligas/</a>>. Acesso em: 8 maio. 2024.

FUCHS, K. D. Hot-work tool steels with improved properties for die casting applications: international tooling conference: The use of Tool Steels: Experience and Research. 6. 2002, Karlstad, Sweden. Proceedings. Karlstad University, Set. 2002, p.17-25.

GENG, X. et al. Estimation of thermal barrier coating fracture toughness using integrated computational materials engineering. **Ceramics International**, v. 49, n. 15, p. 25788–25794, 1 ago. 2023.

GREAT Ceramics. 2024. Disponível em: https://great-ceramic.com/zirconia-ceramics/. Acesso em: 07 abril de 2024.

Gowthaman K et al. Design and analysis of combustion chamber and nozzle of rocket engine by using Inconel 718. International Journal of Advanced Research in Management, Architecture, Technology and Engineering (IJARMATE), v. 6, 2020.

GUVEN Gok, M.; CIHAN, O. Energetic materials and metal borides for solid propellant rocket engines. **Materials and Engineering Technology**, v. 003, p. 109–119, 16 nov. 2020.

HEANJIA Alloys. Super alloys for Rocket engine parts. 2015. Disponível em: <a href="https://heanjiaalloys.wordpress.com/2015/11/24/super-alloys-for-rocket-engine-parts/">https://heanjiaalloys.wordpress.com/2015/11/24/super-alloys-for-rocket-engine-parts/</a>. Acesso em: 7 abr. 2024.

INTERNATIONAL Syalons. **Partially Stabilized Zirconia (PSZ): Properties and Applications**. 2017. Disponível em: < https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=14651>. Acesso em: 04 maio de 2024.

ISOFLAMA. **Têmpera a vácuo - Isoflama**. 2024 Disponível em: <a href="https://www.isoflama.com.br/tempera-a-vacuo/">https://www.isoflama.com.br/tempera-a-vacuo/</a>>. Acesso em: 8 mai. 2024.

JOHNSTON, James R.; SIGNORELLI, Robert A. Erosion Resistance and Failure Mechanisms of Several Nozzle Materials in a Small Solid-Propellant Rocket Engine. 1963.

KANDASWAMY, Ramanaganapathy. **Optimizing The Mechanical Properties Of Partially Yttria Stabilized Zirconia With Alumina Additions**. 2010. 105 p. (Mestrado em Ciência e Engenharia dos Materiais) – Clemson University, Clemson, 2010.

K.L. Rutherford, I.M. Hutchings. A micro-abrasive wear test, with particular application to coated systems. **Surface and Coatings Technology**, n. 79, p.231-239, 1995.

KRUMPHALS, Friedrich. **Physically based modelling of creep- fatigue in hot work tool steels.** 2014. 146 p. (Doutorado em engenharia de produto) – Universidade de Leoben, Leoben, Áustria 2014.

LUCCHESE, Márcia Maria. **Nucleação e crescimento de filmes de diamante em substratos de zircônia parcialmente estabilizada.** 2006. 108 p. (Doutorado em ciências) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2006.

MÁLEK, Michal. **Design and characterization of small solid-propellant rocket engine.** 2019. 46 p. (Bacharelado em Engenharia Mecânica) – Czech Technical University in Prague, Praga, República Tcheca, 2019.

MARCHI, C. H. et al. Cold-Crafted KNSu Mechanically Pressed Burning Rate for Combustion Pressure Ranging from 0.9 to 7.7 bar. **Combustion Science and Technology**, p. 1–13, 28 dez. 2021.

MAY, Sandra. What Is a Rocket? 2011. Disponível em: <a href="https://www.nasa.gov/audience/forstudents/k-4/stories/nasa-knows/what-is-a-rocket-k4.html">https://www.nasa.gov/audience/forstudents/k-4/stories/nasa-knows/what-is-a-rocket-k4.html</a>>. Acesso em 20 nov. 2022.

MBAM,Stephen Ogbonna et al. Thin-film coating; historical evolution, conventional deposition technologies, stress-state micro/nano-level measurement/models and prospects projection: a critical review. **Materials Research Express**, v. 6, n. 12, p. 122001, 13 nov. 2019.

MILANI, Raquel. **Nitretação a plasma de zircônia parcialmente estabilizada.** 2009. 88 p. (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, 2009.

MOLOSSI, Michel. **Avaliação físico-química e mecânica de zircônia nitretada a plasma.** 2014. 86 p. (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, 2014.

MONDAL, Kunal et al. Thermal Barrier Coatings Overview: Design, Manufacturing, and Applications in High-Temperature Industries. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 60, n. 17, p. 6061–6077, 20 abr. 2021.

NAKKA, Richard. **Materials for Rocket Nozzles**. 2022. Disponível em: < https://www.nakka-rocketry.net/nozmach.html#Materials >. Acesso em: 16 março de 2024.

NAKKA, Richard. **Potassium Nitrate/Sucrose Propellant (KNSU)**. Disponível em: < https://www.nakka-rocketry.net/sucrose.html>. 2023. Acesso em: 11 abr. 2023.

NAKKA, Richard. **Potassium Nitrate-Sucrose (KNSU) Propellant Chemistry and Performance Characteristics**. 2023. Disponível em: < https://www.nakka-rocketry.net/succhem.html>. Acesso em: 14 abr. 2024.

NAKKA, Richard. **Solid rocket motor design.** Disponível em: < https://www.nakka-rocketry.net/softw.html#SRM>. 2014. Acesso em: 7 abr. 2024.

NAKKA, Richard. **Solid Rocket Motor Theory -- Impulse and C-star**. Disponível em: <a href="https://www.nakka-rocketry.net/th\_imp.html">https://www.nakka-rocketry.net/th\_imp.html</a>>. 2001. Acesso em: 7 abr. 2024.

MORENO, L. Z.; MORCILLO, A. M. **One-Way Anova**. 2019. Disponível em: <a href="https://www.researchgate.net/publication/335988593">https://www.researchgate.net/publication/335988593</a>>. Acesso em: 15 de dez. 2024.

NOGUEIRA De Morais, Natasha. Influência dos parâmetros de tratamentos térmicos na microestrutura e no comportamento mecânico de aços ferramenta para trabalho a quente. 2019. 135 p. (Dissertação de mestrado) – Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2019.

OHRING, Milton. The materials science of thin films. Boston: Academic Press, 1992.

OLIVEIRA, Fábio Silva de. **Estudo de materiais para fabricação de bocais de motor de foguete a propelente híbrido.** 2013. 122 p. (Mestrado em ciências mecânicas) – Universidade de Brasília, Brasília, 2013.

Önerler. Steel 2367 EFS - Hot Work Tool Steel. 2023. Disponível em: <a href="https://www.onerler.com.tr/en/2367-celik/">https://www.onerler.com.tr/en/2367-celik/</a>. Acesso em: 2 dez. 2024.

ONU. 2023. **Objetivos de Desenvolvimento Sustentável | As Nações Unidas no Brasil**. Disponível em: <a href="https://brasil.un.org/pt-br/sdgs">https://brasil.un.org/pt-br/sdgs</a>>. Acesso em: 16 dez. 2024.

OSTERTAGOVÁ, E.; OSTERTAG, O. Methodology and Application of Oneway ANOVA. **American Journal of Mechanical Engineering**, v. 1, n. 7, p. 256–261, 23 jan. 2013.

PESSOA, Edson Frota. Soldagem de revestimento com ligas de níquel empregando o processo mig/mag com duplo arame para aplicações em componentes do setor de petróleo e gás natural. 2014. 217 p. (Doutorado em engenharia e ciência dos materiais) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2014.

PETERSEN, Christian. What Is Ion Plating? Disponível em: <a href="https://www.aboutmechanics.com/what-is-ion-plating.htm">https://www.aboutmechanics.com/what-is-ion-plating.htm</a>>. 2024. Acesso em: 25 jun. 2024.

RADOVIC, M. et al. Thermophysical Properties of YSZ and Ni-YSZ as a Function of Temperature and Porosity. Advances in Solid Oxide Fuel Cells II: Ceramic Engineering and Science Proceedings, Volume 27, Issue 4, p. 79–85, 26 mar. 2008.

REZAZADEH Reyhani, M. et al. Turbine blade temperature calculation and life estimation - a sensitivity analysis. **Propulsion and Power Research**, v. 2, n. 2, p. 148–161, 1 jun. 2013.

RINGS, R. What Is IP Plating? Disponível em: < https://redwoodrings.com/blogs/redwood-rings-blog/what-is-ip-plating>. Acesso em: 6 maio. 2024.

R. P. Jewett & J. A. Halchak. The use of alloy 718 in the space shuttle main engine. **The Minerals, Metals & Materials Society**, 1991.

RUI, Gabriel. **Proposta de alteração da câmara de combustão aplicada ao motor do minifoguete da equipe** *Phoenix Rocket Team.* 2020. 84 p. (Graduação em Engenharia Mecânica) - Universidade de Caxias do Sul, Bento Gonçalves, 2020.

SANKAR, Vishnu. International Journal of Mechanical Engineering and Robotics Research. v. 3, n. 2, 2014.

SANTOS, Michel Lacerda Marcondes dos. **Caracterização estrutural e eletrônica da zircônia pura e com defeitos e impurezas.** 2011. 104 p. (Mestrado em ciências) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.

SARIDAG, S.; TAK, O.; ALNIACIK, G. Basic properties and types of zirconia: An overview. **World Journal of Stomatology**, v. 2, n. 3, p. 40, 2013.

SCHLOESSER, J. et al. Thermal Barrier Coatings on Copper Substrates for Rocket Applications. **Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering**, v. 4, n. 2, p. 189–195, 1 jan. 2010.

SETIADI, Bagus Wicaksono et al. Investigation on the Mechanical Properties of the Post-Static Fire Testing Effect of Graphite Material used in the RX320 Rocket Motor Nozzle. **Journal of Physics: Conference Series**, v. 2243, n. 1, p. 012050, 1 jun. 2022.

SHVYDYUK, K. O. et al. Review of Ceramic Composites in Aeronautics and Aerospace: A Multifunctional Approach for TPS, TBC and DBD Applications. **Ceramics**, v. 6, n. 1, p. 195–230, 10 jan. 2023.

SOFYAN, B. T. et al. WC-Co Coatings for High Temperature Rocket Nozzle Applications: An Applications Note. **International Journal of Technology**, jan. 2010.

SILVA, J. P. DA; DOS SANTOS, Y. R. P. DOS; BELLO, M. I. M. DA C. Aplicação da ANOVA e dos testes de Fisher e Tukey em dados de recalque de edifícios de múltiplos pavimentos. **Revista Principia - Divulgação Científica e Tecnológica do IFPB**, 19 ago. 2021.

SINGH, D. Sugar Based Rocket Propulsion System-Making, Analysis & Limitations. International Journal of Engineering Trends and Applications (IJETA), v. 2, 2015.

SRIGANAPATHY, A. J.; KIRUTHIKA B; SOPIKA. S. Design and analysis of thermal barrier coating on gasturbine blade. **IARJSET**, v. 9, n. 6, 30 jun. 2022.

**Standard Motor Codes - National Association of Rocketry**. 2014.Disponível em: <a href="https://www.nar.org/standards-and-testing-committee/standard-motor-codes/">https://www.nar.org/standards-and-testing-committee/standard-motor-codes/</a>>.

STATON Coating. Physical Vapor Deposition (PVD) Coatings and Sustainability: A Green Alternative to Traditional Coatings. 2024. Disponível em: < https://statoncoating.com/blog/physical-vapor-deposition-pvd-coatings-and-sustainability-a-green-alternative-to-traditional-coatings/>. Acesso em: 17 jun. 2024.

SUTTON, George P., BIBLARZ, Oscar. **Rocket Propulsion Elements**. 8. ed. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2010.

Tabela com percentis 95% da distribuição F. Unicamp. Disponível em: https://www.ime.unicamp.br/~cnaber/tabela\_F\_1.pdf. Acesso em: 11 dez. 2024.

TURATTI, Águeda Maria. **Sinterização de carbeto de boro com alta resistência ao desgaste.** 2009. 118 p. (Mestrado em Ciência dos Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2009.

TURNER, Martin J. L. Rocket and Spacecraft Propulsion: Principle, Practice and New **Developments**. 3. ed. Chichester, UK: Springer-Science, 2009.

Valores da amplitude total estudentizada para uso no Teste Tukey. Universidade Estadual de Londrina. Disponível em: https://www.uel.br/pessoal/lscunha/pages/arquivos/Tab\_Tukey\_pdf.pdf. Acesso em: 17 dez. 2024. Vendramin, João Carmo. Publicações Técnicas Isoflama. 2023. Disponível em: < http://www.isoflama.com.br/assets/pdf/literaturas/1572377390.pdf>. Acesso em: 4 mar. 2024.

WATTS, Joshua. **Controlled Synthesis of Boron Carbide Using Solution-Based Techniques.** 2018. 207 p. (Doutorado em Filsofia) – Queensland University of Technology, Brisbane, 2018.

WAHID, Z.; LATIFF, A. I.; AHMAD, K. Application of one-way ANOVA in completely randomized experiments. **Journal of Physics: Conference Series**, v. 949, p. 012017, dez. 2017.

WORLDStainless.Aerospace.2020.Disponívelem:<</th>https://www.worldstainless.org/applications/transport-applications/aerospace/>.Acessoem:1010 março de 2024.....

YANG, Fan. Electrical and thermal properties of yttria-stabilised zirconia (ysz)-based ceramic materials. 2011. 173 p. (Doutorado em Engenharia e ciência física) – University of Manchester, Manchester, 2011.

### ANEXO A - UTILIZAÇÃO DA PLANILHA (SRM) SOLID ROCKET MOTOR







# ANEXO B – LAUDO DE COMPOSIÇÃO QUÍMICA AISI 304

## ANEXO C – LAUDO DE COMPOSIÇÃO QUÍMICA THERMODUR 2367 EFS

0607	ado Nº / 18 /	Certificate Nr. 01	Nota Fis 0607	scal Nº / Invoi 18 /01	ce Nr.	Swiss Industi Rua Jo CEP: 0	Steel do Brasil ria e Comercio de sé Antônio Valada 4185-020 - Vila Li	e Aços Ltda. res, 285 vieiro				
05/09	9/23		v, de Controle de (	Ceruncado / C	eruncate Control Ni.	Tel.: 55 Fax: 55	11 2083-9000 11 2083-9080		- 1 I.	H 1		
Cliente TECH	/ Custor	ner BRASIL :	Solucoes I	NOVADO	RAS LTDA							
Referên E.MA	icia Clie IL G/	nte / Custome \BRIEL	r's Reference			1.						
Identific 2367	ação do 1 - T	Material /	terial Identification JR 2367 EFS	REDONI	D0	n 			÷		1	
Acaban	nento / 1	Vorkmanship O		1	Processo de Fusão /	/ Melting Proce	\$\$	Processo	de Conformação	o / Mechanical F	oming	
Medida 0050	1 / Dim .80	ension 1	Medida 2 / Dimen 0000.00	ision 2	Medida 3 / Dimensio	on 3 Pesc	) / Weight (KG) 13,70	OS / Sen 08294	OS / Service Order Ficha № / C   082948/01 I222020			
					Composição (	Química / Che	mical Compositie	on ·				
Corrida 3052	Nº / He 80	at Nr,	с 0,35000	si 0,3300	0 0,39000	Р 0,01700	s 0,00100	<sup>Cr</sup> 4,83000	<sup>мо</sup> 2,83000	<sup>Ni</sup> 0,00000	∨ 0,56000	
w 0,00	000	аі 0,00000	co 0,00000	т 0,0000	0 0,00000	<sup>Nb</sup> 0,00000	Ta 0,00000	<sup>Zr</sup> 0,00000	<sup>РЬ</sup> 0,00000	N 0,00000	<sup>Fe</sup> BAL	
	- 		Tratam	ento Térmic	o / Heat Treatment	- -			Ensaio	de Ultra Som /	US Test	
Tipo / Ti RECC	ype DZID(	o S			Certificado Nº Item /	Certificate Nr.	ltem	Resultad	o / Results			
Dureza 173H	/ Hardr IB	ess	4		Empresa / Company -	¥		Norma d	e Referência / SI	andard		
-	r		Ensaio	s Mecânicos	/ Mechanical Test	s	-		Ensaios	de Corrosão / C	orrosion Tests	
T R A	L.E. /	Y.S.			L.R. / T.S.			Resultad	o / Results			
Ç Â O	Along	jamento / Elon	gantion		Estricção / R.A.			Norma d	Norma de Referência / Standard			
l M P	Certif	icado № / Cert	ificate Nr.	Тіро / Ту	rpe		Temperatura / Ten	nperature (°C)	CP1 / (\$	Specimen Numb	er)	
A C T O	CP2	(Specimen N	umber)	CP3 / (S	Specimen Number)		Média / Average				ato Constante N	
		e transformer Tra				Outros Ensa	ios / Other Tests					
Ensaio	/ Test		No	orma de Refe	rência / Standard	Núm	iero do Pedido / Ri	eport Number	Resultado	/ Results		
Observ	ações /	Notes		1	н. - -			Assin Eng <sup>o</sup> CREA	atura / Signature Andre Augusto A: 5061968567	de Araujo V		
				48	9.	a	r F B		а — — — — — — — — — — — — — — — — — — —			
С	ER	TIFIC	CADO	DE	QUALIC	DADE	/ QU/	ALITY	CER	<b>TIFIC</b>	<b>ATE</b>	
NAE CO	rtifican	nos nue a info	ermarão posto do	cumanta á u	ima renroducão ev	sta do cartific	eniau eh ohe					

## ANEXO D – LAUDO TRATAMENTO TÉRMICO THERMODUR 2367 EFS

3 FINAL E CHAPA TESTE DUR 2367 ING) (500°20°) - REVENIME
3 FINAL E CHAPA TESTE DUR 2367 RING) (500°20°) - REVENIME
3 FINAL E CHAPA TESTE DUR 2367 NING) (500°20°) - REVENIME
3 FINAL E CHAPA TESTE DUR 2367 NING) (500°20°) - REVENIME
3 FINAL E CHAPA TESTE DUR 2367 ING) (500°20°) - REVENIME
3 FINAL E CHAPA TESTE DUR 2367 ING) (500°20°) - REVENIME
3 FINAL E CHAPA TESTE DUR 2367 (ING) (500°20°) - REVENIME (°)
FINAL E CHAPA TESTE DUR 2367 (ING) (500°20°) - REVENIME
DUR 2367 IING) (500°20°) - REVENIME ï°) RC
ING) (500°20°) - REVENIME ;°) RC
ING) (500°20°) - REVENIME i°) RC
NNG) (500°20°) - REVENIME ;°) RC
(ING) (500°20°) - REVENIME ;°) RC
RING) (500°20°) - REVENIME j°) RC
RC
UTWORKS.7
LUIZ HILGERT te (Issuer) de Qualidade lity Control)
N n e a

## ANEXO E - CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DURÔMETRO

		EC		METROL	OGICA
Instr Rua Antoninho D.	Campagnollo, 33 - CNP	t <b>riais Ltda.</b> J: 03.245.071/0001-42 - Bairro Floresta		LABORATÓRIO RECON	
Fone/Fax: (54) 322	25-3211 - 95.012-230 - C	axias do Sul/RS - E-mail: mitec@mitec.com.br		A NORMA ABNI NBR	(ISO/IEC 17025
	La	uboratório de Força, Torque	e Dureza N° 92	02	Página 1 de 2
	CERT	<b>FIFICADO DE CALIBR</b>	AÇÃO Nº: 5	831/23	rughiu i do 2
				Versão:	61 - Data: 14/10/202.
Solicitante:	Tecnovacum Trat	amento Térmico Ltda.			
Endereço:	Rua Gerson Andr	eis, 500			
Cidade: Estado:	Caxias do Sul RS				
DADOS DO F	EQUIPAMENTO				
Descrição:	Máquin	a para ensaios de dureza de 0 - 100 HRC			
Resolução: Marca:	1 HRC Digimes	s			
N° de Identifi	cação: DUR-01				
N° do Fabrica	inte: Nao con	sta			
PADRÕES					
Código PD-171	<u>Descrição</u> Bloco padrão de	dureza 64,1 HRC	<u>Nº Certificado</u> 6290784	<u>Laboratório</u> D. L. Ellis/NVLAP	Validade 31/03/27
PD-176 PD-177	Bloco padrão de Bloco padrão de	dureza 28 HRC dureza 47 3 HRC	6306543 6304763	D. L. Ellis/NVLAP D. L. Ellis/NVLAP	31/08/27 30/04/27
REFERÊNCI	AS				
Procedimento	(s) de Calibração:	MTC-D-010 Rev. 8			
Norma (s) Tec Condições An	nbientais:	<b>Temperatura:</b> $23 \pm 5 ^{\circ}\text{C}$	Umidade Relat	iva:	
Data do Recel	bimento:	04/03/2023			
Data da Calib Data da Emiss	são:	13/03/2023			
OBSERVAÇÔ	ÕES				
A calibração fo	oi realizada nas insta	alações da empresa por solicitação da mes	sma.		

CERTIF	ICADO DE O	CALIBE	RAÇÃO	Nº: 583	31/23	
	Calibração In	icial (Antes	do Ajuste)			
Escala HKC VC M	édia EM	r	IM (±)	k	Veff	
28,0 2 47,3 4	18,7 0,7 17,0 -0,3	0,5 0,4	0,4 0,6	2,04 2,00	58 >100	
64,1 6	-0,6	0,6 Eim	0,5	2,00	>100	
		- Fim				
		Assina	ido de forr	na digita	l por	
RICARD	0	RICAR	DO ZILIO:8	3908892	1091	
ZILIO:89	908892109	1 Dados	: 2023.03.1	13 15:47:	37	
		-03'00				
S. M. J. 7			Repetibilidade (	Maior Leitura	- Menor Leitura)	
Definições: VC: Valor Convencional (Indicação do Pac	drão)	r:	Repetionidade		interior isercara)	
Definições: /C: Valor Convencional (Indicação do Pa 4édia: Série de Cinco Medições (Indicação d	drão) lo Instrumento)	r: IM:	Incerteza de Me	edição	intentor Echana)	

ANEXO F – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO TERMOHIGRÔMETRO EXBOM FEPRO MUT-50

Idantificação do Contific	C	ertificado d	le Cali	braçã	0	
Número:	0759/24	Ordem de Serviço:	133/25	Data da c	alibração:	17/01/2024
Cliente:						
Razão Social	i		Gabr	iel Rui		
Endereço	:	Rua Visconde de	Pelotas, 514	l, Centro, Fa	gundes Varela -	RS
dentificação do Objeto						
Descrição	: Te	rmohigrômetro			Tipo:	Digital
Modelo / Fabricante	: Exbor	n / FEPRO-MUT50			Identificação:	-
Faixa Temperatura	:: <b>(</b>	-10ºC a 50ºC)		N	úmero de Série:	1.5
Faixa Umidade	:	(10 a 90%UR)				
Resolução Temperatura		0,1 °C		Resolução	o Umidade	1 %UR
Condições Ambientais:						
	Temperatura:	22 ± 2 °C		Umidade:	50 ± 20 %L	JR
Padrões Utilizados:	~					
Des	cricão	Códiao	Nº do Ce	rtificado	Validade do P	adrão
Termohign	ômetro Digital itech	T-002	H-23	15/23	09/10/202	24
O campo Validade do Padrão	representa a dat atribuíc	a limite que o padrão utiliza la pelo cliente na etiqueta d	do na calibraçã e calibração de	o pode ser utili acordo a ISO 1	zado. A validade do i 7025.	instrumento calibrado e
	io ae i rabaine	0				



## ANEXO G – TABELA COM PERCENTIS 95% DA DISTRIBUIÇÃO F

Dist Tab Exe Se )	istribuição F com v1 graus de liberdade no numerador e v2 graus no denominador abela com percentis 95% da distribuição F xemplo e X tem distribuição F com 4 graus no numerador e 3 graus no denominador, Pr( X <= 9.12) = 95%																	
v1	_	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	15	20	24	25	30
v2			-	-		-	-											
	Ϋ́																	
	1	161.45	199.50	215.71	224.58	230.16	233.99	236.77	238.88	240.54	241.88	242.98	243.90	245.95	248.02	249.05	249.26	250.10
	2	18.51	19.00	19.16	19.25	19.30	19.33	19.35	19.37	19.38	19.40	19.40	19.41	19.43	19.45	19.45	19.46	19.46
	3	10.13	9.55	9.28	9.12	9.01	8.94	8.89	8.85	8.81	8.79	8.76	8.74	8.70	8.66	8.64	8.63	8.62
	4	7.71	6.94	6.59	6.39	6.26	6.16	6.09	6.04	6.00	5.96	5.94	5.91	5.86	5.80	5.77	5.77	5.75
	5	6.61	5.79	5.41	5.19	5.05	4.95	4.88	4.82	4.77	4.74	4.70	4.68	4.62	4.56	4.53	4.52	4.50
	6	5.99	5.14	4.76	4.53	4.39	4.28	4.21	4.15	4.10	4.06	4.03	4.00	3.94	3.87	3.84	3.83	3.81
	7	5.59	4.74	4.35	4.12	3.97	3.87	3.79	3.73	3.68	3.64	3.60	3.57	3.51	3.44	3.41	3.40	3.38
	8	5.32	4.46	4.07	3.84	3.69	3.58	3.50	3.44	3.39	3.35	3.31	3.28	3.22	3.15	3.12	3.11	3.08
	9	5.12	4.26	3.86	3.63	3.48	3.37	3.29	3.23	3.18	3.14	3.10	3.07	3.01	2.94	2.90	2.89	2.86
	10	4.96	4.10	3.71	3.48	3.33	3.22	3.14	3.07	3.02	2.98	2.94	2.91	2.85	2.77	2.74	2.73	2.70
	11	4.84	3.98	3.59	3.36	3.20	3.09	3.01	2.95	2.90	2.85	2.82	2.79	2.72	2.65	2.61	2.60	2.57
	12	4.75	3.89	3.49	3.26	3.11	3.00	2.91	2.85	2.80	2.75	2.72	2.69	2.62	2.54	2.51	2.50	2.47
	13	4.67	3.81	3.41	3.18	3.03	2.92	2.83	2.77	2.71	2.67	2.63	2.60	2.53	2.46	2.42	2.41	2.38
	14	4.60	3.74	3.34	3.11	2.96	2.85	2.76	2.70	2.65	2.60	2.57	2.53	2.46	2.39	2.35	2.34	2.31
	15	4.04	3.00	3.28	3.00	2.90	2.79	2.71	2.04	2.09	2.04	2.01	2.40	2.40	2.33	2.29	2.20	2.20
	17	4.49	3.50	3.24	2.06	2.00	2.74	2.00	2.09	2.04	2.49	2.40	2.42	2.30	2.20	2.24	2.23	2.19
	18	4.45	2.55	3.20	2.90	2.01	2.70	2.01	2.00	2.49	2.45	2.41	2.30	2.01	2.20	2.18	2.10	2.10
	19	4.41	3.53	3.10	2.93	2.11	2.00	2.50	2.51	2.40	2.41	2.37	2.34	2.27	2.18	2.13	2.14	2.11
	20	4.35	3.49	3 10	2.80	2.74	2.00	2.54	2.40	2.42	2.35	2.34	2.01	2.20	2.10	2.11	2.11	2.0/
	21	4.32	3.47	3.07	2.84	2.68	2.57	2.49	2.42	2.37	2.32	2.28	2.25	2.18	2.10	2.05	2.05	2.01
	22	4.30	3.44	3.05	2.82	2.66	2.55	2.46	2.40	2.34	2.30	2.26	2.23	2.15	2.07	2.03	2.02	1.98
	23	4.28	3.42	3.03	2.80	2.64	2.53	2.44	2.37	2.32	2.27	2.24	2.20	2.13	2.05	2.01	2.00	1.96
	24	4.26	3.40	3.01	2.78	2.62	2.51	2.42	2.36	2.30	2.25	2.22	2.18	2.11	2.03	1.98	1.97	1.94
	25	4.24	3.39	2.99	2.76	2.60	2.49	2.40	2.34	2.28	2.24	2.20	2.16	2.09	2.01	1.96	1.96	1.92
	26	4.23	3.37	2.98	2.74	2.59	2.47	2.39	2.32	2.27	2.22	2.18	2.15	2.07	1.99	1.95	1.94	1.90
	27	4.21	3.35	2.96	2.73	2.57	2.46	2.37	2.31	2.25	2.20	2.17	2.13	2.06	1.97	1.93	1.92	1.88
	28	4.20	3.34	2.95	2.71	2.56	2.45	2.36	2.29	2.24	2.19	2.15	2.12	2.04	1.96	1.91	1.91	1.87
	29	4.18	3.33	2.93	2.70	2.55	2.43	2.35	2.28	2.22	2.18	2.14	2.10	2.03	1.94	1.90	1.89	1.85
	30	4.17	3.32	2.92	2.69	2.53	2.42	2.33	2.27	2.21	2.16	2.13	2.09	2.01	1.93	1.89	1.88	1.84
	35	4.12	3.27	2.87	2.64	2.49	2.37	2.29	2.22	2.16	2.11	2.07	2.04	1.96	1.88	1.83	1.82	1.79
	40	4.08	3.23	2.84	2.61	2.45	2.34	2.25	2.18	2.12	2.08	2.04	2.00	1.92	1.84	1.79	1.78	1.74

Tabela com percentis 95% da distribuição F. Unicamp. Disponível em: https://www.ime.unicamp.br/~cnaber/tabela\_F\_1.pdf. Acesso em: 11 dez. 2024.

## ANEXO H – VALORES DA AMPLITUDE TOTAL ESTUDENTIZADA PARA USO NO TESTE DE TUKEY

Graus de							·			(4)	, para a	50 110 12	ste de 1	uncy, ac	, militer a	e 376 de	: probab	muaue.			
the second se	-									Núme	ro de Tra	tamento	15								
Liberdade	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
2 0	6,08	8,33	9,80	10,88	11,73	12,43	13,03	13,54	13,99	14,40	14,76	15,09	15,39	15,67	15,92	16,16	16,38	16,59	16,78	16,97	17,14
3 4	4,50	5,91	6,82	7,50	8,04	8,48	8,85	9,18	9,46	9,72	9,95	10,15	10,35	10,52	10,69	10,84	10,98	11,11	11,24	11,36	11,47
4 3	3,93	5,04	5,76	6,29	6,71	7,05	7,35	7,60	7,83	8,03	8,21	8,37	8,52	8,66	8,79	8,91	9,03	9,13	9,23	9,33	9,42
5 3	3,64	4,60	5,22	5,67	6,03	6,33	6,58	6,80	6,99	7,17	7,32	7,47	7,60	7,72	7,83	7,93	8,03	8,12	8,21	8,29	8,37
6 3	3,46	4,34	4,90	5,30	5,63	5,90	6,12	6,32	6,49	6,65	6,79	6,92	7,03	7,14	7,24	7,34	7,43	7,51	7,59	7,66	7,73
7 3	3,39	4,10	4,68	5,06	5,30	5,61	5,82	6,00	0,10	6,30	6,43	6,55	6,00	6,76	0,85	0,94	7,02	7,10	7,17	7,24	7,30
8 3	3,20	4,04	4,53	4,89	5,17	5,40	5,60	5,77	5,92	6,05	0,18	6,29	6,39	6,48	6,57	0,05	6,73	6,80	6,87	6,93	6,99
9 3	3,20	3,95	4,41	4,70	5,02	5,24	5,43	5,59	5,74	5,87	5,98	6,09	6,19	6,28	6,30	6,44	6.24	6,58	6,64	6,70	6,70
10 3	3,15	3,88	4,33	4,05	4,91	5,12	5,30	5,40	5,00	5,72	5,83	5,93	6,03	6,11	6,19	6,27	6,34	6,40	6,47	6,53	6,58
10 3	3,11	3,82	4,20	4,5/	4,82	5,03	5,20	5,35	5,49	5,01	5,71	5,81	5,90	5,96	0,00	6,03	6,20	6.15	6.01	0,38	6,44
12 3	3,08	3,11	4,20	4,51 4 4E	4,75	4,95	5,12	5,2/	5,39	5,51	5,01	5,71	5,80	5,88	5,95	5.02	6,09 6,09	6.05	6,21	6,20	6.22
10 3	3,00	3,13	4,15	4,45	4,09	4,00	3,05	5,19	5,32	5,45	5,55	5,05	5,71	5,79	5,00	5,95	5,99	5.07	6.03	6.09	6.13
14 3	3,03	3,10	4,11	4,41	4,04	4,03	4,99	5,15	5,25	5,30	5,40	5,55	5,04	5,71	5,79	5,65 E 70	5,91	5,97	0,03 E 06	6.01	6.06
16 3	3,01	3,65	4,00	4,37	4,55	4,70	4,94	5,00	5,20	5.26	5,40	5,45	5,57	5,00	5,66	5,70	5,05	5,90	5,90	5.05	5.00
17 3	2.08	3,63	4.02	4 30	4,50	4 70	4,90	4 99	5 11	5 21	5 31	5 30	5.47	5,59	5,60	5.67	5 73	5 79	5.84	5.89	5.04
18 2	2,90	3,03	4,02	4,30	4,52	4,10	4,00	4,99	5.07	5,21	5.27	5,35	5.43	5,54	5,61	5,63	5,60	5 74	5,04	5.84	5,94
10 2	2,57	3,50	3.08	4,20	4,45	4,65	4,02	4,50	5.04	5.14	5.23	5 31	5 30	5.46	5,57	5,50	5,65	5,74	5 75	5.80	5.85
20 2	2.05	3.58	3,96	4 23	4 45	4,63	4 77	4 90	5.01	5 11	5 20	5 28	5 36	5.43	5.49	5 55	5.61	5.66	5 71	5 76	5,81
21 2	2.94	3.56	3.94	4 21	4.42	4.60	4 74	4.87	4.98	5.08	5.17	5.25	5,33	5,40	5.46	5,52	5.58	5.63	5.68	5 73	5,77
22 2	2.93	3.55	3.93	4.20	4.41	4.58	4.72	4.85	4.96	5.06	5.14	5.23	5.30	5.37	5.43	5.49	5.55	5.60	5.65	5.69	5.74
23 2	2.93	3.54	3.91	4.18	4.39	4.56	4.70	4.83	4.94	5.03	5.12	5.20	5.27	5.34	5.41	5.46	5.52	5.57	5.62	5.67	5,71
24 2	2.92	3.53	3.90	4.17	4.37	4 54	4.68	4.81	4.92	5.01	5.10	5.18	5.25	5.32	5.38	5.44	5.49	5.55	5.59	5.64	5.68
25 2	2.91	3.52	3.89	4.15	4.36	4.53	4.67	4.79	4.90	4.99	5.08	5.16	5.23	5.30	5.36	5.42	5.47	5.52	5.57	5.62	5.66
26 2	2.91	3.51	3.88	4.14	4.35	4.51	4.65	4.77	4.88	4,98	5.06	5.14	5.21	5.28	5.34	5.40	5.45	5.50	5.55	5.59	5.64
27 2	2.90	3.51	3,87	4.13	4.33	4,50	4.64	4.76	4.86	4,96	5.04	5.12	5.19	5.26	5.32	5.38	5.43	5,48	5.53	5.57	5.61
28 2	2,90	3,50	3,86	4,12	4,32	4,49	4,62	4.74	4,85	4,94	5,03	5,11	5,18	5,24	5,30	5,36	5,41	5,46	5,51	5,55	5,60
29 2	2,89	3,49	3,85	4,11	4,31	4,47	4,61	4,73	4,84	4,93	5,01	5,09	5,16	5,23	5,29	5,34	5,40	5,44	5,49	5,54	5,58
30 2	2,89	3,49	3,85	4,10	4,30	4,46	4,60	4,72	4,82	4,92	5,00	5,08	5,15	5,21	5,27	5,33	5,38	5,43	5,47	5,52	5,56
31 2	2,88	3,48	3,84	4,09	4,29	4,45	4,59	4,71	4,81	4,90	4,99	5,06	5,13	5,20	5,26	5,31	5,36	5,41	5,46	5,50	5,54
32 2	2,88	3,48	3,83	4,09	4,28	4,45	4,58	4,70	4,80	4,89	4,98	5,05	5,12	5,18	5,24	5,30	5,35	5,40	5,45	5,49	5,53
33 2	2,88	3,47	3,83	4,08	4,28	4,44	4,57	4,69	4,79	4,88	4,97	5,04	5,11	5,17	5,23	5,29	5,34	5,39	5,43	5,48	5,52
34 2	2,87	3,47	3,82	4,07	4,27	4,43	4,56	4,68	4,78	4,87	4,96	5,03	5,10	5,16	5,22	5,27	5,33	5,37	5,42	5,46	5,50
35 2	2,87	3,46	3,81	4,07	4,26	4,42	4,56	4,67	4,77	4,86	4,95	5,02	5,09	5,15	5,21	5,26	5,31	5,36	5,41	5,45	5,49
36 2	2,87	3,46	3,81	4,06	4,25	4,41	4,55	4,66	4,76	4,85	4,94	5,01	5,08	5,14	5,20	5,25	5,30	5,35	5,40	5,44	5,48
37 2	2,87	3,45	3,80	4,05	4,25	4,41	4,54	4,66	4,76	4,85	4,93	5,00	5,07	5,13	5,19	5,24	5,29	5,34	5,39	5,43	5,47
38 2	2,86	3,45	3,80	4,05	4,24	4,40	4,53	4,65	4,75	4,84	4,92	4,99	5,06	5,12	5,18	5,23	5,28	5,33	5,38	5,42	5,46
39 2	2,86	3,45	3,79	4,04	4,24	4,39	4,53	4,64	4,74	4,83	4,91	4,98	5,05	5,11	5,17	5,22	5,27	5,32	5,37	5,41	5,45
40 2	2,86	3,44	3,79	4,04	4,23	4,39	4,52	4,63	4,73	4,82	4,90	4,98	5,04	5,11	5,16	5,22	5,27	5,31	5,36	5,40	5,44
50 2	2,84	3,42	3,76	4,00	4,19	4,34	4,47	4,58	4,68	4,77	4,85	4,92	4,98	5,04	5,10	5,15	5,20	5,24	5,29	5,33	5,37
100 2	2,81	3,36	3,70	3,93	4,11	4,26	4,38	4,48	4,58	4,66	4,73	4,80	4,86	4,92	4,97	5,02	5,07	5,11	5,15	5,19	5,22

Fonte: Valores da amplitude total estudentizada para uso no Teste *Tukey*. Disponível em: https://www.uel.br/pessoal/lscunha/pages/arquivos/Tab\_Tukey\_pdf.pdf. Acesso em: 17 dez. 2024.

## APÊNDICE A – TABELAS GERAIS DOS DADOS DOS ENSAIOS ESTÁTICOS

Ensaios estáticos 01 - Dados gerais														
Código bocal	Material de substrato	Revestimento	Temperatura do teste (°C)	Umidade (%)	Massa Propelente (g)	Empuxo Máximo (N)	Empuxo médio (N)	Impulso Total (N)	Tempo (s)	Pressão Máxima (Bar)	Temperatura Máxima (°C)	Temperatura Média (°C)	Tempo até alcançar a temperatura máxima (s)	°C/s
01-SS-061123	AISI 304	Sem revestimento	26,9	48	250,4	385,14	120,25	227,26	1,89	20,96	644,19	432,31	1,98	218,340
02-SS-061123	AISI 304	Sem revestimento	30,7	61	249,5	274,39	141,55	237,80	1,68	16,45	855,25	511,07	1,71	298,87
03-SS-061123	AISI 304	B <sub>4</sub> C	23,4	92	248,9	459,9	115,41	242,37	2,1	24,8	534,73	357,26	1,38	258,88
04-SS-061123	AISI 304	3Y - PSZ	28	46	249,6	194,75	129,75	225,77	1,74	11,55	841,21	487,94	1,95	250,23
05-SS-061123	AISI 304	3Y - PSZ	29,6	44	247,3	235,59	131,18	240,06	1,83	9,31	809,39	458,91	1,98	231,77
06-SS-061123	AISI 304	B <sub>4</sub> C	30,8	59	250,1	254,49	132,96	239,32	1,8	14,06	746,91	478,58	1,77	270,38
07-SS-061123	AISI 304	B <sub>4</sub> C	32,3	44	249,3	212,7	118,15	230,38	1,95	12,22	800,97	472,53	1,98	238,65
08-SS-061123	AISI 304	Sem revestimento	31,7	44	250,2	203,86	133,36	232,04	1,74	12,01	810,56	478,64	1,89	253,25
09-SS-061123	AISI 304	3Y-PSZ	33	44	249,1	202,35	124,17	230,97	1,86	11,92	750,89	434,97	1,86	233,85
01-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	B <sub>4</sub> C	21,1	80	249,8	605,38	234,92	267,81	1,14	15,12	624,53	428,10	1,56	274,42
02-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	B <sub>4</sub> C	19,9	93	247	345,13	161,67	252,21	1,56	16,37	754,4	451,57	1,62	278,75
03-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	Sem revestimento	19,5	94	246,9	251,46	144,54	242,82	1,68	12,63	799,8	482,19	1,89	255,13
04-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	3Y-PSZ	21,3	79	247,4	314,95	154,435	250,18	1,62	13,75	802,84	503,55	1,77	284,49
05-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	Sem revestimento	21,1	81	247,2	285,5	120,46	238,52	1,98	12,99	782,95	469,44	1,92	244,50
06-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	3Y-PSZ	20,3	88	247,7	288,03	139,83	243,30	1,74	13,06	797,46	456,59	1,8	253,66
07-TH-171123	THERMOD UR 2367 EFS	Sem revestimento	21,7	79	246,1	389,91	134,57	250,30	1,86	11,72	674,61	469,52	2,07	226,82
08-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	3Y-PSZ	21,3	63	252,5	185,63	119,91	223,04	1,86	11,12	711,81	477,49	2,28	209,42
09-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	B <sub>4</sub> C	22,8	60	250,4	173,86	124,34	220,08	1,77	10,42	777,8	489,65	2,13	229,88

Tabela A-1 – Dados gerais dos ensaios estáticos dos bocais - Ensaios 01

Ensaios estáticos 02 - Dados gerais														
Código bocal	Material de substrato	Revestimento	Temperatura do teste (°C)	Umidade (%)	Massa Propelente (g)	Empuxo Máximo (N)	Empuxo médio (N)	Impulso Total (N)	Tempo (s)	Pressão Máxima (Bar)	Temperatura Máxima (°C)	Temperatura Média (°C)	Tempo até alcançar a temperatura máxima (s)	°C/s
01-SS-061123	AISI 304	Sem revestimento	35,3	39	251,4	177,69	95,59	206,47	2,16	10,66	742,7	467,85	2,31	202,53
02-SS-061123	AISI 304	Sem revestimento	29	51	250,5	158,04	94,48	206,90	2,19	9,91	751,59	501,29	2,43	206,29
03-SS-061123	AISI 304	B <sub>4</sub> C	12	85	253,5	158,38	99,52	214,97	2,16	10,43	877,48	520,11	2,34	222,27
04-SS-061123	AISI 304	3Y - PSZ	18,3	78	254,8	174,44	101,13	218,45	2,16	11,11	861,57	490,82	2,13	230,43
05-SS-061123	AISI 304	3Y - PSZ	30,5	52	250,8	176,31	104,93	214,06	2,04	10,57	727,26	445,04	1,98	224,77
06-SS-061123	AISI 304	B <sub>4</sub> C	17,7	79	252,7	166,91	101,27	209,64	2,07	10,32	794,18	478,63	2,1	227,92
07-SS-061123	AISI 304	B <sub>4</sub> C	19,4	75	252,4	158,45	96,17	210,60	2,19	9,93	899,25	512,94	2,22	231,06
08-SS-061123	AISI 304	Sem revestimento	29,9	44	249,3	171,87	108,43	214,69	1,98	10,7	803,31	497,39	2,07	240,29
09-SS-061123	AISI 304	3Y-PSZ	10,6	91	256	143,16	78,60	195,71	2,49	9,99	681,63	465,32	3,63	128,19
01-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	B <sub>4</sub> C	26,5	62	253,3	189,37	126,75	224,35	1,77	11,18	730,3	491,58	2,25	218,48
02-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	B <sub>4</sub> C	24,2	63	254,2	194,96	111,90	224,93	2,01	11,66	758,61	476,69	2,16	220,69
03-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	Sem revestimento	26	63	253,7	180,83	111,49	220,76	1,98	10,48	774,29	539,35	2,7	199,76
04-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	3Y-PSZ	22,9	68	255,4	193,73	109,96	224,32	2,04	11,65	765,16	489,72	2,37	206,63
05-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	Sem revestimento	24,9	62	255,9	203,42	119,17	228,81	1,92	11,86	805,88	517,56	2,28	227,00
06-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	3Y-PSZ	28,5	53	254,7	184,68	103,60	223,78	2,16	10,91	715,32	405,31	1,71	237,02
07-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	Sem revestimento	9,9	95	254,5	167,15	104,03	218,46	2,1	10,63	807,75	495,82	2,37	209,21
08-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	3Y-PSZ	28,2	54	254,5	211,07	120,93	228,55	1,89	12,39	645,12	480,08	2,7	177,81
09-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	B <sub>4</sub> C	9,5	99	254,2	155,62	88,36	206,76	2,34	10,13	747,85	543,18	3,48	156,09

Tabela A-2 – Dados gerais dos ensaios estáticos dos bocais - Ensaios 02

Ensaios estáticos 03 - Dados gerais														
Código bocal	Material de substrato	Revestimento	Temperatura do teste (°C)	Umidade (%)	Massa Propelente (g)	Empuxo Máximo (N)	Empuxo médio (N)	Impulso Total (N)	Tempo (s)	Pressão Máxima (Bar)	Temperatura Máxima (°C)	Temperatura Média (°C)	Tempo até alcançar a temperatura máxima (s)	°C/s
01-SS-061123	AISI 304	Sem revestimento	24,8	64	254,10	197,19	108,35	221,03	2,04	12,19	762,59	458,86	2,07	221,67
02-SS-061123	AISI 304	Sem revestimento	29	51	253,90	186,63	128,37	227,22	1,77	11,86	884,04	574,62	2,31	248,75
03-SS-061123	AISI 304	B <sub>4</sub> C	28,9	51	255,20	236,26	109,50	226,67	2,07	14,49	727,96	446,00	1,89	235,98
04-SS-061123	AISI 304	3Y - PSZ	24,6	62	254,70	197,44	126,59	231,66	1,83	12,39	808,22	498,91	1,89	263,97
05-SS-061123	AISI 304	3Y - PSZ	17,6	64	254,50	183,83	102,86	219,09	2,13	11,96	878,65	510,87	2,1	243,27
06-SS-061123	AISI 304	B <sub>4</sub> C	17,7	63	253,70	185,58	112,71	223,17	1,98	11,61	873,74	534,56	2,16	247,48
07-SS-061123	AISI 304	B <sub>4</sub> C	27,3	56	254,60	200,14	119,89	226,60	1,89	12,3	723,28	461,78	1,95	236,81
08-SS-061123	AISI 304	Sem revestimento	22,1	70	254,60	204,11	119,69	229,81	1,92	12,65	805,41	474,44	1,89	251,02
09-SS-061123	AISI 304	3Y-PSZ	29,9	48	254,30	269,41	124,71	231,96	1,86	16,3	677,41	444,57	1,83	242,93
01-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	B <sub>4</sub> C	28,8	55	254,10	187,26	96,57	217,29	2,25	11,48	688,41	510,19	3,06	166,73
02-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	B <sub>4</sub> C	30,7	50	254,30	202,09	103,36	223,27	2,16	12,22	711,11	460,80	2,19	210,41
03-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	Sem revestimento	17,3	65	254,30	169,72	104,88	210,80	2,01	10,51	814,3	502,51	1,98	253,79
04-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	3Y-PSZ	25,3	65	254,40	219,42	106,35	220,14	2,07	13,14	686,07	430,12	2,07	207,79
05-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	Sem revestimento	31,3	49	254,40	209,91	104,90	229,72	2,19	12,37	751,59	459,00	1,98	231,82
06-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	3Y-PSZ	31,4	48	254,00	183,9	97,89	214,38	2,19	11,42	683,73	427,44	2,01	212,66
07-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	Sem revestimento	31,3	49	255,50	190,87	106,78	224,23	2,1	11,6	835,83	551,86	2,37	232,85
08-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	3Y-PSZ	23,7	55	252,70	189,84	96,61	214,48	2,22	11,47	707,83	495,03	2,58	191,87
09-TH-171123	Thermodur 2367 EFS	B <sub>4</sub> C	32,1	49	254,30	191,53	109,45	223,27	2,04	11,29	746,21	485,79	2,19	221,82

Tabela A-3 – Dados gerais dos ensaios estáticos dos bocais - Ensaios 03