



**Universitat de les
Illes Balears**

Facultat de Ciències

Memòria del Treball de Fi de Grau

Preparació i caracterització de combustibles sòlids. Aplicació a sistemes de propulsió

Jordi Mayol Ribot

Grau de Química

Any acadèmic 2017-18

DNI de l'alumne: 43217277R

Treball tutelat per Dr. Miquel Barceló Oliver
Departament de Química

S'autoritza la Universitat a incloure aquest treball en el Repositori Institucional per a la seva consulta en accés obert i difusió en línia, amb finalitats exclusivament acadèmiques i d'investigació	Autor		Tutor	
	Sí	No	Sí	No
	X		X	

Paraules clau del treball:
Combustible sòlid, propulsor, reductors, KNO_3

Taula de Continguts

Resum.....	1
1. Introducció	2
1.1. Reaccions de combustió	2
1.2. Combustibles sòlids.....	4
1.3. Sistemes de propulsió.....	5
1.4. Aplicacions dels sistemes propulsors	6
1.5. Sistemes a escala: Comparativa front sistemes reals	7
2. Avaluació de riscos	9
2.1. Consideracions durant la preparació dels combustibles.....	9
2.2. Consideracions durant l'emmagatzematge de reactius i combustibles	9
2.3. Consideracions durant les proves de combustió	9
3. Objectius.....	10
4. Procediment experimental.....	10
4.1. Aparells emprats.....	10
4.2. Reactius emprats	10
4.3. Preparació del combustible	11
4.4. Caracterització del combustible	13
4.5. Proves de combustió.....	14
5. Resultats i discussió	17
5.1. Preparació del combustible	17
5.2. Caracterització del combustible	21
5.3. Proves de combustió.....	25
6. Conclusions	29
6.1. Sobre els mètodes de preparació	29
6.2. Sobre les característiques físiques.....	29
6.3. Sobre la capacitat de propulsió.....	29
6.4. Conclusions generals.....	29
6.5. Idees de futur.....	30

RESUM

Durant aquest treball s'estudien les reaccions de combustió de diferents mescles íntimes de sucres reductors (Dextrosa, Eritritol i Sucrosa), junt amb KNO_3 com a oxidant, per al seu ús com a combustibles sòlids. Es proposen diverses maneres d'obtenir els citats combustibles, tots basats en la fusió dels reductors i dissolució de l'oxidant dins aquest. A més, es realitza un estudi de les propietats superficials de cada mostra de combustible, així com una valoració de la seva resistència a l'exposició ambiental. Finalment, es seleccionen les millors mostres per verificar-ne la capacitat impulsora dins un model de reactor a escala.

1. INTRODUCCIÓ

1.1. Reaccions de combustió¹

Per definició, la combustió és una reacció química exotèrmica que es produeix quan alguns dels components constitutius d'un material combustible entra en contacte amb oxigen (atmosfèric o induït), oxidant-se.

Tot i que les reaccions de combustió tenen una llarga relació amb l'ésser humà i en el desenvolupament econòmic i industrial, no fou fins a principis del segle XX que s'estudiaren científicament.

Durant les darreres dècades del S. XX, i principis del S.XXI s'han aconseguit grans avenços a l'enteniment dels processos de combustió, gràcies a la millora de les capacitats informàtiques, de les tècniques experimentals i de models matemàtics.²

Si bé, segons la definició, una reacció de combustió posseeix un caràcter purament químic, els paràmetres que hi intervenen venen definits tant per fenòmens químics com per fenòmens físics:

Taula 1. Fenòmens que intervenen a les reaccions de combustió

Fenòmens Químics (Termoquímica)	Fenòmens Físics (De Transport)
Estequiometria	Transport de massa
Balanç dels calors de reacció	Transport de moment
Equilibri químic	Transport de calor
Velocitat de reacció	Propietats turbulentes

Com es pot veure a la Taula 1, la quantitat de paràmetres que intervenen és considerable. Per tant, cal tenir en compte que en qualsevol procés de combustió un d'aquests fenòmens serà el terme determinant, que es correspondrà amb el de major temps característic.

Les reaccions de combustió es poden produir tant de manera fortuïta com intencionadament. En el segon cas, els objectius pels que es du a terme la reacció poden ser:

- a) Producció d'energia: en forma de calor o de treball.
- b) Síntesi de nous composts.
- c) Generació de llum.

Poder calorífic

El poder calorífic d'un combustible és la energia per unitat de massa de combustible que s'allibera durant el procés d'oxidació per aire, estant reactius i productes a la temperatura estàndard i a la mateixa pressió. Té caràcter d'entalpia, per estar en condicions inicials i finals coincidents.

Donada la impossibilitat de registrar l'energia de les combustions dins aquest treball, es cercarà un paràmetre similar al poder calorífic per poder determinar la potència del combustible. El mètode escollit serà la mesura del temps de combustió per unitat de massa.

¹ Desantes Fernández, J.M.; Lapuerta Amigó, M. Fundamentos de Combustión; Servicio de Publicaciones: Universidad Politécnica de Valencia, 1991.

² Liñan, A.; Williams, F.A. Fundamental Aspects of Combustion; Oxford University Press; New York, 1993; pp 3-4.

Classificació dels processos de combustió

- Ignició

La ignició del combustible és, en certs casos, la passa prèvia a la reacció de combustió. Perquè es pugui iniciar la combustió, s'han de complir les tres condicions següents:

- a) S'ha d'aportar una determinada quantitat d'energia.
- b) L'aportació s'ha de produir dins un determinat volum mínim.
- c) El procés ha d'ocórrer durant un breu espai de temps.

Així mateix, el procés d'ignició consta de tres etapes:

- a) S'aporta una certa quantitat d'energia, dins un volum determinat, el qual en arribar a la temperatura adiabàtica de flama, T_q , provoca l'inici d'una combustió.
- b) Aquesta energia provoca que una zona pròxima de reactants assoleixi la T_q , formant un front de flama que desprèn més energia.
- c) L'energia despresa es transmet per difusió cap a les zones adjacents, fins que aquestes assoleixen la T_q . El procés continua amb la repetició dels punts b i c.

Si el volum inicial no és igual o superior al mínim requerit, la combustió no genera l'energia suficient com perquè les zones adjacents assoleixin la T_q , i el procés no es propaga.

- Combustió generalitzada (auto encès)

Qualsevol volum diferencial de combustible es troba, durant un instant determinat, a les mateixes condicions. Així, es diu que presenta una discontinuïtat temporal, però no espacial. L'inici de la combustió no està ocasionat per una aportació externa d'energia, a més que el final d'aquesta és molt ràpid i exotèrmic. És el cas de les explosions.

- Combustió localitzada

Presenta una discontinuïtat espacial, però no temporal. La iniciació requereix d'una font externa d'ignició i existeix un front de flama que progressa amb el temps. Segons el tipus de discontinuïtat espacial, la combustió localitzada es pot classificar com:

a) Combustió localitzada amb discontinuïtat de pressió

Processos de combustió molt ràpids (detonacions), on la velocitat de combustió és propera a la velocitat del so. Així, no es pot considerar homogeneïtat de pressions, havent de tenir en compte l'ona de xoc generada. El seu estudi no té aplicacions industrials més enllà de les anomalies que es puguin produir durant el funcionament de motors de combustió interna.

b) Combustió localitzada amb discontinuïtat de temperatura

En aquests processos, la velocitat de combustió és molt menor a la del so (deflagracions), pel que es considera que les variacions de pressió es transmeten instantàniament. La discontinuïtat de temperatura es presenta al front (o fronts) de flama, essent l'energia alliberada durant la combustió la que el manté actiu.

1.2. Combustibles sòlids

Una substància combustible és tota aquella que pot cremar.³ En el cas dels combustibles sòlids, ens podem trobar amb carbó, fusta, petroli i una gran varietat de residus d'origen industrial. Actualment són les principals fonts d'energia emprades per la generació d'electricitat i dins processos industrials.⁴

El primer combustible sòlid del que es tenen referències com a impulsor d'artefactes és la pólvora negra, emprada a la Xina des del segle I a.C.⁵ La combustió es produïa quan l'oxidant (nitrat potàssic) reaccionava amb la substància combustible o reductor (carbó), catalitzat per efecte del sofre.

Actualment, una mescla propulsora típica és l'ús d'alumini en pols com a substància combustible, perclorat amònic com a oxidant i polibutadiè com aglutinant. Als dos casos, el combustible sòlid és una mescla d'una substància reductora i una oxidant en pols, comprimides dins la cambra on es produirà la combustió.⁶

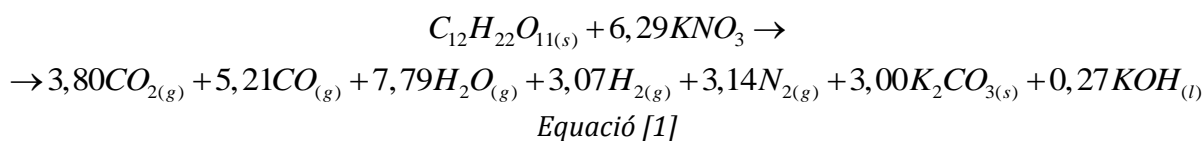
El principal avantatge de l'ús de combustibles sòlids és que una vegada dins el dispositiu final aquests es poden emmagatzemar durant un llarg període de temps, front als combustibles líquids que s'han de carregar just abans de ser emprats, procés que pot durar varies hores.

Altres avantatges dels combustibles sòlids són que presenten una elevada densitat i velocitat de combustió, que són relativament insensibles a xocs, vibracions i acceleracions, i a més no requereixen de bombes d'injecció.

Per altra banda, el principal desavantatge és que una vegada s'ha encès el combustible, aquest resulta pràcticament impossible d'apagar, ja que reacciona fins que s'ha esgotat la massa de combustible. A més, si es formen fissures a la superfície del combustible, s'augmentarà la superfície de reacció i en conseqüència la velocitat de combustió, podent resultar en tal increment de pressió que produeixi l'explosió de l'artefacte.⁷

Reacció Química de Combustió

De totes les mescles combustibles amb les que s'experimenta en aquest treball, la més coneguda i caracteritzada és la de nitrat potàssic i sucrosa en relació màssica 65/35 (Oxidant/Reductor). La reacció química que es produeix ve determinada per l'equació [1]:⁸



³ Real Academia Española: <http://dle.rae.es/?id=9u3ExG2> 07/06/2018

⁴ Miller, B.G.; Tillman, D.A. Combustion Engineering Issues for Solid Fuel Systems; Academic Press; USA; 2008.

⁵ Brief History of Rockets: https://www.grc.nasa.gov/www/k-12/TRC/Rockets/history_of_rockets.html 07/06/2018

⁶ Solid and Liquid Fuel Rockets: http://www.esa.int/Education/Solid_and_liquid_fuel_rockets 07/06/2018

⁷ Nazri, J.M.; Khairuddin, W.A.; Nizam, M.D. Development of Solid Rocket Propulsion System at UTM. Jurnal Mekanikal. 2004, 18, 111-121.

⁸ Nakka, R.A. Solid Propellant Rocket Motor Design and Testing. Bachelor Thesis. Manitoba University, Canada. April 1984.

1.3. Sistemes de propulsió⁹

Un sistema de propulsió, o motor de reacció, és aquell que converteix la major part del combustible en un producte gasós. Aquest gas és empès fora del propulsor, generant un impuls en sentit contrari, que fa desplaçar el motor.

En base a aquest sistema, es tenen dos tipus de motor: els motors a reacció aeronàutics, que necessiten aire per oxidar el combustible, i els motors aeroespacials. Aquests darrers no necessiten subministrament d'aire per funcionar, pel que s'empren en l'exploració espacial.

El mecanisme pel qual un motor aeroespacial es desplaça fins i tot dins el buit de l'espai és la Tercera Llei de Newton, que exposa que tota acció produeix una força d'igual magnitud i sentit oposat. Dins un coet, a mesura que els gasos produïts durant la reacció de combustió generen força sobre el sistema d'expulsió, aquest genera la mateixa força cap a l'interior del coet, empenyent-lo cap endavant.

Aquesta força depèn de la diferència entre la pressió generada a l'interior de la cambra i la pressió a l'exterior de l'artefacte, en funció del diàmetre de la sortida de gasos, segons l'Equació [2]:

$$F = P \cdot A = (P_{\text{combustió}} - P_{\text{ambient}}) \cdot A_{\text{tovera}}$$

Equació [2]. Força impulsora d'un coet

Mecanisme d'expulsió de gasos

El conducte d'expulsió de gasos, o tovera, és el component primari dels sistemes de propulsió a reacció. La tovera converteix l'energia interna caòtica en energia cinètica de trajectòria ordenada, incrementant el moment del flux de gasos i generant una acceleració.¹⁰

Fins a principis del segle XX, els motors coet eren molt poc eficients. El problema consistia en què l'energia generada durant la combustió es perdia massivament en forma de gasos a elevada pressió i temperatura, que no s'aprofitaven per l'impuls.

La millora d'aquest aspecte no fou fins que l'enginyer Robert H. Goddard decidí aplicar sobre un motor aeroespacial el sistema d'expulsió de gasos de Laval, provat prèviament amb èxit dins turbines de gas.¹¹

Les toveres de Laval consisteixen en un sistema convergent-divergent.¹² Dins la primera secció, el diàmetre de sortida disminueix progressivament, forçant la compressió dels gasos produïts durant la combustió i augmentant la velocitat d'aquests.

El punt de menor diàmetre s'anomena el coll de la tovera. En funció del disseny d'aquesta, quan els gasos de combustió passen per aquest punt són capaços de portar velocitats sòniques.

Superat el coll, els gasos arriben a la segona secció, on el diàmetre de la tovera s'incrementa gradualment. D'aquesta manera, la velocitat dels gasos de sortida segueix augmentant, a fi

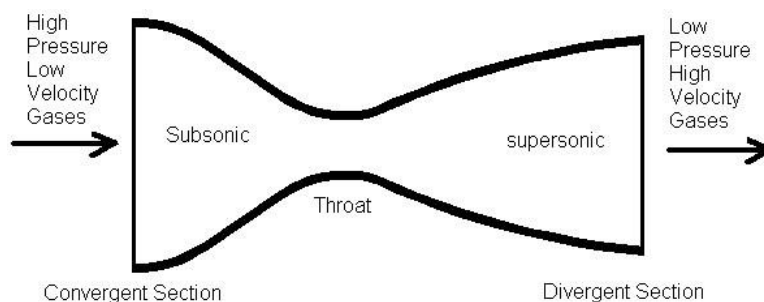
⁹ NASA: <https://www.nasa.gov/audience/forstudents/k-4/stories/nasa-knows/what-is-a-rocket-k4.html> 09/06/2018

¹⁰ Sforza P.M.; Theory of aerospace propulsion. Elsevier Inc; 2012.

¹¹ ESA: http://www.esa.int/Education/Solid_and_liquid_fuel_rockets2 09/06/2018

¹² Richard Nakka: https://www.nakka-rocketry.net/th_nozz.html 09/06/2018

d'ocupar tot el volum disponible, mentre perd temperatura. Segons el principi de conservació de l'energia, aquesta pèrdua de temperatura repercuteix en un augment d'energia cinètica, la qual pot arribar a impulsar l'artefacte a velocitats hipersòniques ($5 \text{ km} \cdot \text{s}^{-1}$).



Imatge 1. Esquema de funcionament de la tovera de Laval.

Font: <https://www.quora.com/How-does-a-de-Laval-convergent-divergent-nozzle-work>

1.4. Aplicacions dels sistemes propulsors

1.4.1. Ús civil

Transbordadors espacials¹³

Durant els dos primers minuts de vol, els transbordadors espacials són impulsats per coets acceleradors de combustible sòlid (SRBs, per les seves sigles en anglès). Aquests produeixen suficient impuls ($2,4 \cdot 10^6 \text{ kg}$) com per enlairar el transbordador fins a una altura de 45 km.

En aquest punt, els SRB es desacoblen del transbordador, i retornen a la Terra frenant-se gràcies a un sistema de paracaigudes. Una vegada recuperats, es restauren per a la seva reutilització.

Cadascun dels coets impulsors té una massa de $4,5 \cdot 10^5 \text{ kg}$, pel que les operacions de preparació del combustible requereixen d'enginyeria pesant. La substància combustible és alumini en pols, i com a oxidant s'empra perclorat amònic. L'aparença final del combustible és similar a una goma, degut als polímers que s'empren per a la fixació dels reactius.

Coets de registre Meteorològic¹⁴

Per a la realització d'estudis climàtics, els satèl·lits resulten poc precisos a l'hora d'observar les capes més baixes de l'atmosfera. En aquests casos els sistemes més recomanats són tant els globus com els coets meteorològics.

Els primers ofereixen un adequat rang de mesures entre la superfície terrestre i els 15 km d'altura, arribant inclús a obtenir registres a 25 km d'alçada. Emperò, a mesura que augmenta l'alçada de les mesures, aquests sistemes tornen ineficients.

Els coets meteorològics aporten la solució per a l'estudi de fenòmens atmosfèrics entre els 30 i els 1500 km d'altitud. Aquests coets solen ser artefactes d'ús militar, als quals se'ls hi introdueixen els sensors necessaris, i s'enlairen. Quan arriben a l'altura on han de prendre les mesures, despleguen el sistema de paracaigudes i comença la recollida de dades.

¹³ NASA: https://www.nasa.gov/returntoflight/system/system_SRB.html (09/06/2018)

¹⁴ Webb, W.L.; Jenkins, K.R. Application of Meteorological Rocket Systems. *Journal of Geophysical Research*, 64, 11. 1959.

1.4.2. Ús militar¹⁵

L'ús de combustibles sòlids com a propulsors d'artefactes explosius es ve emprant des del segle I a.C. a la Xina. No obstant, els avenços més importants dins aquest camp es produïren durant i després la Segona Guerra Mundial.

A partir de l'any 1945, als Estats Units s'inicia una recerca per millorar la propulsió dels sistemes JATO, encarregats d'assistir l'enlairament d'aeronaus amb excés de càrrega. Durant la Guerra de Corea (1950-1953) els propulsors sòlids avançaren paral·lelament a les millores produïdes als míssils aire-aire (Sistema NOTS).

Amb l'inici de la carrera espacial, el Govern dels Estats Units reforça les seves investigacions sobre sistemes de propulsió sòlids, creant els Míssils Intercontinentals de Llarg Abast (ICBM, per les seves sigles en anglès), capaços d'assolir distàncies de més de 5500 km.

Durant les 4 dècades següents, la inversió en combustibles sòlids com a elements propulsors d'artefactes militars ha seguit en augment, donada la facilitat d'ús i la capacitat de ser emmagatzemats durant llargs períodes, minimitzant els temps de càrrega de tals artefactes abans de ser disparats.

1.5. Sistemes a escala: Comparativa front sistemes reals

Els models dissenyats en aquest i altres experiments es situen a una escala suficientment petita com per poder-hi treballar sense grans dificultats. Així i tot, presenten certes similituds amb qualsevol reactor capaç d'abandonar l'atmosfera Terrestre:

Taula 2. Comparativa reactors a escala i reals.¹⁶

Models a escala	Models reals
Sotmès a 4 forces durant el vol	Sotmès a 4 forces durant el vol atmosfèric
Vol íntegrament atmosfèric. Important l'efecte de la resistència.	Vol atmosfèric molt breu. L'efecte de la resistència és poc important.
Combustible sòlid	Combustible sòlid, líquid o híbrid
Sistema d'estabilització passiva, sense control extern	Sistema d'estabilització passiva junt amb control extern.
Baixa velocitat, Encalentiment per fricció menyspreable	Elevada velocitat. Encalentiment per fricció considerable
Materials assequibles: Cartró, fusta, PVC	Materials tècnics: Titani, alumini, níquel, aliatges

Disseny dels models a escala

Els models físics emprats en aquest treball estan basats en sistemes ja comprovats,¹⁷ amb la finalitat d'evitar excessives recerques en mètodes físics. La consideració més important que s'ha tingut en compte és que, per mantenir un reactor en equilibri durant el vol, s'ha de situar el centre de pressions (cp) per davall del centre de gravetat (cg).

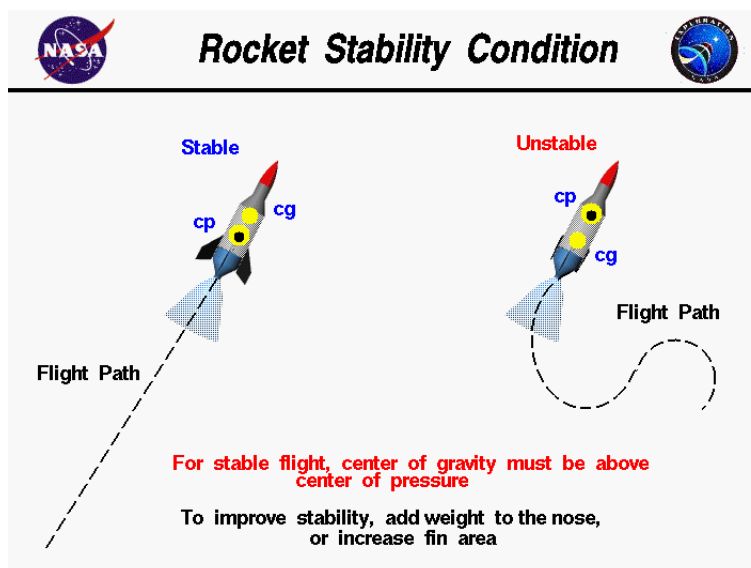
Qualsevol objecte que voli es troba rotant al voltant del seu centre de masses, és a dir, el punt equitatiu de la distribució del pes de l'artefacte.¹⁸

¹⁵ Caveny, L.H.; Geisler, R.L.; Ellis, R.A.; Moore, T.L. Solid Rocket Enabling Technologies and Milestones in the United States. *Journal of Propulsion and Power*, 19, 6. November-December 2003.

¹⁶ NASA: <https://www.grc.nasa.gov/www/k-12/rocket/rktcompare.html> 09/06/2018

¹⁷ NASA: <https://spaceflightstudies.nasa.gov/education/rocket/rktstabc.html> 09/06/2018

¹⁸ NASA: <https://spaceflightstudies.nasa.gov/education/rocket/rktcg.html> 09/06/2018



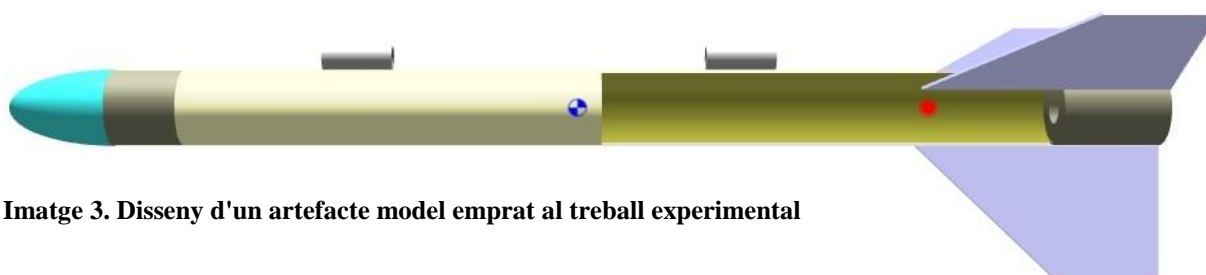
Imatge 2. Condicions d'estabilitat durant el vol

Font: <https://spaceflightssystemsgrc.nasa.gov/education/rocket/Images/rktstabc.gif>

Aquesta rotació genera la inclinació de l'eix de l'artefacte, cap a qualsevol angle aleatori. Així com s'inclina el coet, els sistemes d'estabilització passiva (el propi coet i les ales) generen una força de sustentació que manté l'artefacte vertical, mentre que la resistència aerodinàmica es manté relativament constant (per lleugeres inclinacions). Les dues forces actuen sobre el mateix punt, anomenat el centre de pressions del coet.¹⁹

Si el centre de gravetat es troba situat per sobre del centre de pressió, el coet retornarà a les condicions inicials de vol. Aquesta propietat es denomina força de restauració, i és la que permet un vol estable del coet.

Per aquest treball, els models a escala emprats per les proves de potència i per les proves d'impuls segueixen el disseny de la Imatge 3. Aquests han estat creats amb el programari lliure OpenRocket.



Imatge 3. Disseny d'un artefacte model emprat al treball experimental

El model presenta una longitud total de 33 cm, un diàmetre intern de 2,3 cm i una massa de 180 g. El centre de gravetat (punt blau) queda situat a 16,3 cm de l'extrem superior, i el centre de pressions (punt vermell) queda a 26,4 cm del mateix extrem.

Per a una millor visualització, es poden observar les parts internes: en color gris s'il·lustren els materials fets amb morter refractari (el tap superior i la tovera), mentre que el combustible es mostra de color blanc. Externament, es disposen dues guies metàl·liques laterals, així com les ales a la part inferior de l'artefacte. A l'extrem superior s'insereix un tap de polipropilè (blau).

¹⁹ NASA: <https://spaceflightssystemsgrc.nasa.gov/education/rocket/rktcp.html> 09/06/2018

2. AVALUACIÓ DE RISCS

La naturalesa combustible dels productes amb els que es treballa, així com els diversos experiments a que són sotmesos, fan necessàries una sèrie de consideracions durant el seu maneig i emmagatzematge:

2.1. Consideracions durant la preparació dels combustibles

Durant aquest treball es manipula KNO_3 , el qual és un reactiu comburent. Si bé el risc d'incendi és baix, cal tenir en compte que la interacció amb substàncies combustibles pot arribar a produir una ignició.

Els reductors estan elegits perquè el seu contacte amb KNO_3 no suposi cap risc d'inflamació. No obstant, sempre es disposarà d'un medi extintor proper a la zona de treball.

2.2. Consideracions durant l'emmagatzematge de reactius i combustibles

La naturalesa combustible dels productes que es preparen fa que s'hagin d'emmagatzemar fora de l'abast de personal desinformat sobre el maneig de tals substàncies, així com de menors d'edat.

Cal mantenir tots els reactius dins un ambient fresc i sec, allunyat de possibles fonts de calor i/o de descàrregues electrostàtiques.

2.3. Consideracions durant les proves de combustió

L'elevat volum de gasos generat, així com les altes temperatures assolides durant el procés de combustió dels diferents combustibles estudiats, fan que en cada cas s'hagin de tenir en compte les següents pautes:

- Durant les proves de combustió dins el gresol

Es treballarà dins la campana de gasos, col·locant el gresol amb la mostra combustible a dins, i no s'iniciarà la combustió fins que el corrent d'extracció d'aire estigui estabilitzat i les finestres de la campana extractora totalment tancades.

Es procedirà a la combustió d'una sola mostra de combustible cada vegada, mantenint la resta de mostres, així com altres substàncies inflamables, suficientment allunyades de la zona d'experimentació.

Una vegada hagi acabat la reacció, no s'obrirà la campana fins que s'hagi extret tot el fum generat i s'asseguri que la combustió ha estat total. Els residus generats es dissoldran dins aigua abans de refusar-los.

- Durant les proves de potència i les proves d'impuls

Les proves es duran a terme a l'aire lliure, dins un perímetre de seguretat delimitat. Cada vegada que es realitzi una prova, s'avisarà al servei de Prevenció de la Universitat, així com al Servei General d'Emergències (112) indicant l'hora exacta de començament i de finalització de l'experiment.

Considerant el risc de projecció en cas d'explosió dels reactors a escala, la ignició dels mateixos es durà a terme mitjançant un inflamador electrònic, situat a almenys 5 metres de distància de l'artefacte, i cobert darrere una pantalla de fusta de 2 cm de gruix, amb visibilitat a través d'una pantalla de metacrilat d'1 cm de gruix.

Per aquesta mateixa raó, es refusa la utilització de fusellatges d'acer, alumini, o qualsevol altre material amb capacitat de generar metralla. Sols es considerarà la fabricació dels fusellatges amb cartró i clorur de polivinil (PVC).

Considerant el risc d'incendi, les proves es duran a terme a almenys 50 metres de qualsevol edifici, vehicle o zona forestal. A més, es disposarà d'un extintor de pols ABC de 6 kg de capacitat per sufocar immediatament qualsevol conat d'incendi.

3. OBJECTIUS

L'objectiu general d'aquest Treball Final de Grau és:

1. Obtenir combustibles sòlids que puguin esser usats per a la propulsió de coets.

Dins aquest, es volen assolir els següents objectius específics:

- 1.1. Millorar la formulació del combustible conegut mitjançant l'ús de mescles de reductors en proporcions variables, essent els estudiats sucrosa, eritritol i dextrosa.
- 1.2. Seleccionar el millor mètode de preparació del combustible sòlid, atenent a la homogeneïtat aconseguida així com a la facilitat d'obtenció.
- 1.3. Estudiar les característiques superficials dels composts preparats per conèixer el grau d'unió íntima aconseguida entre el reductor i l'oxidant.
- 1.4. Comprovar el grau de resistència a les condicions ambientals dels composts preparats.
- 1.5. Mesurar la força generada pels composts preparats mitjançant combustió sobre un suport estàtic.
- 1.6. Comprovar la capacitat de propulsió d'un artefacte model a escala.

4. PROCEDIMENT EXPERIMENTAL

4.1. Aparells emprats

Taula 3. Llista d'aparells emprats

Aparell emprat	Marca	Model
Aparell de punt de fusió	Stuart	SMP11
Autoclau	Selecta	4002136
Bàscula	Gram	SXS
Càmera fotogràfica	Motic	Moticam 3
Data Logger	Comark	N2013
Liofilitzador	Telstar	Lyoquest
Microscopi òptic	Olympus	BX60
Molinet elèctric	Tristar	KM2270
Placa amb calefacció interna	Selecline	TXG-036-1
SEM	Hitachi	S-3400N
Ultrarefrigerador	IngClimas	CVF 330/86

4.2. Reactius emprats

Els reactius que s'han fet servir durant aquest treball són els següents:

- Nitrat Potàssic (KNO_3). Qualitat reactiu, adquirit a la companyia Scharlau.
- Dextrosa monohidrat ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$). Qualitat alimentària, sense purificació posterior. Adquirit a la companyia Tenim Tot per al Vi S.L.

- Sucrosa ($C_{12}H_{22}O_{11}$). Qualitat alimentària, sense purificació posterior. Adquirit a la companyia AB Azucarera Iberia S.L.
- Eritritol ($C_4H_{10}O_4$). Qualitat alimentària, sense purificació posterior. Adquirit a la companyia Krauterhaus Sankt Bernhard S.L.

Per mantenir les propietats dels reactius, aquests s'emmagatzemen dins un dessecador, junt amb gel de sílice i a pressió reduïda.

4.3. Preparació del combustible

Es proposen 12 combinacions oxidant/reductor per obtenir les masses combustibles. Totes elles contindran un 65% en massa de KNO_3 , l'agent oxidant, mentre que el 35% restant es compondrà a partir de diferents proporcions d'un o més agents reductors.

Taula 4. Proporcions en percentatge en massa dels reactius emprats.

Mostra	% Sucrosa	% Dextrosa	% Eritritol	% KNO_3
1	35			65
2		35		65
3			35	65
4	30	5		65
5	20	15		65
6	10	25		65
7		30	5	65
8		20	15	65
9		10	25	65
10	30		5	65
11	20		15	65
12	10		25	65

Per a cada mostra, es pesa primerament la quantitat necessària de cada reductor, i s'aboquen dins un morter ceràmic. Acte seguit, es pica el KNO_3 amb el molinet elèctric durant 1 minut, o fins obtenir una pols fina. Ràpidament, es pesa la quantitat necessària i s'aboca al mateix morter on hi ha els reductors. L'objectiu d'addicionar el KNO_3 en darrer terme és que aquest no formi conglomerats, mantenint la dispersió entre partícules obtinguda amb el picat.

Amb l'ajuda de la maça, es pica i mescla tot fins obtenir una pols fina i homogènia. Una vegada aconseguit, es procedeix a la preparació amb el medi calefactor desitjat.

4.3.1. Determinació del punt de fusió

La mesura del punt de fusió és una determinació ràpida i fiable per identificar gran varietat de composts, sobretot per molècules orgàniques, En el cas d'aquest treball, les temperatures de preparació no permeten la fusió del nitrat potàssic, sinó que es fon el reductor, i aquest dissol el KNO_3 .

El procediment seguit ha estat la preparació de les 12 mostres descrites a la Taula 4 segons el procediment descrit a l'apartat 4.3.

Una vegada polvoritzades les 12 mostres, es pren de cadascuna el contingut necessari dins un capil·lar, i es mira el punt de fusió. També es mesuren els punts de fusió de cadascun dels reductors per separat, a fi de determinar-ne el grau de puresa.

4.3.2. *Obtenció per calor directe*

El primer dels mètodes de preparació de les mostres combustibles consisteix en l'ús d'una placa de gran superfície amb calefacció incorporada. D'aquesta manera, s'aconsegueix una correcta distribució de la mescla combustible, permet la constant homogeneïtzació durant el procés i a més s'eviten punts de calor que podrien posar en risc la preparació del combustible.

Per començar es pesen, seguint el procediment de l'apartat 4.3, les quantitats corresponents de reductor o reductors per cada mostra (veure proporcions a Taula 4).

Acte seguit es connecta la placa, regulant la potència en funció de la temperatura de fusió de la mostra que s'hagi de preparar. Es comprova la temperatura de la placa amb un termòmetre, i s'hi escampa la mescla combustible amb l'ajuda d'una espàtula de silicona (a fi que el combustible no hi quedi aferrat) fins obtenir una mescla viscosa i homogènia

En aquest punt ja es té el combustible llest, i es pot abocar al motlle requerit, perquè refredi. Per optimitzar el procés d'assecat, el combustible es deixa dins un dessecador durant 24h, moment en què es disposa sobre una superfície no absorbent (paper d'alumini) i es deixa 24h més al dessecador. Acte seguit s'emmagatzema seguint les precaucions de l'apartat 2.2.

4.3.3. *Obtenció dins autoclau*

El segon dels mètodes de preparació experimentats ha estat l'ús de l'autoclau. Si bé és cert que la temperatura de funcionament no és suficient per la preparació de les mostres nº1, 4, 5, 10 i 11, es decideixen fer dues proves, per veure si les altres mostres es poden obtenir adequadament.

L'objectiu és que durant el procés de preparació, el tub contenidor de cada mescla combustible quedi totalment envoltat per vapor d'aigua, resultant d'aquesta manera en una distribució més homogènia de la calor.

A més, el volum de l'autoclau permet la preparació simultània de les 12 mostres, reduint el temps necessari de preparació.

Es disposen 12 tubs cònics de centrífuga de 50 mL tipus Falcon[®], on es pesen les mostres amb les proporcions descrites a la Taula 4, seguint el procediment de l'apartat 4.3. A continuació, es clouen els tubs amb el seu tap i es retolen. S'agiten vigorosament durant un minut a fi d'homogeneïtzar la mescla.

El procediment anterior es fa per duplicat i es fa una preparació a 120 °C i una altra a 130 °C. Per cada preparació es programa l'autoclau perquè funcioni durant 20 minuts a la temperatura establerta.

Cal considerar que es fa necessari més temps, ja que l'autoclau necessita primerament assolir la temperatura desitjada, i una vegada acabat ha de refredar fins almenys 90 °C, temperatura segura per poder obrir-lo minimitzant el risc de cremada per despreniment de vapor d'aigua.

Una vegada obtingudes les mostres combustibles, es deixen tancades dins els mateixos tubs de centrífuga durant 24 h, moment en que es destapen i es guarden dins els dessecador durant 24h més. Les mostres queden fortament aferrades a les parets dels tubs, pel que es descarta treure-les, així que es tapen de nou. Ja seques, s'emmagatzemen seguint les precaucions de l'apartat 2.2.

4.3.4. *Obtenció dins estufa de laboratori*

El tercer mètode pel que s'ha optat com a factible és fer ús d'una estufa de laboratori. L'elecció es deu a que aquesta permet, una vegada estabilitzada, mantenir la temperatura constant dins el seu interior. Així, una vegada introduïdes les mostres, la única variable que s'ha de controlar és el temps.

Per la preparació de les mostres a preparar, es segueixen les proporcions de la Taula 4, i el mètode de pesada és el mateix que a l'apartat 4.3. El contingut de cada mostra es reparteix dins tres cavitats d'un motlle de silicona, a fi d'obtenir un triplicat de cadascuna.

Donada l'elevada variabilitat mostrada en els punts de fusió (apartat 5), es decideix dividir les mostres en grups de quatre, en funció de la proximitat entre les temperatures de fusió. L'estufa es programa i es deixa estabilitzar a tres temperatures distintes: 120, 160 i 170 °C.

Taula 5. Obtenció de combustible dins l'estufa de laboratori.

Grup	1	2	3
Mostres	2, 7, 8, 9	3, 6, 11, 12	1, 4, 5, 10
T preparació (°C)	120	160	170

Una vegada acabades de preparar les mostres, es deixen assecar i s'emmagatzemen de la mateixa manera que s'ha descrit a l'apartat 4.3.2.

4.4. *Caracterització del combustible*

Degut a les pròpies característiques dels reactius emprats, les mostres de combustibles obtingudes presentaran una sèrie de propietats, tals com porositat, homogeneïtat i resistència a l'exposició ambiental, que s'han decidit estudiar.

4.4.1. *Resistència a l'exposició ambiental*

En gran mesura, la higroscopicitat dels reactius emprats marcarà notablement la capacitat del combustible per ser emmagatzemat durant un cert període de temps. D'aquesta manera, tots els combustibles que es preparen a aquest treball presentaran major o menor grau d'higroscopicitat en funció del reductor emprat, ja que el KNO_3 és poc higroscòpic i la seva contribució al deteriorament de la mostra serà menyspreable.

Per dur a terme l'experiment, s'obté una rèplica de mostres seguint el procediment de l'apartat 4.3.2. Es preparen 20 g de cada mostra, i una vegada seques, s'observa l'aparença superficial amb el microscopi òptic a 100 augments, amb el llum en mode reflexió, i s'enregistren diverses fotografies de cada mostra.

Acabada la visualització, les 12 mostres es depositen sobre una superfície no absorbent (paper d'alumini) i es deixen a la intempèrie durant una setmana, enregistrant cada hora la temperatura i percentatge d'humitat amb el Data Logger).

Passat aquest temps, es fa una comprovació visual i una segona comprovació amb el microscopi òptic a 100 augments. Acabada la inspecció, les mostres es refusen per motius de seguretat.

4.4.2. *Estudi de superfície*

L'aparença en superfície de les mostres sintetitzades pot representar en bona mesura la distribució interna dels components. Així, es decideix fer una inspecció superficial mitjançant dues tècniques bàsiques emprades a la Química de l'Estat Sòlid: microscòpia òptica i microscòpia electrònica d'escombratge (SEM, per les seves sigles en anglès).

Microscòpia òptica

Es preparen 20 g de cadascuna de les mostres seguint el procediment de l'apartat 4.3.2, i a les 24h s'observen els possibles defectes superficials a través del microscopi òptic.

Les mostres es situen sobre un portaobjectes, i s'observa la superfície amb el microscopi òptic a 100 augments, posant el llum en mode reflexió. Es pren un registre fotogràfic.

Les mateixes mostres es deixen a la intempèrie durant 10 dies, registrant amb el Data Logger la temperatura i el nivell d'humitat relativa en intervals d'una hora. Passat aquest temps, les mostres es tornen a observar seguint el mateix procediment.

SEM

Es preparen 20 g de cadascuna de les mostres seguint el procediment de l'apartat 4.3.2. Una vegada seques, es retallen en cubs d'aproximadament 1 cm³.

Les mostres tallades es congelen a -80 °C durant 1h, i posteriorment s'introdueixen dins el liofilitzador durant 5 dies a fi d'extreure tota la possible humitat continguda i no generar problemes durant la visualització al SEM.

El mateix dia de la visualització al SEM es col·loquen ordenadament damunt la platina d'enregistrament. Aquesta s'introdueix dins el SEM i s'observen a 500 augments, realitzant 2 registres fotogràfics per cada mostra. Les condicions de treball es programen a 1000 V d'acceleració i una pressió de 70 mmHg.

4.5. **Proves de combustió**

4.5.1. *Combustió dins gresol*

Per obtenir una mesura de la potència de combustió dels diferents combustibles, es preparen dues rèpliques segons el procediment descrit a l'apartat 4.3.2. Una vegada es tenen seques les mostres, es pesen i s'introdueixen dins un gresol. Es duen a terme les proves seguint les precaucions establertes a l'apartat 2.3.

Per ajudar a la ignició, s'addiciona una punta d'espàtula (0,1 g) de pólvora negra, i acte seguit s'inicia la combustió amb un encenedor, enregistrant el temps que dura la combustió. Així, aquelles mostres que presentin una menor relació entre la durada de la combustió i la massa de combustible es podran considerar les més potents, de manera que seran les escollides per fer les proves d'impuls.

D'altra banda, es realitza el mateix procediment amb les mostres que s'han preparat mitjançant autoclau a 130 °C de temperatura, i amb les mostres obtingudes dins l'estufa. Per les mostres obtingudes dins autoclau, s'introdueix cada dins el gresol mantenint-la dins el tub de centrífuga, a fi d'assegurar la reacció dels 20 g exactes de combustible.

4.5.2. Prova de potència, estàtica

Dins aquest apartat es procedeix a la prova de distints combustibles dins un aparell propulsor a escala. S'elegeixen per les proves els 4 combustibles amb menor relació de temps de combustió front la massa, que resulten ser les mostres 4, 5, 10 i 11 (veure Taula 17).

Construcció del reactor

El reactor a escala es fabrica amb un tub de PVC d'elevada pressió, de 30 cm de longitud i 2,6 cm de diàmetre intern, al qual se li forma a un extrem un tap de morter refractari, i a l'altre extrem un altre tap del mateix material, però aquest es foradarà una vegada sec per permetre la sortida dels gasos de combustió.

Els taps ocuparan 2 cm de profunditat cadascun, i es reforçaran amb un entramat previ de fil d'acer a situat a 1 cm de cada extrem. El procés de fabricació del reactor seguirà, per cadascuna de les mostres, les següents passes:

1. Col·locació de l'entramat d'acer al cap superior.
2. Addició al cap superior del morter refractari hidratat (20 g de morter junt amb 3,6 mL d'aigua, mesclat homogèniament). Compactació i assecat (2 dies).
3. Preparació del combustible i addició. Compactació d'aquest i inserció d'una vara d'alumini de 8 mm de diàmetre per fabricar el "cor". Assecat (1 dia).
4. Col·locació de l'entramat d'acer al cap inferior.
5. Addició al cap inferior del morter refractari hidratat (20 g de morter junt amb 3,6 mL d'aigua, mesclat homogèniament). Compactació i assecat (2 dies).
6. Foradar el centre del morter del cap inferior.

Preparació del combustible

En essència, el procediment de preparació del combustible és molt similar al descrit a l'apartat 4.3.2, però amb lleugeres diferències degut a la major massa i al recipient final. Es preparen 100 g de les mostres 4, 5 10 i 11 seguint les proporcions de la Taula 4.

Les mostres es preparen seguint el següent procediment:

1. S'encalenteix la placa, al 80% de potència per les mostres 4 i 10 i al 60% per les mostres 5 i 11.
2. Mentre, es pesen els reductors, i es piquen finament dins un morter de porcellana.
3. Es pica el KNO_3 dins un molinet elèctric, durant 1 minut. Després es pesa la quantitat necessària i s'addiciona al morter amb els reductors.
4. Es pica tot finament amb la maça del morter, s'aboca la mescla dins un vas de precipitats de 600 mL i amb l'ajuda d'una vara de vidre s'agita i homogeneïtza.
5. Se n'aboca una quarta part a sobre la planxa ja calenta, i una vegada ha arribat a fusió, es van abocant progressivament les tres quartes parts restants.
6. Quan tota la mescla ha format una massa homogènia, s'atura la planxa i es deixa refredar el combustible abans d'introduir-lo dins el PVC.
7. La massa ha de tenir una textura plàstica, no aferradissa, i no ha d'arribar a solidificar. S'introdueix el combustible dins l'artefacte, i es vibra per l'extrem superior a fi d'eliminar l'aire que pugui contenir el combustible.
8. Tot d'una s'insereix una vara d'alumini untada en vaselina al centre del combustible, fins a dos centímetres abans del final d'aquest. La vara s'extraurà sols quan la massa combustible es pugui aguantar per si mateixa, però abans que solidifiqui del tot. Cal incidir en què els punts 7 i 8 són els més crítics de tota la operació.
9. Es deixa assecar el combustible durant almenys 24 h.

Es fa un duplicat de cada mostra a fi de poder fer una comparativa dels resultats.

Taula 6. Característiques dels reactors a escala emprats a les proves de potència.

Reactor	Diàmetre intern (mm)	Mostra	Massa de combustible (g)	Massa del reactor complet (g)	Diàmetre tovera (mm)
1	26	4	102,12	254,68	8
2	26	4	104,18	249,90	8
3	26	5	105,49	260,46	6
4	26	5	102,86	243,95	6
5	26	10	102,67	246,40	8
6	26	10	106,75	265,40	8
7	26	11	96,65	239,50	6
8	26	11	97,19	240,99	6

Els distints diàmetres de tovera s'han calculat en funció de la composició del combustible amb el programari lliure SRM.

Obtenció de dades

Una vegada preparats els reactors, es procedeix a la mesura de la capacitat d'impuls mitjançant la ignició d'aquests a sobre una bàscula industrial, que ens donarà l'empesa en kg. Degut a que la campana de gasos no és capaç d'absorbir la quantitat de gas generada, aquesta prova es durà a terme a l'exterior, dins una zona habilitada pel Servei de Seguretat de la UIB.

El procediment a seguir consisteix en:

1. Adequació de la bàscula sobre una superfície ferma i plana.
2. Col·locació d'un peu de laboratori sobre aquesta, amb dues anelles que hi van subjectes, entre les quals es disposa el reactor. L'extrem superior del reactor queda situat sobre la superfície de la bàscula.
3. Introducció del dispositiu d'ignició.
4. Tarar la bàscula.
5. Asseguració del perímetre.
6. Ignició i enregistrament de dades.

Aquestes proves permeten mesurar la potència, en kg, generada per cada combustible.

4.5.3. Proves d'impuls

En funció dels resultats obtinguts durant la prova estàtica de potència (veure Taula 20), es procedeix a les proves de camp amb diferents models de reactor:

- Models de reactor tipus 1

Construïts amb fusellatge de cartró dur, segons el disseny de l'apartat 4.5.2. A la Taula 7 es poden veure les característiques més representatives:

Taula 7. Característiques dels reactors a escala amb fusellatge de cartró.

Reactor	Diàmetre intern (mm)	Mostra	Massa de combustible (g)	Massa del reactor complet (g)	Diàmetre tovera (mm)
1	24	4	105,5	182,67	6
2	25	4	104,63	176,27	6
3	24	10	97,91	181,65	6
4	25	10	102,22	174,53	6
5	24	11	103,74	181,87	6
6	25	11	100,04	178,46	6

Els distints diàmetres de tovera s'han calculat en funció de la composició del combustible amb el programari lliure SRM.

- Models de reactor tipus 2

Construïts amb fusellatge de PVC, segons el disseny de l'apartat 4.5.2., amb la variant que els extrems estan tapats amb 40 g de morter refractari cadascun, reforçat amb un entramat de fil d'aram a 0,8 cm de l'extrem i un altre perpendicular al primer a 1,6 cm del mateix extrem.

Taula 8. Característiques dels reactors a escala amb fusellatge de PVC.

Reactor	Diàmetre intern (mm)	Mostra	Massa de combustible (g)	Massa del reactor complet (g)	Diàmetre tovera (mm)
1	26	4	100,41	283,32	8
2	26	5	102,20	281,24	8
3	26	10	112,95	292,59	10
4	26	11	101,56	284,76	10

Els distints diàmetres de tovera s'han calculat en funció de la composició del combustible amb el programari lliure SRM.

A ambdós casos, el sistema de construcció del fusellatge és el mateix que es descriu a l'apartat 154.5.2, amb l'afegit que a cada model se li integrarà un sistema d'estabilització passiu format per tres ales separades 120° entre elles, i dues anelles en línia per assegurar el reactor a una guia metàl·lica durant els dos primers metres de vol.

5. RESULTATS I DISCUSSIÓ

5.1. Preparació del combustible

5.1.1. Determinació del punt de fusió

Les mesures realitzades ens ofereixen els resultats descrits a la Taula 9:

Taula 9. Punts de fusió dels reductors emprats

Reductor	PF teòric (°C)	PF experimental (°C)
Sucrosa	186	184-187
Dextrosa (monohidrat)	83	87-91
Eritritol	121	118-121

Tot i que la dextrosa mostra un punt de fusió lleugerament superior a l'esperat, els punts de fusió experimentals són pròxims als punt de fusió tabulats, sinònim d'una puresa acceptable dels reactius.

Taula 10. Punts de fusió de les mescles combustibles

Mostra	PF (°C)	%Sucrosa	%Dextrosa	%Eritritol	%KNO ₃
1	165-168	35	0	0	65
2	92-95	0	35	0	65
3	114-117	0	0	35	65
4	160-168	30	5	0	65
5	128-142	20	15	0	65
6	107-126	10	25	0	65
7	95-102	0	30	5	65
8	97-106	0	20	15	65
9	101-108	0	10	25	65
10	156-167	30	0	5	65
11	121-143	20	0	15	65
12	114-128	10	0	25	65

En funció dels resultats de la Taula 9 i de la Taula 10 es fan dues observacions: la primera és que a les mostres 1 i 3, el punt de fusió és lleugerament inferior al dels reductors purs. Pot ser degut a la interacció amb el KNO_3 , si bé aquest no arriba a fondre a la temperatura de treball.

La segona observació es correspon als valors dels punts de fusió en funció del percentatge de cada reductor. Aquests presenten una clara tendència a aproximar-se a la temperatura de fusió del component majoritari.

5.1.2. *Obtenció per calor directe*

Les mostres obtingudes presenten una textura homogènia i consistent, si bé les que corresponen als nombres 1 i 4 han sofert una lleugera oxidació pirolítica (caramel·lització de la sucrosa).



Imatge 4. Combustibles obtinguts per calor directe

La Imatge 4 il·lustra una sèrie de mostres de combustible acabades de preparar. Com es pot observar, al perímetre d'aquestes hi ha una petita presència d'humitat. Aquesta desapareix una vegada acabat el procés d'assecat, i totes les mostres presenten una textura sòlida, sense disgregacions ni deformacions estructurals.

5.1.3. *Obtenció dins autoclau*

Les mostres preparades dins autoclau han sofert totes una contracció del tub de centrífuga degut a la calor del procés, si bé l'interior d'aquests ha quedat intacte. A les imatges 4 i 5 es poden veure els resultats de manera gràfica:



Imatge 5. Combustible obtingut dins autoclau a 120 °C



Imatge 6. Combustible obtingut dins autoclau a 130 °C

A ambdós casos es pot veure que les mostres presenten característiques similars entre elles.

Taula 11. Característiques dels combustibles obtinguts dins autoclau

Obtenció a 120 °C			Obtenció a 130 °C		
Mostra	Color	Textura	Mostra	Color	Textura
1	Blanc	Disgregada	1	Blanc	Disgregada
2	Groc tènue	Blana	2	Groc	Blana
3	Blanc	Sòlida	3	Blanc	Sòlida
4	Ivori	Disgregada	4	Blanc	Disgregada
5	Groc tènue	Blana	5	Ivori	Sòlida
6	Groc	Blana	6	Groc tènue	Blana
7	Groc	Blana	7	Groc tènue	Blana
8	Groc tènue	Sòlida	8	Ivori	Sòlida
9	Blanc	Sòlida	9	Blanc	Sòlida
10	Blanc	Disgregada	10	Blanc	Sòlida
11	Blanc	Sòlida	11	Blanc	Sòlida
12	Blanc	Sòlida	12	Blanc	Sòlida

La Taula 11 il·lustra com les mostres amb una elevada proporció de sucrosa no s'han homogeneïtzat correctament, degut a que la temperatura no ha estat suficientment elevada.

En segon terme, totes les mostres han quedat aferrades a les parets dels tubs, pel qual l'extracció en comporta la destrucció física.

5.1.4. Obtenció dins estufa de laboratori

A les taules 12, 13 i 14 s'observa el temps que s'ha mantingut cada mostra dins l'estufa fins observar la textura que s'ha considerat adequada:

Taula 12. Obtenció dins estufa de mostres 2, 7, 8, 9.

Mostra	T fusió (°C)	T estufa (°C)	Temps requerit (min)
2	92-95	120	88
7	95-102		48
8	97-106		48
9	101-108		58

Taula 13. Obtenció dins estufa de mostres 3, 6, 11, 12.

Mostra	T fusió (°C)	T estufa (°C)	Temps requerit (min)
3	114-117	160	37
6	107-126		37
11	121-143		47
12	114-128		47

Taula 14. Obtenció dins estufa de mostres 1, 4, 5, 10.

Mostra	T fusió (°C)	T estufa (°C)	Temps requerit (min)
1	165-168	170	45
4	160-168		45
5	128-142		45
10	156-167		45

En general, els resultats no han estat satisfactoris: el temps requerit per preparar les mostres és molt elevat, degut a que no és possible la homogeneïtzació d'aquestes durant el procés. A

més, la cara superficial queda molt més exposada a la temperatura que la resta del combustible, produint caramel·litzacions i un resultat heterogeni a la massa del combustible.

A les imatges 6 i 7 es pot observar com, fins i tot entre les rèpliques de la mateixa mostra, els resultats no han estat concordants:



Imatge 7. Aspecte de les mostres 1, 10, 4, 5, 11 i 12 obtingudes dins estufa.



Imatge 8. Aspecte de les mostres 2, 7, 8, 9, 3 i 6 obtingudes dins estufa.

Encara que a primera vista algunes mostres semblen homogènies, la majoria presenten poca cohesió, disgregant-se al tacte, pel que no serien vàlides per emprar dins un sistema propulsor.

5.2. Caracterització del combustible

5.2.1. Resistència a l'exposició ambiental

Als 10 dies d'haver iniciat el registre amb el Data Logger, s'obté un promig de temperatura de 15,9 °C i d'humitat relativa del 61,1%.

Mitjançant comprovació visual s'aprecia que les mostres 1, 4, 5 i 6 presenten una textura lleugerament blana, degut a la presència d'humitat dins la composició. La superfície de les mostres 7, 10 i 11 que ha estat en contacte amb l'alumini té una textura blana, però no s'estén a tota la mostra. La resta de mostres semblen inalterades.

5.2.2. Estudi de superfície

Observació de les mateixes mostres a les 24h i als 10 dies

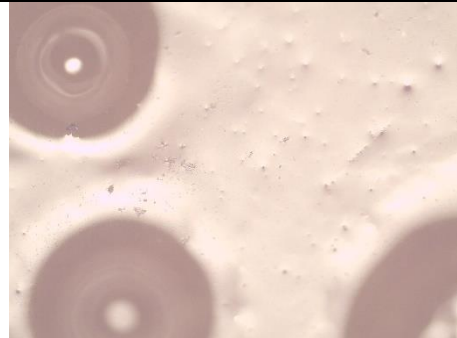
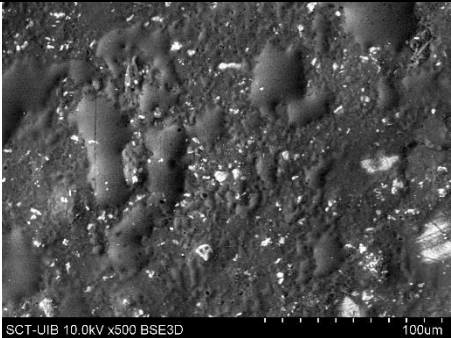


L'estudi mitjançant microscòpia òptica no ha revelat diferències significatives d'aspecte a la superfície de les mostres. Per tant, encara que la integritat física d'algunes mostres sembli corrompuda per inspecció visual, a nivell microscòpic no hi ha alteracions significatives.


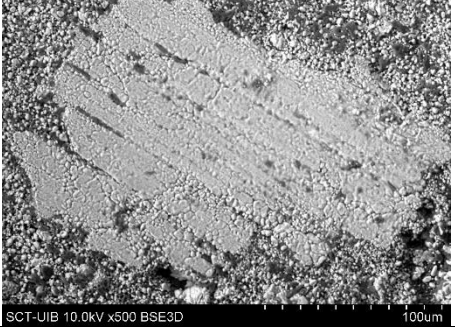

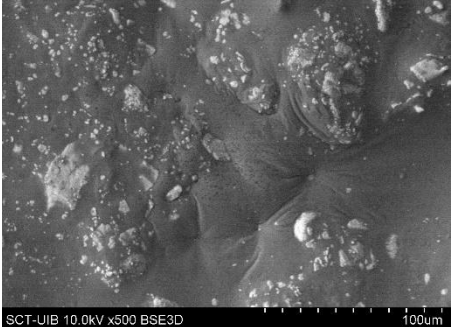

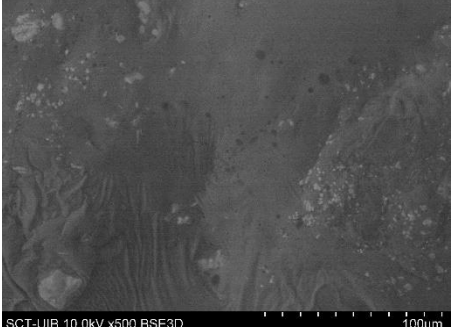

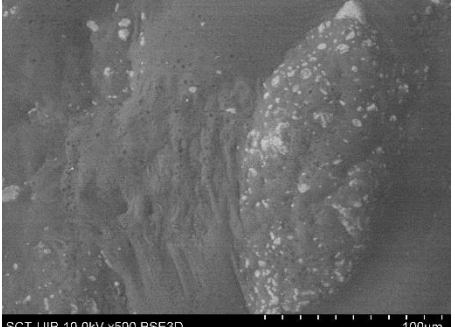

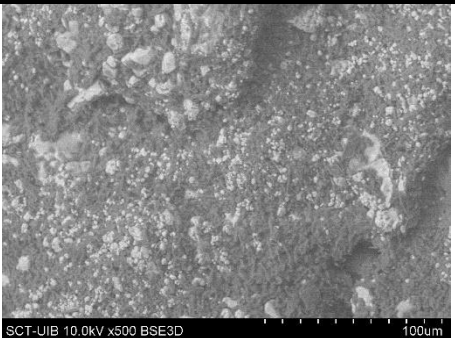
En vista d'això, sols s'il·lustren les imatges obtingudes a les 24h, que es comparen amb els resultats obtinguts mitjançant la tècnica del SEM.


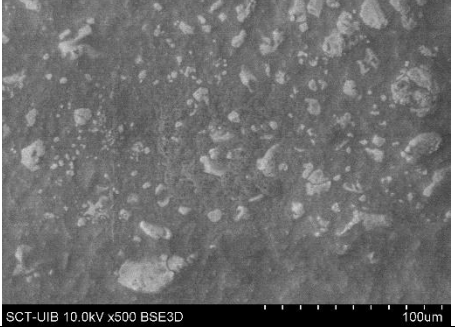


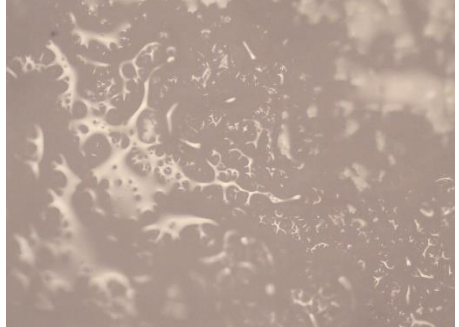
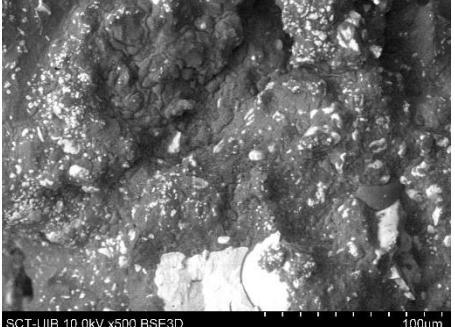


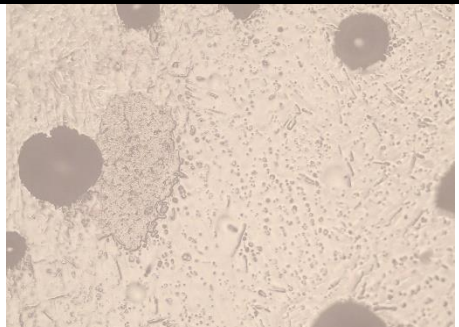

Comparació de resultats entre la microscòpia òptica i el SEM

La Taula 15 ofereix una comparativa visual entre els resultats obtinguts per microscòpia electrònica i els obtinguts per SEM sobre les mostres combustibles. Es pot observar que les mostres són totes força compactes.

Taula 15. Comparativa de resultats del microscopi i del SEM.

Mostra	Microscopi (100x)	SEM (500x)
1		
2		

Mostra	Microscopi (100x)	SEM (500x)
3		 SCT-UIB 10.0kV x500 BSE3D 100µm
4		 SCT-UIB 10.0kV x500 BSE3D 100µm
5		 SCT-UIB 10.0kV x500 BSE3D 100µm
6		 SCT-UIB 10.0kV x500 BSE3D 100µm
7		 SCT-UIB 10.0kV x500 BSE3D 100µm

Mostra	Microscopi (100x)	SEM (500x)
8		
9		
10		
11		
12		

La porositat de les mostres analitzades per SEM s'ha quantificat amb el programa de processament digital ImageJ, donant els resultats de la Taula 16:

Taula 16. Porositat de les mostres estudiades al SEM

Mostra	Nº porus	Àrea (mm ²)	Nº porus/Àrea	Mitjana	Desv. est.
1a	7390	5,25	1408	14,4 · 10 ²	0,4 · 10 ²
1b	6906	4,70	1470		
2a	11890	4,25	2800	2,9 · 10 ³	0,1 · 10 ³
2b	12418	4,23	2937		
3a	7143	4,70	1520	14,7 · 10 ²	0,7 · 10 ²
3b	5710	4,02	1421		
4a	8641	4,70	1838	1,9 · 10 ³	0,1 · 10 ³
4b	9010	4,45	2024		
5a	11511	4,46	2579	2,9 · 10 ³	0,4 · 10 ³
5b	14699	4,71	3123		
6a	11070	5,26	2104	22,3 · 10 ³	0,3 · 10 ³
6b	11241	4,46	2519		
7a	7372	5,25	1404	14,6 · 10 ²	0,7 · 10 ²
7b	7892	5,26	1501		
8a	10325	4,69	2202	2,4 · 10 ³	0,2 · 10 ³
8b	11326	4,47	2532		
9a	10293	5,26	1956	19,3 · 10 ²	0,4 · 10 ²
9b	9384	4,95	1897		
10a	5893	4,96	1187	1,3 · 10 ³	0,1 · 10 ³
10b	6802	4,97	1369		
11a	4146	4,72	879	1,2 · 10 ³	0,4 · 10 ³
11b	6036	4,23	1426		
12a	4339	5,26	825	1,0 · 10 ³	0,3 · 10 ³
12b	5913	4,71	1254		

S'observa que el nombre de porus per unitat de superfície no presenta diferències significatives entre els grups de mostres 4-5-6 i el grup 10-11-12. En canvi, pel grup 7-8-9 existeix una discontinuïtat significativa a la mostra 8. És possible que sigui deguda a un error durant el procés de preparació, encara que no s'ha pogut comprovar pel fet de no tenir rèpliques.

En tot cas, excepte per les mostres 10, 11 i 12 s'observa un increment de la porositat respecte les mostres de referència (1, 2 i 3) quan es combina més d'un reductor amb l'oxidant.

5.3. Proves de combustió

5.3.1. Combustió dins gresol

Mostres obtingudes per calor directe

En vista dels resultats de la Taula 17, es pot deduir que aquelles mostres amb menor relació de temps de combustió per unitat de massa seran les que presentaran més impuls, així que es seleccionen les 4 mostres amb les relacions més baixes – mostres 4, 5, 10 i 11 – per dur a terme les proves de potència estàtica i dinàmica.

S'elegeixen aquestes mostres donat que, en principi, ofereixen una millor relació de potència que el combustible de referència sucrosa/ KNO_3 .

Taula 17. Resultats de la combustió dins gresol de les mostres preparades per calor directe

Mostra	Massa (g)	Temps (s)	Temps/Massa (s/g)	t/m promig (s/g)	Desv. Est.
1	17,21	12,96	0,75	0,62	0,18
	17,77	8,8	0,50		
2	17,08	16,47	0,96	0,87	0,13
	16,57	12,93	0,78		
3	18,62	23,28	1,25	1,5	0,4
	18,9	34,08	1,80		
4	18,23	7,37	0,40	0,40	0,01
	17,94	6,95	0,39		
5	18,03	10,25	0,57	0,52	0,06
	18,37	8,78	0,48		
6	18,57	11,85	0,64	0,68	0,05
	17,63	12,56	0,71		
7	18,74	13,94	0,74	0,77	0,04
	18,29	14,63	0,80		
8	17,98	14,18	0,79	0,69	0,14
	18,52	10,99	0,59		
9	18,1	16,34	0,90	0,84	0,08
	18,35	14,44	0,79		
10	18,68	7,11	0,38	0,37	0,01
	18,27	6,67	0,37		
11	18,44	8,02	0,43	0,44	$5,89 \cdot 10^{-4}$
	18,62	8,14	0,44		
12	18,72	10,76	0,57	0,57	$6,11 \cdot 10^{-4}$
	18,99	10,84	0,57		

Nota: Les desviacions estàndard de les mostres 11 i 12 s'han calculat mitjanant el mètode de propagació de variàncies.

Mostres obtingudes per autoclau a 130 °C

A la Taula 18 s'observa que les mostres obtingudes per autoclau presenten resultats diversos. En algunes mostres (1, 4, 5, 11, 12) sembla que la potència de combustió és més elevada que a les mostres de la Taula 17. No obstant, el que realment ha succeït és que pel fet de trobar-se poc cohesionades, la superfície reactiva era molt major, reaccionant molt violentament.

Per altra banda, la resta de mostres presenten baixos valors de potència, degut a que les combustions es donaven de manera molt lenta, a més de generar nombroses escòries.

Taula 18. Resultats de la combustió dins gresol de les mostres preparades dins autoclau a 130 °C

Mostra	Temps (s)	Massa (g)	Temps/Massa
1	12,61	20	0,63
2	52,28	20	2,61
3	36,97	20	1,85
4	7,42	20	0,37
5	2,65	20	0,13
6	25,76	20	1,29
7	25,53	20	1,28
8	12,40	20	0,62
9	15,41	20	0,77
10	13,88	20	0,69
11	4,39	20	0,22
12	5,64	20	0,28

Cap dels resultats seria aconsellable per emprar un artefacte real. Per una banda, la cinètica descontrolada de la combustió d'algunes mostres posaria en perill la integritat física d'aquest.

Per l'altra banda, les mostres que presenten una cinètica de combustió excessivament lenta no oferirien la suficient capacitat d'impuls per enlairar l'artefacte.

Mostres obtingudes dins l'estufa de laboratori

Els resultats d'aquesta part experimental han estat similars als obtinguts amb les mostres preparades per autoclau. La poca consistència de la majoria de les mostres ha repercutit en una major superfície reactiva, provocant reaccions molt violentes en alguns casos (mostres 3, 11, 12).

En altres casos, la combustió s'ha produït de manera discontinua, obtenint pobres resultats de potència (mostres 2, 4, 5, 7, 8).

A més, per algunes rèpliques no s'han obtingut resultats homogenis en quant a la relació de temps de combustió enfront la massa de combustible. Aquests s'han descartat a l'hora de calcular la desviació, i s'han marcat en vermell a la Taula 19.

Taula 19. Resultats de la combustió dins gresol de les mostres preparades dins l'estufa de laboratori

Mostra	Massa (g)	Temps (s)	Temps/Massa (s/g)	t/m promig (s/g)	Dev. Est.
1	6,5	4,47	0,69	0,81	0,17
	6,82	6,34	0,93		
	6,74	19,45	2,89		
2	5,5	6,45	1,17	0,97	0,19
	6,41	5,9	0,92		
	6,83	5,5	0,81		
3	7,07	6,43	0,91	1,05	0,16
	5,92	6,1	1,03		
	6,8	8,29	1,22		
4	7,09	8,09	1,14	4,4	0,6
	6,97	27,4	3,93		
	5,91	28,37	4,80		
5	5,51	17,52	3,18	3,1	0,2
	5,83	18,73	3,21		
	6,28	17,65	2,81		
6	5,94	8,87	1,49	1,7	0,3
	5,88	9,13	1,55		
	7,49	15,67	2,09		
7	6,37	16,61	2,61	2,54	0,09
	6,23	15,46	2,48		
	6,19	10,36	1,67		
8	6,42	8,28	1,29	1,33	0,07
	6,25	8	1,28		
	6,16	8,7	1,41		
9	6,77	6,57	0,97	0,92	0,10
	6,44	6,31	0,98		
	5,39	4,35	0,81		
10	6,74	4,7	0,70	0,78	0,10
	6,85	6,17	0,90		
	7,05	5,31	0,75		
11	6,66	1,9	0,29	0,32	0,04
	6,22	2,28	0,37		
	6,77	2	0,30		
12	6,52	2,56	0,39	0,36	0,04
	6,33	2,33	0,37		
	6,76	2,12	0,31		

5.3.2. Prova de potència, estàtica

Els resultats obtinguts de la força proporcionada per cada combustible s'il·lustren a la Taula 20. La marca (F) es refereix a que la subjecció dels extrems del reactor ha fallat.

Taula 20. Resultats de les proves estàtiques.

Tub	Mostra	Massa de combustible (g)	Diàmetre de la sortida de gasos (mm)	kg generats
1	4	102,12	8	8,94 (F)
2	4	104,18	10	4,08
3	5	105,49	6	4,22 (F)
4	5	102,86	10	2,80 (F)
5	10	102,67	8	6,68 (F)
6	10	106,75	10	1,86 (F)
7	11	96,65	6	0,60
8	11	97,19	10	1,18

Per aquest motiu, no es poden treure resultats fiables, més enllà de considerar que les mostres 4, 5 i 10 semblen prou potents com per enlairar un artefacte a escala de característiques similars a aquest. No obstant, s'han de reforçar els extrems del reactor a fi que aguantin la pressió generada i així poder obtenir mesures fiables.

5.3.3. Proves d'impuls

Models amb fusellatge de cartró

A tots els llançaments, els combustibles seleccionats han demostrat una potència d'impuls considerable. No obstant, la integritat física tant de la cambra de combustió com dels sistemes d'estabilització s'han vist greument afectats, fins al punt que han desviat un dels models cap a una trajectòria completament horitzontal.

Models amb fusellatge de PVC

En els 4 casos, els combustibles preparats han generat l'impuls necessari com per enlairar els artefactes. Així i tot, la resistència mecànica de la cambra de combustió ha limitat la obtenció de resultats reproduïbles.

Per evitar els problemes que van aparèixer durant les proves estàtiques, els extrems estaven reforçats amb el doble de morter refractari. Així, en cap dels llançaments s'ha vist compromesa la integritat física del tap ni de la tovera.

No obstant, el PVC de la cambra de combustió s'ha vist greument deformat, per acció de la pressió i la temperatura generades, fins al punt que a tots els models s'han produït considerables fissures.

6. CONCLUSIONS

6.1. Sobre els mètodes de preparació

Dels tres mètodes d'obtenció, el que millors resultats ha ofert ha estat la obtenció mitjançant calor directe. El fet de poder homogeneïtzar la mescla durant la preparació genera una íntima unió final entre els reactius que la formen, a més de reduir considerablement el temps necessari per a la preparació del combustible.

El principal desavantatge que presenta és que requereix entre un 10 i un 20% d'excés de massa de combustible a preparar, ja que durant el procés d'obtenció es perd una part d'aquest als estris que s'empren per a la homogeneïtzació.

Pel que fan als altres dos sistemes – mitjançant autoclau i mitjançant l'estufa de laboratori – els resultats no han estat satisfactoris. El principal inconvenient d'ambdós sistemes recau en què la mostra no es pot homogeneïtzar durant el transcurs de la preparació, resultant en mescles poc cohesionades i amb propietats combustibles erràtiques.

6.2. Sobre les característiques físiques

Els estudis de superfície que s'han realitzat no han pogut aportar dades concloents sobre les capacitats impulsores del combustible en funció de la seva porositat. No obstant, si que s'ha pogut comprovar, gràcies a la microscòpia òptica, que les mostres combustibles obtingudes resisteixen l'exposició ambiental durant almenys 10 dies sense veure afectada la seva estructura superficial.

6.3. Sobre la capacitat de propulsió

Dels combustibles que s'han provat, sembla que totes les mostres tenen una capacitat propulsora suficient com per enlairar un reactor de baixa alçada, similar als emprats amb finalitats meteorològiques.

Si bé a les proves estàtiques, la mostra 11 ha donat baixos valors de força, durant les proves d'impuls ha demostrat ser capaç d'enlairar l'artefacte pel qual ha estat preparada.

No obstant, és necessari invertir en un material capaç de suportar les elevades pressions i temperatures que es generen a l'interior del reactor, així com en sistemes de sortida de gasos que aprofitin millor l'energia d'aquests, tals com sistemes de Laval.

A les proves de potència s'ha pogut constatar que, tot i tractar-se de dissenys senzills, s'han de tenir en compte moltes variables. En aquest terme, és vital el reforçament de les parts unides del reactor, ja que són les que presenten menor resistència mecànica.

6.4. Conclusions generals

Els combustibles sòlids semblen ser una solució vàlida per a petits sistemes de propulsió, fins al punt que no són necessaris reactius de difícil obtenció ni manufactura. Òbviament que es poden emprar – i s'empren – oxidants més poderosos, però aquest treball ha demostrat que, almenys en reactors a petita escala, no és necessari.

Aquesta avantatge repercuteix en l'abaratiment de costos, així com en una major facilitat a l'hora de realitzar estudis a regions remotes, ja que els reactors propulsats per combustibles sòlids poden ser emmagatzemats durant un llarg període de temps sense perdre propietats.

Les mostres obtingudes per combinació de dos reductors han demostrat, en certs casos (mostres 4, 5, 10 i 11) que s'obté una important millora de la velocitat de combustió respecte als combustibles tradicionals on sols s'empra una substància reductora.

6.5. Idees de futur

Els resultats obtinguts durant aquest treball obren la porta a noves investigacions en bona part dels camps estudiats. Així, es proposen per a futures recerques els següents objectius:

1. Investigar la possibilitat d'emprar reactors d'acer o alumini, sempre dins les mesures de seguretat corresponents, per tal de reforçar la cambra de combustió.
2. Completar els estudis amb els reductors emprats, variant les proporcions màssiques en menor percentatge, fins obtenir la relació que ofereixi el major poder d'impuls.
3. Experimentar amb altres reductors, tals com sorbitol o resines epoxídiques, per obtenir nous registres de combustió.