

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
FACULTAD DE CIENCIAS DE LA INGENIERÍA Y TECNOLOGÍA

UNIDAD VALLE DE LAS PALMAS
INGENIERÍA AEROSPACIAL



**Síntesis de materiales con propiedades de absorción-adsorción de señales
electromagnéticas Radar-Absorbent Materials (RAM's).**

TESIS

Para obtener el grado de Ingeniero Aeroespacial

PRESENTA:

Avendaño Sosa Raymundo

DIRECTORA DE TESIS:

Dra. Miriam Siqueiros Hernández

Tijuana, B.C., Octubre del 2019

AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecerle a mi directora de Tesis, la Dra. Miriam Siqueiros Hernández, quien me ofreció su valioso tiempo y apoyo, así como sus consejos y recomendaciones a lo largo de esta investigación, al mismo tiempo que me motivaba a seguir adelante y a trabajar constantemente para lograr el objetivo. De igual manera le agradezco al M.C. Benjamín González Vizcarra por su aportación en la selección del título de mi tesis, así como por sus comentarios y sugerencias a lo largo de la investigación.

A mi novia Katharina Claus por sugerirme la idea de realizar una tesis y por convencerme de que podía lograrlo, motivándome constantemente a seguir adelante y no desistir, ofreciéndome su apoyo moral.

A mis padres Raymundo y Alejandra, así como a mi hermano Luis Mario por su apoyo incondicional a lo largo de mi formación profesional.

Finalmente, a la Escuela de Ciencias de la Ingeniería y Tecnología Unidad Valle de Las Palmas por la formación recibida a lo largo de mi carrera como Ingeniero Aeroespacial. .

DEDICATORIA

El presente trabajo está dedicado a mi familia y a mi novia por haber sido mi apoyo a lo largo de toda mi carrera universitaria y a lo largo de mi vida. A todas las personas que me acompañaron en esta etapa, y que de una forma u otra aportaron a mi formación, tanto profesional como humana.

“Deja que la curiosidad te guíe en la búsqueda de conocimiento. Una pregunta cuya respuesta se desea conocer puede ser el inicio de un largo y hermoso viaje de descubrimiento y aprendizaje.”

RESUMEN

El presente trabajo de tesis comprende una investigación de revisión bibliográfica, con el propósito de presentar información referente al funcionamiento de los materiales absorbentes de radar (RAM, por sus siglas en inglés), y a la manera de obtener un material compuesto que posea esta característica de absorción-adsorción. En consecuencia, se realizó una investigación exhaustiva de información proveniente de distintas fuentes como libros, revistas, tesis, páginas web, artículos científicos, memorias de seminarios y congresos, etc. La información recopilada se entrelazó de manera lógica y congruente para explicar, de forma clara y concisa, el estado del arte, el marco teórico detrás de esta tecnología, las características necesarias para lograr el blindaje electromagnético, así como lo necesario para lograr la síntesis y caracterización de materiales de matriz polimérica reforzados con nanotubos de carbono que cumplan con el objetivo de absorber al menos 10 dB.

ABSTRACT

The present thesis work comprises a bibliographic review research, with the purpose of presenting information concerning the functioning of radar absorbent materials (RAM), and how to obtain a composite material that possesses this absorption-adsorption characteristic. As a consequence, an exhaustive investigation was made of information coming from different sources such as books, magazines, theses, websites, scientific articles, memoirs of seminars and congresses, etc. The information gathered was intertwined in a logical and congruent way to explain, in a clear and concise way, the state of the art, the theoretical framework behind this technology, the necessary characteristics to achieve the electromagnetic shielding, as well as what is necessary to achieve the synthesis and characterization of polymeric matrix materials reinforced with carbon nanotubes that meet the objective of absorbing at least 10 dB.

Contenido

RESUMEN	2
ABSTRACT.....	2
OBJETIVO	13
METAS	13
HIPÓTESIS	13
JUSTIFICACIÓN	13
Capítulo 1. Materiales.....	14
1.1 CIENCIA E INGENIERÍA DE LOS MATERIALES	15
1.1.1 Definición	15
1.2 HISTORIA DE LOS MATERIALES.....	16
1.3 DESARROLLO DE LOS MATERIALES.....	17
1.4 CLASIFICACIÓN DE LOS MATERIALES.....	19
1.5 MATERIALES COMPUESTOS.....	24
1.5.1 Introducción.....	24
1.5.2 Definición	25
1.5.3 Clasificación	26
1.5.4 Compuestos Particulados.....	28
1.5.5 Compuestos reforzados con fibras.....	29
1.5.6 Compuestos Laminados.....	31
1.5.7 Aplicaciones de los materiales compuestos.....	33
1.6 MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ POLIMÉRICA.....	35
1.6.1 Introducción.....	35
1.6.2 Características de los materiales compuestos de matriz polimérica	35
1.6.3 Fibras de refuerzo y sus tipos	39

1.6.3.1	Fibra de vidrio como refuerzo	41
1.6.3.2	Fabricación de la fibra de vidrio	42
1.6.3.3	Aplicaciones de la fibra de vidrio	43
1.7	NANOFIBRAS Y NANOTUBOS DE CARBONO	46
1.7.1	Definición de nanofibras y nanotubos de carbono.....	46
1.7.1.1	Nanotubos de carbono	46
1.7.1.2	Nanofibras de carbono	50
1.7.2	Mecanismos de crecimiento de nanofibras y nanotubos de carbono.....	51
1.8	FABRICACIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ POLIMÉRICA .	52
1.8.1	Procesos de molde abierto	53
1.8.2	Procesos de molde cerrado	55
1.8.2.1	Pultrisión.....	55
1.8.2.2	Moldeo por Transferencia de Resina	56
1.9	FABRICACIÓN DE NANOTUBOS Y NANOFIBRAS DE CARBONO	58
1.9.1	Fabricación de nanofibras de carbono	58
1.9.1.1	Fabricación de nanofibras de carbono en fase vapor sobre sustrato.....	58
1.9.1.2	Fabricación de nanofibras de carbono en fase vapor por la técnica del catalizador flotante.....	60
1.9.1.3	Post-tratamientos de nanofibras de carbono	61
1.9.1.4	Aplicaciones de las nanofibras de carbono.....	62
1.9.2	Fabricación de nanotubos de carbono.....	63
1.9.2.1	Descarga en arco eléctrico	63
1.9.2.2	Método por ablación láser.....	65
1.9.2.3	Método de deposición química por vapor.....	66
Capítulo 2.	Materiales RAM y blindaje de interferencia electromagnética	69

2.1 RADARES.....	70
2.1.1 Introducción.....	70
2.1.2 Funcionamiento del Radar.....	71
2.1.3 Ecuación del Radar.....	77
2.1.4 Información obtenida del Eco de Radar.....	78
2.1.5 Frecuencias de Radar.....	80
2.1.5.1 HF (3 a 30 MHz).....	82
2.1.5.2 VHF (30 a 300 MHz).....	83
2.1.5.3 UHF (300 a 1000 MHz).....	84
2.1.5.4 Banda L (1.0 a 2.0 GHz).....	84
2.1.5.5 Banda S (2.0 a 4.0 GHz).....	84
2.1.5.6 Banda C (4.0 a 8.0 GHz).....	85
2.1.5.7 Banda X (8 a 12.5 GHz).....	85
2.1.5.8 Bandas K _u , K y K _a (12.5 a 40 GHz).....	86
2.1.5.9 Longitudes de onda milimétricas (por encima de 40 GHz).....	86
2.1.5.10 Frecuencias láser.....	87
2.1.6 Clasificación de los Radares.....	88
2.1.7 Aplicaciones de los radares.....	90
2.2 AVIONES FURTIVOS (STEALTH AIRCRAFT).....	92
2.2.1 Introducción.....	92
2.2.2 Historia de los aviones furtivos.....	93
2.2.3 Antenas en los aviones de sigilo.....	95
2.2.4 Características que permiten la detección de objetivos.....	96
2.2.5 Formas de invisibilidad.....	97
2.2.5.1 Infrarrojo (IR).....	97

2.2.5.2 Sección transversal del radar (RCS)	100
2.3 MATERIALES ABSORBENTES DE RADAR (RAM).....	103
2.3.1 Introducción	103
2.3.2 Mecanismos de pérdida electromagnética	104
2.3.3 Teoremas para los absorbentes	107
2.3.4 Diseño y rendimiento de absorbentes dieléctricos multicapa	108
2.3.4.1 Pantallas de Salisbury	108
2.3.4.2 Capas de Dallenbach.....	110
2.3.4.3 Absorbedores dieléctricos multicapa	111
2.3.5 Materiales RAM magnéticos	113
Capítulo 3. Manufactura y caracterización de materiales RAM.....	116
3.1 NANOTUBOS DE CARBONO.....	117
3.1.1 Introducción	117
3.1.1.1 Aditivo para conferir conductividad eléctrica en materiales poliméricos	118
3.1.1.2 Aditivo para mejorar las propiedades mecánicas de matrices poliméricas y problemas relacionados con el coeficiente de expansión térmica	119
3.1.2 Producción de nanotubos de carbono	119
3.1.2.1 Difusión de carbono superior a través de partículas catalíticas	120
3.1.2.2 Difusión de carbono superior sobre partículas catalíticas	121
3.1.2.3 Difusión de carbono inferior a través de partículas catalíticas	121
3.1.3 Purificación de los nanotubos de carbono	121
3.1.4 Técnicas de caracterización de los CNTs	124
3.2 INSTRUMENTOS DE CARACTERIZACIÓN	125
3.2.1 Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM)	125
3.2.1.1 Franjas de Fresnel, es decir, franjas de borde	127

3.2.2	Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)	128
3.2.3	Microscopia de fuerza atómica (AFM).....	129
3.3	FUNCIONALIZACIÓN DE NANOTUBOS DE CARBONO	131
3.4	CARACTERIZACIÓN DIELECTRICA	132
3.4.1	Analizador de redes	133
3.4.2	Método de arco NRL	134
3.5	ESTUDIOS REALIZADOS POR OTROS INVESTIGADORES.....	135
Capítulo 4.	Estudio Propuesto	150
4.1	MATERIALES	151
4.2	FUNCIONALIZACIÓN DE LOS NANOTUBOS DE CARBONO	153
4.3	MANUFACTURA DE LAS MUESTRAS	154
4.4	PRUEBAS Y CARACTERIZACIÓN DIELECTRICA.....	154
Capítulo 5.	Análisis de Resultados	157
5.1	Resultados	158
Capítulo 6.	Conclusiones	160
6.1	Conclusión y comentarios finales	161
	GLOSARIO	163
	BIBLIOGRAFÍA	166

Lista de Figuras

Figura 1. Clasificación de los materiales. (D. Askeland, 1998)	20
Figura 2. Sección transversal de una turbina, con varias aleaciones metálicas para una aplicación muy crítica. (D. Askeland, 1998)	21
Figura 3. Impulsores de turbina y sus alabes. (D. Askeland, 1998)	22
Figura 4. Diversas piezas internas de un parquímetro, fabricadas con un polímero de acetal. (D. Askeland, 1998)	23
Figura 5. Microcircuito típico, con una gran cantidad de zonas semiconductoras. (D. Askeland, 1998)	23
Figura 6. El ala en X de los helicópteros modernos depende de un material compuesto de un polímero reforzado con fibra de carbono. (D. Askeland, 1998)	24
Figura 7. Clasificación de los materiales compuestos. (Donald R. Askeland, 2001)	26
Figura 8. Ejemplos de materiales compuestos: (a) <i>El triplay es un compuesto laminar de capas de chapas de madera.</i> (b) <i>La fibra de vidrio es un compuesto reforzado por fibra, que contiene largas fibras rígidas de vidrio en una matriz polimérica más blanda (x175).</i> (c) <i>El concreto es un compuesto particulado, que contiene arena gruesa o grava en una matriz de cemento (reducido 50%).</i> (Donald R. Askeland, 2001)	27
Figura 9. Microestructura del carburo de tungsteno, con un 20% de carburo de cobalto cementado (1300x). (Donlad R. Askeland, 2012)	28
Figura 10. Cintas unidas con fibras alineadas para producir estructuras compuestas: (a) <i>Unidireccional de varias capas</i> (b) <i>Casi isotrópico con distintos ángulos.</i>	31
Figura 11. Cintas unidas con fibras alineadas para producir estructuras compuestas: (a) <i>Núcleo en forma de panal de celdas hexagonales,</i> (b) <i>Unión de dos hojas mediante capas de adhesivo,</i> (c) <i>Estructura de emparedado excepcionalmente ligera, aunque rígida y fuerte.</i> (Donlad R. Askeland, 2012)	33
Figura 12. Principio de fabricación de la fibra de vidrio.(M. Antigüedad, 2008)	42
Figura 13. Mercado de la fibra de vidrio como refuerzo por aplicación.(M. Antigüedad, 2008)	44
Figura 14. Mercado de la fibra de vidrio como refuerzo por área geográfica. (M. Antigüedad, 2008)	45

Figura 15. Estructura de los nanotubos de carbono: (a) <i>Pared simple</i> (b) <i>Pared múltiple</i> . Imágenes con TEM: (c) <i>Pared simple</i> (d) <i>Pared múltiple</i> . (Eatemadi et al., 2014).....	47
Figura 16. Distintas formas de SWNT's: (a) <i>El vector quiral C también determina el diámetro del tubo</i> (b) <i>Modelos de tres estructuras SWCNT atómicamente perfectas</i> . (Eatemadi et al., 2014)	48
Figura 17. Disposiciones de las capas de grafeno en las nanofibras de carbono con respecto a la dirección longitudinal: perpendicular, paralela y oblicua. (M. Antigüedad, 2008).....	50
Figura 18. Modelos tridimensionales de las disposiciones de las capas de grafeno en las nanofibras de carbono huecas y sólidas. (M. Antigüedad, 2008).....	51
Figura 19. Mecanismos de crecimiento de nanofibras de carbono. (M. Antigüedad, 2008)....	52
Figura 20. Resumen de los procesos de fabricación de materiales compuestos según los materiales de partida. (M. Antigüedad, 2008)	52
Figura 21. Método de impregnación manual. (M. Antigüedad, 2008)	53
Figura 22. Método de proyección (Spray-up). (M. Antigüedad, 2008).....	53
Figura 23. Procedimiento de moldeo con saco: (a) <i>Vacío</i> (b) <i>Autoclave</i> . (M. Antigüedad, 2008)	54
Figura 24. Enrollamiento de filamentos. (M. Antigüedad, 2008).....	54
Figura 25. Maquinaria estándar de un proceso de Pultrisión. (M. Antigüedad, 2008).....	55
Figura 26. Aplicaciones de materiales compuestos fabricados por RTM. (M. Antigüedad, 2008)	57
Figura 27. Diagrama de proceso para el método de síntesis por arco eléctrico. (Azonano, 2018)	64
Figura 28. Diagrama de proceso para el método por ablación láser. (Azonano, 2018).....	65
Figura 29. Diagrama de proceso para el método de deposición química por vapor. (Azonano, 2018)	67
Figura 30. Elementos básicos que conforman un radar. (Stimson et al., 1998)	71
Figura 31. Parón típico de búsqueda por escaneo para aplicación de un caza. El número de barras y el ancho y posición del marco pueden ser controlados por el operador. (Stimson et al., 1998)	72
Figura 32. Para ser visto por la mayoría de los radares, el objetivo debe de estar dentro de la línea de visión. (Stimson et al., 1998).....	73

Figura 33. Diagrama de bloques simple de un radar empleando un transmisor de amplificador de potencia y un receptor superheterodino. (Skolnik, 1990).....	74
Figura 34. Bombardero B-2. Incluso una aeronave de sigilo de grandes proporciones tiene una sección transversal de reflectividad de radar no mayor a la de un ave. (Zachariah, 2009)	94
Figura 35. Dado que en esa época ningún radar tenía tanto una antena de baja RCS como con una baja probabilidad de que sus señales fueran interceptadas útilmente por un enemigo, el primer caza furtivo de Estados Unidos, el F-117 (Nighthawk), no estaba equipado con un radar. (Lockheed, 2019).....	95
Figura 36. Black Hole Ocarina (BHO) (Zachariah, 2009)	99
Figura 37. Film Cooled Tailpipe (Zachariah, 2009).....	99
Figura 38. Esquema de reflexión especular (Yuzcelik, 2003).....	107
Figura 39. Pantalla de Salisbury. (Yuzcelik, 2003).....	109
Figura 40. Coeficiente de reflexión como función del ángulo de incidencia. (Yuzcelik, 2003)	110
Figura 41. Capa de Dallenbach. (Yuzcelik, 2003).....	110
Figura 42. El rendimiento previsto de los absorbedores multicapa Jaumann. (Yuzcelik, 2003)	112
Figura 43. Absorbedor de transición geométrica. (Yuzcelik, 2003).....	113
Figura 44. Mecanismo de crecimiento postulado por Barker sobre la formación de filamentos de carbono: (C) a partir de acetileno (C ₂ H ₂) en una partícula metálica. (M). (Botran Díaz, 2015)	120
Figura 45. Mecanismo de crecimiento de nanotubos basado en el crecimiento de filamentos a partir de la pirolisis de benceno sobre partículas catalizadoras. (Botran Díaz, 2015).....	121
Figura 46. Representación del modelo de crecimiento basado en el sistema C ₂ H ₂ / Fe-Pt. (Botran Díaz, 2015)	121
Figura 47. Imágenes TEM de CNTs: (a) <i>Partículas metálicas residuales en CNTs (círculos rojos)</i> . (b) <i>Puntas abiertas producto de la purificación (flechas rojas)</i> . (c) <i>Nanotubos de carbono purificado</i> . (d) <i>Imagen de alta resolución de un nanotubo de carbono purificado, en la que se muestran las paredes y el borde final del nanotubo</i> . (Botran Díaz, 2015).....	122
Figura 48. Imágenes TEM de CNTs: (a) <i>Partículas metálicas residuales en CNTs (círculos rojos)</i> . (b) <i>Puntas abiertas producto de la purificación (flechas rojas)</i> . (c) <i>Nanotubos de</i>	

<i>carbono purificado</i>). (d) <i>Imagen de alta resolución de un nanotubo de carbono purificado, en la que se muestran las paredes y el borde final del nanotubo.</i> (Botran Díaz, 2015).....	123
Figura 49. Diagrama esquemático de un microscopio de transmisión electrónica. (Tang & Yang, 2017)	126
Figura 50. Serie de enfoque directo de un SWCNT que muestra que, en el foco de Scherzer (flecha), la primera franja negra coincide con el máximo débil de V_r a lo largo del borde de SWCNT. (Bonnamy & Oberlin, 2016).....	128
Figura 51. Esquemático general de las fases que componen un Microscopio Electrónico de Barrido. (Pasten Espinoza, 2017)	129
Figura 52. Diagrama general de un AFM. (Pasten Espinoza, 2017)	130
Figura 53. Magnitud de deflexión del canteliver como función de la distancia entre la punta y la muestra. (Pasten Espinoza, 2017)	131
Figura 54. El arco NRL utilizado para los ensayos de materiales absorbentes de radar. (Franchitto et al., 2002).....	135
Figura 55. Permeabilidad de materiales compuestos con CNTs rellenos con Fe, y con CNTs no rellenos. (Lin, Zhu, Guo, & Yu, 2007)	141
Figura 56. Características de absorción de materiales compuestos con CNTs rellenos con Fe, y con CNTs no rellenos. (Lin et al., 2007)	142
Figura 57. Longitud media de los CNT en función del tiempo de funcionalización τ . (Zakharychev et al., 2015)	146
Figura 58. Estructura RAM multicapa propuesta mediante el uso del algoritmo genético GA. (D. Micheli et al., 2009).....	148
Figura 59. Curva de percolación eléctrica EJEMPLO: policarbonato (PC) – concentrado de NC7000™. Resistividad eléctrica. Medición según el método estándar de Nanocyl basado en muestras IZOD estándar moldeadas por inyección. (Nanocyl, 2016)	152
Figura 60. PRIME™ 20 Sistema de infusión epoxi. (Lloyds, 2019).....	153
Figura 61. Analizador de red vectorial PNA-L N5235. (Technologies, n.d.)	155

Lista de Tablas

Tabla 1. Ejemplos, aplicaciones y propiedades representativas de cada familia de materiales. (D. Askeland, 1998).....	20
Tabla 2. Características de las matrices termoestables. (M. Antigüedad, 2008)	36
Tabla 3. Clasificación de fibras en función de su origen. (M. Antigüedad, 2008)	40
Tabla 4. Características comparadas de los principales tipos de fibras utilizadas como refuerzo. (M. Antigüedad, 2008).....	40
Tabla 5. Diferentes presentaciones de la fibra de vidrio (M. Antigüedad, 2008).....	42
Tabla 6. Comparación entre SWNT y MWNT. (Eatemadi et al., 2014)	49
Tabla 7. Aplicaciones representativas de un radar aéreo. (M. Antigüedad, 2008)	62
Tabla 8. Resumen y comparación de los tres métodos más comunes de síntesis de nanotubos de carbono. (Eatemadi et al., 2014)	68
Tabla 9. Nomenclatura estándar de frecuencia de radar en banda de letras. (Skolnik, 1990)..	81
Tabla 10. Aplicaciones representativas de un radar aéreo. (Stimson et al., 1998)	91
Tabla 11. Número de hojas contra el ancho de banda fraccional. (Yuzcelik, 2003)	112
Tabla 12. Valores evaluados de “R”, “A” y “T”. (Virendra et al., 2013).....	139
Tabla 13. Comparación de la eficiencia del apantallamiento electromagnético del trabajo de Virendra y del de otros autores, de acuerdo a la variación del porcentaje de peso de MWCNT, utilizando el método de mezcla por solución y el método propuesto por el autor. (Virendra et al., 2013)	140
Tabla 14. Caracterización específica de NC7000™. (Nanocyl, 2016).....	151
Tabla 15. Resumen de los parámetros propuestos para la elaboración de un material tipo RAM.	158

OBJETIVO

Realizar un análisis bibliográfico del uso de materiales compuestos con propiedades de absorción de radar (RAM), para aplicaciones en la industria aeroespacial. De tal manera, se establecerán los parámetros necesarios para obtener un material compuesto a base de resina epóxica reforzado con nanotubos de carbono (CNTs), capaz de absorber al menos 10 dB.

METAS

- ❖ Describir los métodos utilizados para la obtención de nanotubos de carbono.
- ❖ Comparar teóricamente las propiedades de absorción de ondas electromagnéticas de distintos materiales encontrados en la literatura.
- ❖ Establecimiento de los parámetros necesarios para lograr un material capaz de absorber las ondas de radar.

HIPÓTESIS

Por medio de una investigación bibliográfica es posible establecer los parámetros necesarios para la elaboración de un material absorbente de radar (RAM).

JUSTIFICACIÓN

El ímpetu de la industria aeroespacial por mejorar el desempeño de aeronaves tanto comerciales como militares promueve el desarrollo de materiales estructurales de alta calidad. Los materiales compuestos son un tipo de material cuya tendencia de utilización va en aumento, y el cual juega un rol significativo en el desarrollo de componentes aeroespaciales. Este tipo de materiales son especialmente atractivos para la industria aeroespacial debido a sus excelentes propiedades físicas, tales como alta resistencia y ligereza. Los materiales absorbentes de radar reducen la energía reflejada al radar por medio de absorción. La energía del radar es absorbida a través de uno o más mecanismos, los cuales involucran propiedades dieléctricas o magnéticas de los materiales. El dinámico desarrollo de los materiales compuestos permite suponer que la tendencia en su uso para fines de blindaje electromagnético aumentará en los próximos años.

Capítulo 1. Materiales

1.1 CIENCIA E INGENIERÍA DE LOS MATERIALES

1.1.1 Definición

La ciencia e ingeniería de los materiales es un campo interdisciplinario que se ocupa de inventar nuevos materiales y mejorar los ya conocidos, mediante el desarrollo de un conocimiento más profundo de las relaciones entre microestructura, composición, síntesis y procesamiento. El término composición indica la constitución química de un material. El término estructura significa una descripción del arreglo atómico, visto con distintos grados de detalle. El término síntesis indica la manera de fabricar los materiales a partir de elementos naturales o hechos por el hombre. El término procesamiento indica el modo en que se conforman los materiales en componentes útiles y para causar cambios en las propiedades de distintos materiales. (Donald R. Askeland, 2001)

De acuerdo a Askeland 2001, la diferencia entre ambos conceptos (ciencia e ingeniería de los materiales) yace en el enfoque de cada uno. Por un lado en la ciencia de materiales se subrayan las relaciones subyacentes entre las síntesis y el procesamiento, la estructura y las propiedades de los materiales, mientras que en la ingeniería de materiales el enfoque es hacia cómo convertir o transformar los materiales en dispositivos o estructuras útiles.

Por otro lado, Callister 1997 nos indica que la ciencia de los materiales implica investigar la relación entre la estructura y las propiedades de los materiales, mientras que por el contrario, la ingeniería de los materiales se fundamenta en las relaciones propiedades-estructura y se encarga de diseñar o proyectar la estructura de un material para conseguir un conjunto predeterminado de propiedades.

El autor continúa definiendo “estructura” como la disposición de los componentes internos de un material. La estructura subatómica implica a los electrones dentro de los átomos individuales y a las interacciones con su núcleo. A nivel atómico, la estructura se refiere a la organización de átomos o moléculas entre sí. El próximo gran dominio estructural, que contiene grandes grupos de átomos entrelazados entre sí, se denomina “microscópico” y significa que se puede observar utilizando algún tipo de microscopio. Finalmente, los elementos estructurales susceptibles de apreciarse a simple vista se denominan “macroscópicos”.

La noción de “propiedad” la define de otra manera. Las propiedades de un material se expresan en términos del tipo y magnitud de la respuesta a un estímulo específico impuesto. Las definiciones de las propiedades suelen ser independientes de la forma y del tamaño del material.

Todas las propiedades importantes de los materiales sólidos se agrupan en seis categorías: mecánicas, eléctricas, térmicas, magnéticas, ópticas y químicas. Para cada categoría existe un tipo característico de estímulos capaz de provocar repuestas diferentes. Las propiedades mecánicas relacionan la deformación con la carga o la fuerza aplicada; ejemplos de ellas son el módulo elástico y la resistencia. En las propiedades eléctricas, tales como conductividad eléctrica y constante dieléctrica, el estímulo es un campo eléctrico. El comportamiento térmico de los sólidos se representa en función de la capacidad calorífica y de la conductividad térmica. Las propiedades magnéticas se refieren a la respuesta de un material frente a la influencia de un campo magnético. Para las propiedades ópticas, el estímulo es la radiación electromagnética o lumínica; *el índice de refracción y la reflectividad* son propiedades ópticas representativas. Finalmente, las propiedades químicas indican la reactividad química de un material. (Callister, 1997)

1.2 HISTORIA DE LOS MATERIALES

Probablemente, la importancia de los materiales en nuestra cultura es mayor de lo que habitualmente se cree. Prácticamente cada segmento de nuestra vida cotidiana está influido en mayor o menor grado por los materiales, como por ejemplo transporte, vivienda, vestimenta, comunicación, recreación y alimentación. Históricamente, el desarrollo y la evolución de las sociedades han estado íntimamente vinculados a la capacidad de sus miembros para producir y conformar los materiales necesarios para satisfacer sus necesidades. En efecto, las primeras civilizaciones se conocen con el nombre del material que alcanzó mayor grado de desarrollo, como lo son la Edad de Piedra, Edad de Bronce, etc.

El hombre primitivo sólo tuvo acceso a un número muy limitado de materiales, que encontró en la naturaleza: piedras, madera, arcilla, cuero y pocos más. Con el transcurso del tiempo, el hombre descubrió técnicas para producir materiales con propiedades superiores a las de los naturales; entre estos nuevos materiales se encontraban la cerámica y algunos metales.

Además, se descubrió que las propiedades de un material se podían modificar por tratamiento térmico o por adición de otras sustancias. En este aspecto, la utilización de los materiales era totalmente un proceso de selección; esto es, de un conjunto limitado de materiales se decidía cuál era, en virtud de sus características, el más idóneo para una aplicación particular. Hace relativamente poco tiempo que los científicos llegaron a comprender la relación entre elementos estructurales de los materiales y sus propiedades. Este conocimiento adquirido en los últimos 50 años aproximadamente, los ha capacitado en alto grado, para modificar o adaptar las características de los materiales. Se han desarrollado decenas de miles de materiales distintos con características muy especiales para satisfacer las necesidades de nuestra moderna y compleja sociedad; se trata de metales, plásticos, vidrios y fibras.

El progreso de muchas tecnologías, que aumentan la confortabilidad de nuestra existencia, va asociado a la disponibilidad de materiales adecuados. El avance en la comprensión de un tipo de material suele ser el precursor del progreso de una tecnología. Por ejemplo la fabricación de automóviles fue posible por la aparición de un acero idóneo y barato o de algún sustituto comparable. Actualmente los adelantos electrónicos más sofisticados se basan en componentes denominados semiconductores. (Callister, 1997)

1.3 DESARROLLO DE LOS MATERIALES

Hasta los años 60, el término "materiales de ingeniería" era sinónimo de "metales". Sin embargo, la situación ha cambiado considerablemente desde aquella época hasta nuestros días. Actualmente, la velocidad de desarrollo de nuevas aleaciones metálicas es relativamente baja, mientras que la demanda de acero y de hierro fundido ha caído. Por otro lado, las industrias fabricantes de polímeros y materiales compuestos crecen vertiginosamente.

De acuerdo a Siqueiros 2013, las tecnologías modernas asociadas a la producción industrial contemporánea, demandan un desarrollo de productos cuya realización está vinculada al uso de materiales con propiedades claramente definidas, y a la selección de procedimientos enfocados a lograr el éxito económico de los productos.

Las nuevas líneas generales de producción, tienden a conformar materiales más fiables, ligeros y resistentes, con una economía de recursos óptima. Entre éstas líneas está el desarrollo de:

- ❖ Aleaciones metálicas resistentes a altas temperaturas
- ❖ Metales amorfos
- ❖ Cerámicas técnicas
- ❖ Polímeros especiales
- ❖ Materiales compuestos

Se prevé que el desarrollo de la ciencia y la tecnología de los materiales en las próximas décadas estarán caracterizados por los siguientes aspectos:

- 1) Tendencia a sustituir los materiales metálicos y sus aleaciones por los materiales plásticos, cerámicos y compuestos, debido a su bajo costo y durabilidad.
- 2) Propensión a elevar la resistencia mecánica y las propiedades anticorrosivas de los aceros en condiciones extremas (altas temperaturas, presiones y medios altamente corrosivos), variando la microestructura en base de la sustitución de algunos elementos aleantes tradicionales, disminución del tamaño de grano y tratamientos termomecánicos.
- 3) Incremento notable del uso de metales y aleaciones ligeras (especialmente aluminio y sus aleaciones Al-Zn-Mg-Cu, Al-Zn-Mg) en la fabricación de elementos de máquinas especialmente para la industria automotriz y aeronáutica.
- 4) Intensificación de la investigación sobre las aleaciones súper-plásticas con una elevada resistencia a la corrosión.
- 5) Ampliación y profundización del conocimiento y la tecnología del tratamiento térmico de envejecimiento de las aleaciones ligeras.
- 6) Intensificación del uso de materiales poliméricos y cerámicos en la industria para la fabricación de algunos tipos de elementos de máquinas, debido a su menor peso específico y a su menor costo con respecto a los materiales metálicos.
- 7) Tendencia a reemplazar los tratamientos superficiales por los recubrimientos de plásticos.
- 8) Creación de nuevos procesos de conformado para los materiales plásticos, cerámicos, compuestos y polvos metálicos.

- 9) Mayor importancia del reciclaje de los materiales, debido a que estos comienzan a escasear en el mercado. Algunos de estos materiales son ciertos elementos químicos que juegan un papel preponderante en las aleaciones.
- 10) Mayor énfasis en la investigación de las propiedades útiles de los materiales, dando una gran preferencia a los materiales altamente puros y a los compuestos.

El objetivo de la preservación de los materiales será concluir el ciclo de vida de los mismos, de tal manera que los desechos lleguen a ser material de potencia concluida. Entre los problemas más agudos que la ciencia y la tecnología de estos materiales tienen que afrontar, tenemos los siguientes:

- 1) Investigar las propiedades y microestructura de un material compuesto.
- 2) Crear una nueva teoría de la Resistencia de Materiales.
- 3) Lo anterior implica la creación de nuevos métodos de diseño para materiales compuestos.
- 4) Automatizar la fabricación de piezas de materiales compuestos y el mejoramiento de su calidad.

Considerando que la confianza de la población en la ciencia y la tecnología aumentará en el futuro próximo, existirá un mayor esfuerzo por mejorar la calidad del medio ambiente, lo cual volcará la atención fundamentalmente hacia el mejoramiento de la calidad de vida. Por lo tanto, se prevé un gran dinamismo en los modelos de producción y consumo.

1.4 CLASIFICACIÓN DE LOS MATERIALES

Los materiales se han clasificado de distintas formas a lo largo del tiempo, pero principalmente lo han hecho de acuerdo a sus propiedades. La mayoría de los autores concuerdan en la actual clasificación que se tiene de los materiales. Distintos autores nos ofrecen su propia interpretación, tal y como se presenta a continuación.

Para Askeland 1998, los materiales se clasifican en cinco grupos (Figura 1): metales cerámicos, poliméricos, semiconductores y materiales compuestos. Los materiales de cada uno de estos grupos poseen estructuras y propiedades distintas. Las diferencias en resistencia ilustran la amplia gama de propiedades disponibles (Tabla 1).

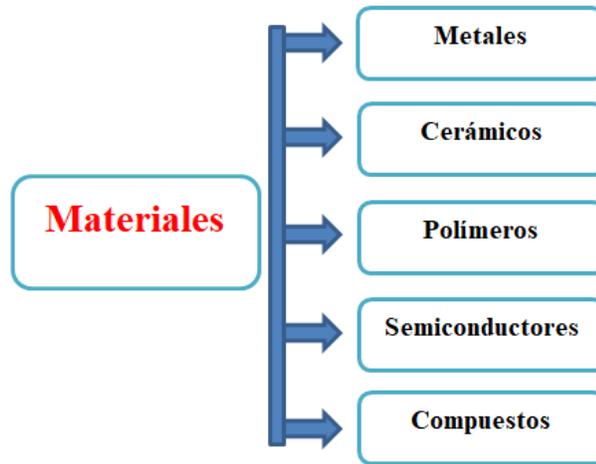


Figura 1. Clasificación de los materiales. (D. Askeland, 1998)

Tabla 1. Ejemplos, aplicaciones y propiedades representativas de cada familia de materiales. (D. Askeland, 1998)

	APLICACIONES	PROPIEDADES
METALES		
Cobre	Alambre conductor eléctrico	Alta conductividad eléctrica, buena formabilidad
Hierro fundido gris	Bloques para motor de automóvil	Moldeable, maquinable, absorbe vibraciones
Aleación de aceros	Llaves	Endurecidas de manera significativa mediante tratamientos térmicos
CERÁMICOS		
SiO ₂ -Na ₂ O-CaO	Vidrio para ventana	Ópticamente útil, aislante térmico
Al ₂ O ₃ , MgO, SiO ₂	Refractarios para contener metal fundido	Aislantes térmicos, se funden a alta temperatura, relativamente inertes ante metal fundido
Titanio de bario	Transductores para equipo de audio	Convierten sonido en electricidad (comportamiento piezoeléctrico)
POLÍMEROS		
Polietileno	Empacado de alimentos	Fácilmente conformable en delgadas películas flexibles e impermeables
Epóxicos	Encapsulado de circuitos integrados	Eléctricamente aislante y resistente a la humedad
Fenólicos	Adhesivos para unir capas de madera laminada	Fuertes, resistentes a la humedad
SEMICONDUCTORES		
Silicio	Transistores y circuitos integrados	Comportamiento eléctrico único

GaAs	Sistemas de fibras ópticas	Convierte señales eléctricas en luz
COMPUESTOS		
Grafito en matriz epóxica	Componentes para aeronaves	Relación elevada resistencia-peso
Carburo de tungsteno-cobalto	Herramientas de corte de carburo para maquinado	Alta dureza, y de una buena resistencia al impacto
Acero recubierto de titanio	Recipientes para reactores	Tiene el bajo costo y la resistencia del acero, con la resistencia a la corrosión del titanio.

Metales. Los metales y sus aleaciones, incluyendo acero, aluminio, magnesio, zinc, hierro fundido, titanio, cobre y níquel, generalmente tienen como característica una buena conductividad eléctrica y térmica, una resistencia relativamente alta, una alta rigidez, ductilidad o conformabilidad y resistencia al impacto. Son particularmente útiles en aplicaciones estructurales o de carga. Aunque en ocasiones se utilizan metales puros, las combinaciones de metales conocidas como aleaciones proporcionan mejoría en alguna propiedad particularmente deseable o permiten una mejor combinación de propiedades. En la Figura 2 se muestra la sección transversal de una turbina, la cual está conformada por varias aleaciones metálicas.

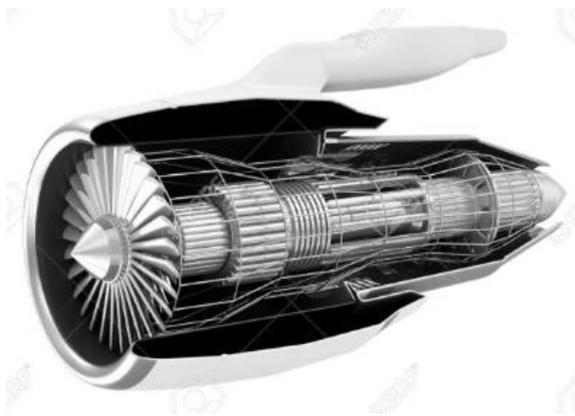


Figura 2. Sección transversal de una turbina, con varias aleaciones metálicas para una aplicación muy crítica. (D. Askeland, 1998)

Cerámicos. El ladrillo, el vidrio, la porcelana, los refractarios y los abrasivos tienen baja conductividad eléctrica y térmica, y a menudo son utilizados como aislantes. Los cerámicos son fuertes y duros, aunque también muy frágiles o quebradizos. Las nuevas técnicas de procesamiento han conseguido que los cerámicos sean lo suficientemente resistentes a la fractura para que puedan ser utilizados en aplicaciones de carga, como los impulsores en motores de turbina (Figura 3).



Figura 3. Impulsores de turbina y sus alabes. (D. Askeland, 1998)

Polímeros. Producidos mediante un proceso conocido como polimerización, es decir, creando grandes estructuras moleculares a partir de moléculas orgánicas, los polímeros incluyen el hule, los plásticos y muchos tipos de adhesivos. Los polímeros tienen baja conductividad eléctrica y térmica, reducida resistencia y no son adecuados para utilizarse a temperaturas elevadas. Los polímeros termoplásticos, en los cuales las largas cadenas moleculares no están conectadas de manera rígida, tienen buena ductilidad y conformabilidad; los polímeros termoestables son más resistentes, aunque más frágiles porque las cadenas moleculares están fuertemente enlazadas. Los polímeros se utilizan en muchas aplicaciones, incluyendo dispositivos electrónicos, tal y como se muestra en la Figura 4.



Figura 4. Diversas piezas internas de un parquímetro, fabricadas con un polímero de acetal. (D. Askeland, 1998)

Semiconductores. Aunque el silicio, el germanio y una variedad de compuestos como el GaAs (Arseniuro de Galio) son muy frágiles, resultan esenciales para aplicaciones electrónicas, de computadoras y de comunicaciones. La conductividad eléctrica de estos materiales puede controlarse para su uso en dispositivos electrónicos como transistores, diodos y circuitos integrados. La información hoy día se transmite por luz a través de sistemas de fibras ópticas; los semiconductores, que convierten las señales eléctricas en luz y viceversa son componentes esenciales de estos sistemas, tal y como se muestra en la Figura 5.

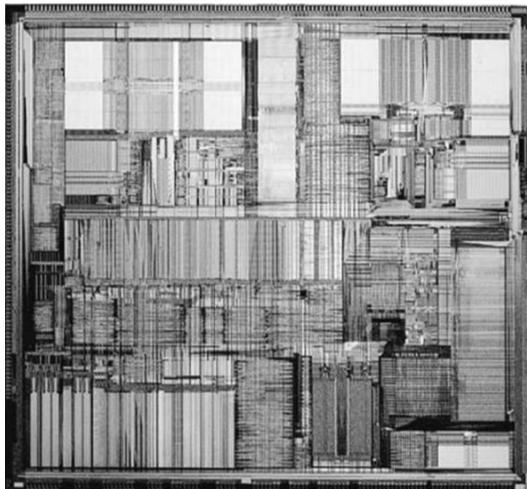


Figura 5. Microcircuito típico, con una gran cantidad de zonas semiconductoras. (D. Askeland, 1998)

Materiales compuestos. Los materiales compuestos se forman a partir de dos o más materiales, produciendo propiedades que no se encuentran en ninguno de los materiales de manera individual. El concreto, la madera contrachapada y la fibra de vidrio son ejemplos típicos —aunque algo burdos— de materiales compuestos. Con materiales compuestos podemos producir materiales ligeros, fuertes, dúctiles, resistentes a altas temperaturas, o bien, podemos producir herramientas de corte duras y a la vez resistentes al impacto, que de otra manera se harían añicos. Los vehículos aéreos y aeroespaciales modernos dependen de manera importante de materiales compuestos como los polímeros reforzados de fibra de carbono. En la Figura 6 se puede observar un ejemplo de lo mencionado anteriormente.



Figura 6. El ala en X de los helicópteros modernos depende de un material compuesto de un polímero reforzado con fibra de carbono. (D. Askeland, 1998)

1.5 MATERIALES COMPUESTOS

1.5.1 Introducción

Las combinaciones de distintos materiales que resultan en productos superiores comenzaron en la antigüedad y han estado en continuo uso hasta la actualidad. En la historia temprana los ladrillos de adobe fueron reforzados con paja para construir casas; más recientemente el concreto fue reforzado con barras de acero (concreto reforzado) para construir edificios modernos y puentes, etc. Actualmente los materiales compuestos a base de una matriz reforzada con fibras son utilizados para construir estructuras de aeronaves.

Los materiales compuestos modernos le deben bastante a las combinaciones de fibra de vidrio con poliéster que se desarrollaron a partir de la década de los 40, al uso de la madera durante

los últimos siglos y a la naturaleza a lo largo de millones de años. Existen numerosos ejemplos de materiales compuestos en la naturaleza, como el bambú que es un compuesto filamentoso. A través de los años, la madera ha sido un compuesto natural comúnmente utilizado cuyas propiedades con y contra el grano varían significativamente. (Michael Chun-Yung Niu, 1992)

El desarrollo inicial de este nuevo tipo de materiales, nace de la creciente demanda que existía en la década de los 60, por parte de diferentes ramas industriales, como la aeronáutica, espacial, la energía, la construcción civil, etc.; en contar con materiales cada vez más rígidos, resistentes y ligeros. Estas demandas, que se exigían al comportamiento de los materiales, eran cada vez más extremas y variadas, por lo que ningún material convencional era capaz de satisfacerlas al mismo tiempo. Este hecho fue el que motivó el resurgimiento del concepto antiguo de combinar diferentes materiales en un material compuesto integral para satisfacer los requerimientos de los diferentes usuarios. Dos logros muy importantes en este sentido y que marcaron la rápida expansión de los materiales compuestos, fueron, por un lado, el desarrollo durante los primeros años de la década de los 60, de las fibras de carbono en el Reino Unido y por el otro lado el desarrollo de las fibras de boro en los Estados Unidos. (Ocampo, 2005)

1.5.2 Definición

Los materiales compuestos se obtienen al unir dos materiales para conseguir una combinación de propiedades que no es posible obtener en los materiales originales. Estos compuestos pueden seleccionarse para lograr combinaciones poco usuales de rigidez, resistencia, peso, rendimiento a altas temperaturas, resistencia a la corrosión, dureza o conductividad. (Donald R. Askeland, 2001)

Los materiales compuestos se definen como aquellos formados por al menos dos o más materiales que se mantienen distintos a nivel microscópico, en oposición a combinaciones homogéneas como los aluminios. Los elementos constituyentes son usualmente seleccionados de manera que el compuesto muestre las mejores características de cada uno. En la práctica, los materiales compuestos suelen consistir de un elemento suave, conocido como matriz o enlazador, y un material de refuerzo que incrementa la rigidez total del compuesto. Una gran cantidad de materiales encontrados en la naturaleza son de hecho compuestos. La madera,

compuesta de fibras de celulosa en una matriz de lignina, es probablemente el ejemplo mejor conocido, y muchos tejidos biológicos consisten de fibrillas de colágeno incrustadas en una matriz hidratada bastante suave. Los materiales compuestos artificiales también son comunes en aplicaciones ingenieriles. Ejemplos de materiales compuestos utilizados con aplicaciones industriales incluyen: concreto, gomas reforzadas con grafito para hacer llantas, y compuestos de fibra, los cuales posiblemente son la forma más utilizada de materiales compuestos. (Lopez Jimenez, 2011)

1.5.3 Clasificación

En los materiales compuestos, son importantes las propiedades y las fracciones volumétricas de cada fase individual. También es muy importante la conectividad de las fases. Por lo común la fase matriz es la fase continua y la otra fase se dice que es la fase dispersa. La conectividad se refiere a la forma en que dos o más fases están interconectadas en el material compuesto.

Los filamentos son como las fibras, aunque su tamaño es mucho más pequeño. La unión entre las partículas, filamentos o fibras y la matriz también es muy importante. En los materiales compuestos estructurales se usan moléculas poliméricas conocidas como “agentes de acoplamiento”. Estas moléculas forman enlaces con la fase dispersa y se integran también en la fase matriz continua.

Dependiendo de la forma en que los refuerzos y la matriz de los materiales se encuentran estructurados, los compuestos se pueden clasificar en tres categorías: con partículas, con fibras y laminados. (Figura 7).



Figura 7. Clasificación de los materiales compuestos. (Donald R. Askeland, 2001)

De acuerdo a Wang 2011, los materiales compuestos también se pueden clasificar según el tipo de material de la matriz.

- 1) Materiales compuestos de matriz metálica (MMC);
- 2) Materiales de matriz inorgánica no metálica;
- 3) Materiales compuestos de matriz polimérica (PMC).

El concreto, que es una mezcla de cemento y grava, es un compuesto *particulado*, pues es un material compuesto de partículas separadas en el cual tanto los agregados como la matriz son materiales cerámicos; la fibra de vidrio, que contiene fibras de vidrio incrustadas en un polímero, al igual que la madera, que puede considerarse como un material compuesto complejo, reforzado con fibras y formado de células poliméricas, tubulares y alineadas en una dirección dentro de una matriz polimérica, pueden clasificarse como compuestos *reforzados con fibras*; mientras que la madera contrachapada o triplay, que tiene capas alternas de chapa de madera, apiladas unas sobre otras con los granos entre capas adyacentes orientados a 90° entre sí, por lo general con un número impar de capas, es un compuesto *laminar*. Si las partículas de refuerzo están distribuidas uniformemente, los compuestos particulados tendrán propiedades isotrópicas; los compuestos con fibras pueden ser isotrópicos o anisotrópicos; los laminares siempre tienen un comportamiento anisotrópico. (Donald R. Askeland, 2001)

Como se puede observar en la Figura 8, la distinta composición de los materiales compuestos es fácilmente identificable a escala microscópica. Cada una de estas formas ofrece distintas ventajas, las cuales son aprovechadas en la aplicación para la que el material esté destinado.

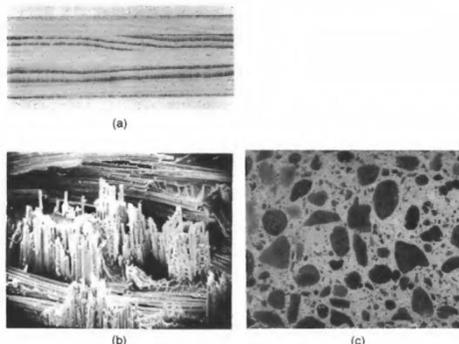


Figura 8. Ejemplos de materiales compuestos: **(a)** El triplay es un compuesto laminar de capas de chapas de madera. **(b)** La fibra de vidrio es un compuesto reforzado por fibra, que contiene largas fibras rígidas de vidrio en una matriz polimérica más blanda ($\times 175$). **(c)** El concreto es un compuesto particulado, que contiene arena gruesa o grava en una matriz de cemento (reducido 50%). (Donald R. Askeland, 2001)

En los siguientes apartados se dará una breve descripción sobre cada uno de los tres tipos de materiales compuestos, es decir, los particulados, con fibras y laminares.

1.5.4 Compuestos Particulados

De acuerdo a Jones 1999, los materiales particulados consisten de partículas de uno o más materiales suspendidos en una matriz de otro material. Las partículas pueden ser metálicas o no metálicas, de la misma manera en que la matriz puede serlo o no. De igual manera, Askeland 2012 menciona que están diseñados para producir combinaciones poco comunes, y no para mejorar la resistencia. Los compuestos particulados contienen grandes cantidades de partículas gruesas que no bloquean de manera eficiente la mezcla refractaria. En la Figura 9 se puede observar un ejemplo de la microestructura de un material particulado.

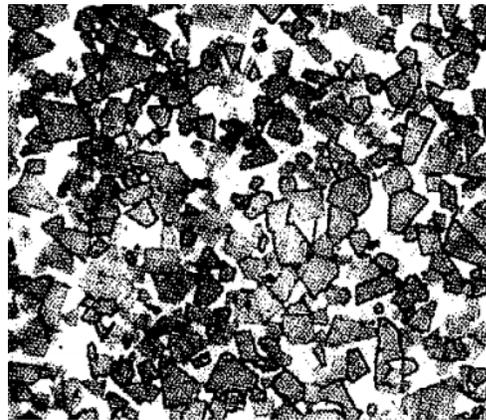


Figura 9. Microestructura del carburo de tungsteno, con un 20% de carburo de cobalto cementado (1300x).
(Donlad R. Askeland, 2012)

Existen algunos aspectos que deben ser mencionadas, entre las cuales se encuentran:

Regla de las mezclas. Ciertas propiedades del compuesto particulado dependen sólo de cantidades relativas y propiedades de los constituyentes individuales. La regla de las mezclas puede predecir estas reglas con exactitud.

$$\rho_c = \sum (f_i \rho_i) = f_1 \rho_1 + f_2 \rho_2 + \dots + f_n \rho_n \quad (1)$$

Carburos cementados. Contienen partículas cerámicas duras dispersas en una matriz metálica. Los insertos de carburo de tungsteno que se usan para herramientas de corte en operaciones de maquinado son comunes de este grupo.

Abrasivos. Los discos para rectificado y corte se elaboran partiendo de alúmina (Al_2O_3), del carburo de silicio (SiC) y del nitruro de boro cúbico (CBN). Para obtener tenacidad, las partículas abrasivas se unen mediante una matriz vítrea o polimérica.

Contactos eléctricos. Los materiales que se utilizan en contactos eléctricos de interruptores y relevadores deben tener una buena combinación de resistencia al desgaste y conductividad eléctrica, para evitar que los contactos se erosionen y se cause un mal contacto.

Polímeros. Numerosos polímeros ingenieriles, que contienen rellenos y extensores, son compuestos particulados. A fin de lograr que se requiera una cantidad más reducida del polímero, más costoso, se agregan extensores como carbonato de calcio ($CaCO_3$), esferas sólidas de vidrio y diversas arcillas. Es posible que los extensores hagan más rígido al polímero, incrementen la dureza y la resistencia al desgaste, incrementen la conductividad térmica, o bien, mejoren la resistencia a la termofluencia, aun cuando normalmente se reduce la resistencia y la ductilidad.

1.5.5 Compuestos reforzados con fibras

El autor Jones 1999 indica que las fibras largas en varias formas son inherentemente mucho más rígidas y fuertes que el mismo material entero. Obviamente, la geometría y composición física de una fibra son de alguna manera cruciales para la evaluación de su fuerza y deben de ser considerados en las aplicaciones estructurales. Más apropiadamente, la paradoja de una fibra que tiene propiedades diferentes a las de la forma entera se debe a la estructura más perfecta de una fibra. En las fibras, los cristales se alinean a lo largo del eje de la fibra. Además, hay menos defectos internos en las fibras que en el material entero.

Complementando esta idea, Askeland indica que la mayor parte de los compuestos reforzados con fibras producen mayor resistencia a la fatiga, mejor módulo de Young y una mejor relación entre resistencia y peso, al incorporar fibras resistentes, rígidas aunque frágiles, en una matriz más blanda y más dúctil. El material de la matriz transmite la fuerza a las fibras,

mismas que soportan la mayor parte de la fuerza aplicada. La matriz también proporciona protección para la superficie con fibras y reduce al mínimo la difusión de especies como el oxígeno o la humedad que pueden degradar las propiedades mecánicas de las fibras. La resistencia del compuesto puede resultar alta tanto a temperatura ambiente como a temperaturas elevadas. Las fibras de vidrio en una matriz polimérica producen fibra de vidrio para aplicaciones en transportes y naves aeroespaciales. A continuación se mencionan algunas de las características que se deben de tomar en cuenta al momento de diseñar un compuesto reforzado con fibras.

Regla de las mezclas. Así como en el caso de los compuestos particulados, esta regla dará siempre la densidad de compuestos reforzados con fibras. En la ecuación 2, los subíndices m y f se refieren a la matriz y a las fibras, respectivamente. Nótese que $f_m = 1 - f_f$.

$$\rho_c = f_m \rho_m + f_f \rho_f \quad (2)$$

Además, tal y como se muestra en las ecuaciones 3 y 4, la regla de las mezclas predice con exactitud las conductividades térmica (k) y eléctrica (σ) de los compuestos reforzados con fibras a lo largo de la dirección de las mismas, si éstas son continuas y unidireccionales.

$$k_c = f_m k_m + f_f k_f \quad (3)$$

$$\sigma_c = f_m \sigma_m + f_f \sigma_f \quad (4)$$

Longitud y diámetro de las fibras. Las fibras pueden ser cortas, largas o incluso continuas. A menudo sus dimensiones se caracterizan por una relación dimensional entre la longitud y el diámetro de la fibra. La resistencia del compuesto se mejora cuando la proporción dimensional es grande.

Cantidad de fibras. Una fracción volumétrica mayor de fibras incrementa la resistencia y la rigidez del compuesto, como se podría esperar a partir de la regla de las mezclas. La fracción volumétrica máxima es de aproximadamente 80%, más allá de la cual las fibras ya no pueden estar totalmente recubiertas o rodeadas por la matriz.

Orientación de las fibras. Las fibras de refuerzo pueden introducirse en la matriz con diversas orientaciones (Figura 10). Las fibras cortas de orientación aleatoria y con una pequeña proporción dimensional, el caso común es el de las fibras de vidrio, son fáciles de introducir en la matriz y le dan al compuesto un comportamiento relativamente isotrópico.

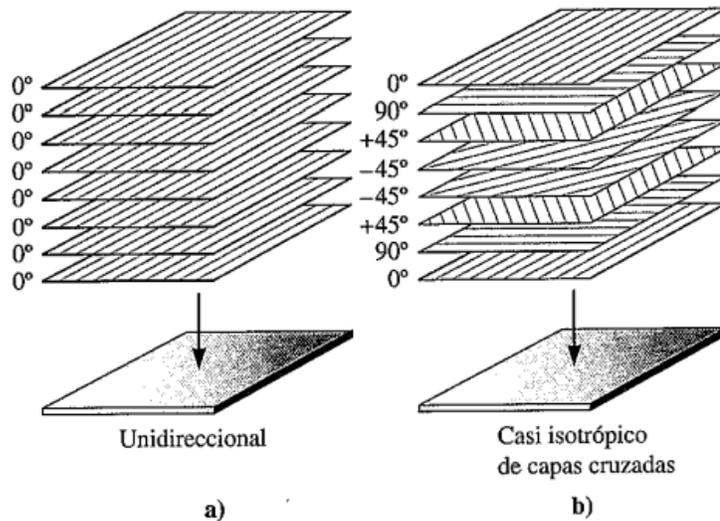


Figura 10. Cintas unidas con fibras alineadas para producir estructuras compuestas: (a) *Unidireccional de varias capas* (b) *Casi isotrópico con distintos ángulos*.

Compuestos avanzados. Es frecuente que se utilice este término cuando se pretende que el compuesto dé servicio en aplicaciones de importancia crítica, como sería la industria aeroespacial. Estos compuestos son, por lo general, compuestos de matriz polimérica reforzados con un polímero, metal o fibras cerámicas de alta resistencia.

1.5.6 Compuestos Laminados

Los materiales compuestos laminados consisten en capas de al menos dos materiales diferentes que están unidos entre sí. La laminación se utiliza para combinar los mejores aspectos de las capas constituyentes y el material de unión con el fin de conseguir un material más útil. Las propiedades que pueden ser enfatizadas por la laminación son: resistencia, rigidez, bajo peso, resistencia a la corrosión, resistencia al desgaste, belleza o atractivo, aislamiento térmico, aislamiento acústico, etc. (Jones, 1999)

De acuerdo a Askeland 2012, los compuestos laminares comprenden recubrimientos muy delgados, superficies protectoras más gruesas, revestimientos, chapados bimetálicos, laminados y todo un conjunto de otras aplicaciones. Además, también es posible considerar como parcialmente laminares a los compuestos reforzados con fibra producidos en forma de cintas o de tejidos.

- ❖ **Regla de las mezclas.** Algunas de las propiedades de los compuestos laminares paralelas a las laminillas se estiman a partir de esta regla. La densidad, la conductividad eléctrica y térmica, así como los módulos de elasticidad en dirección paralela a las laminillas se pueden calcular con un error insignificante, utilizando las fórmulas siguientes:

$$\text{Densidad} = \rho_{c,\parallel} = \sum (f_i \rho_i) \quad (5)$$

$$\text{Conductividad eléctrica} = \sigma_{c,\parallel} = \sum (f_i \sigma_i) \quad (6)$$

$$\text{Conductividad térmica} = k_{c,\parallel} = \sum (f_i k_i) \quad (7)$$

$$\text{Módulo de elasticidad} = E_{c,\parallel} = \sum (f_i E_i) \quad (8)$$

La cantidad de compuestos laminares es tan variada y sus aplicaciones y objetivos tan numerosos, que no es posible efectuar generalizaciones con respecto a su comportamiento.

- ❖ **Laminados.** Son capas de materiales unidas por un adhesivo orgánico. Se utilizan como aislamiento en motores, para engranes, tarjetas de circuitos, etc. Los microlaminados incluyen materiales compuestos formados por capas alternas de hojas de aluminio y de polímero reforzado con fibras. El laminado compuesto tiene una combinación poco común de resistencia, rigidez, resistencia a la corrosión y poco peso. En comparación con compuestos de matriz polimérica, los microlaminados tienen una buena resistencia a daños por descargas eléctricas (lo cual es importante en aplicaciones aeroespaciales), son fáciles de conformar, de maquinar y de reparar.

❖ **Estructuras tipo emparedado.** Los materiales tipo emparedado (o intercalado) tienen capas delgadas de material de recubrimiento unidas a un material de relleno ligero, como una espuma de polímero. Ni el relleno ni el material de recubrimiento son materiales rígidos o resistentes, pero el compuesto sí tiene ambas propiedades. Un ejemplo es cuando se produce un panel pegando una tira delgada de aluminio en lugares seleccionados. Las celdas del panel tienen una diversidad de formas hexagonales, cuadradas, rectangulares o senoidales y se pueden fabricar de aluminio. Las celdas del panel se pueden rellenar con espuma o fibra de vidrio para lograr una excelente absorción de sonidos y vibraciones. En la Figura 11 se muestra un método con el que se puede fabricar el panel.

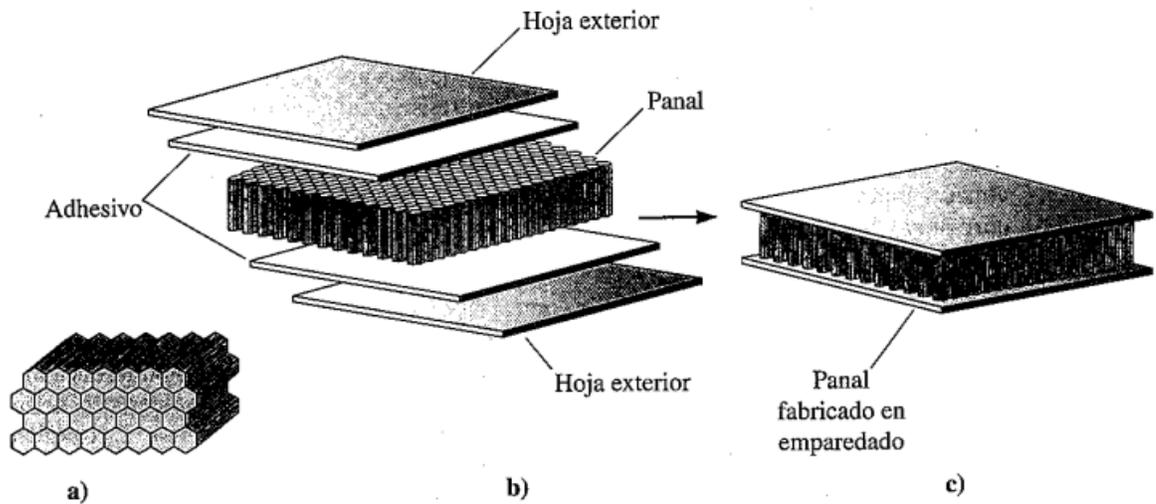


Figura 11. Cintas unidas con fibras alineadas para producir estructuras compuestas: (a) Núcleo en forma de panel de celdas hexagonales, (b) Unión de dos hojas mediante capas de adhesivo, (c) Estructura de emparedado excepcionalmente ligera, aunque rígida y fuerte. (Donlad R. Askeland, 2012)

1.5.7 Aplicaciones de los materiales compuestos

En años recientes los materiales compuestos estructurales, han asumido un rol importante en el mundo. La resistencia a la rotura, a la corrosión y al agua, junto al desarrollo de una tecnología avanzada, ha permitido crear una nueva industria, la de los materiales compuestos, con un creciente número de aplicaciones en distintos campos, aprovechando las propiedades de los materiales y substituyendo a materiales convencionales o posibilitando nuevas aplicaciones.

Aprovechando sus propiedades dieléctricas, bajo peso y gran resistencia se los encuentra en la industria de:

- ❖ Electricidad
- ❖ Cajas, postes y torres de distribución de energía
- ❖ Columnas de iluminación
- ❖ Llaves, gabinetes de motores
- ❖ Escaleras dieléctricas
- ❖ Aisladores orgánicos

Aprovechando su gran resistencia y bajo peso se lo encuentra en la industria de:

- ❖ Transporte en carrocerías
- ❖ Interiores de transportes colectivos
- ❖ Partes de automóviles
- ❖ Carrocerías frigoríficas

En la industria aeroespacial en:

- ❖ Fuselaje de aviones
- ❖ Interiores de aeronaves
- ❖ Antenas parabólicas
- ❖ Radares

En la industria de la construcción en:

- ❖ Fachadas de edificios
- ❖ Techos, pasamanos
- ❖ Puentes peatonales
- ❖ Perfiles de ventana
- ❖ Puertas
- ❖ Cañerías

(Siqueiros Hernández, 2013)

1.6 MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ POLIMÉRICA

1.6.1 Introducción

Como se mencionó en el capítulo anterior, un material compuesto es un sistema multifásico compuesto por material matricial y material de refuerzo. El material de la matriz es una fase continua, e incluye materiales compuestos de matriz metálica, materiales compuestos de matriz inorgánica no metálica y compuestos de matriz polimérica por los diferentes materiales de la matriz. El material de refuerzo está en una fase dispersa, generalmente son materiales fibrosos como la fibra de vidrio, la fibra orgánica y así sucesivamente.

El material compuesto de matriz polimérica es el que utiliza polímeros orgánicos como matriz y fibra como refuerzo. La resistencia y el módulo de la fibra son normalmente mucho más altos que el material de la matriz. Esto convierte a las fibras en el principal componente que resiste la carga aplicada. Sin embargo, debe haber un material de matriz con buenas propiedades de adhesión para unir las fibras firmemente. Al mismo tiempo, el material de la matriz puede servir para distribuir uniformemente la carga aplicada y transferir las cargas a la fibra. Además, algunas propiedades de los materiales compuestos dependen principalmente de las características del material de la matriz. Como resultado, en los materiales compuestos, el rendimiento de la fibra, la matriz y la interfaz entre ellos influyen directamente en el rendimiento de los materiales compuestos. (Wang, Zheng, & Zheng, 2011)

1.6.2 Características de los materiales compuestos de matriz polimérica

Por la clasificación de los materiales compuestos, se sabe que existe una amplia gama de materiales compuestos, por lo que los distintos tipos de materiales compuestos tienen diferentes características de rendimiento. Sin embargo, los materiales compuestos también tienen algunas características comunes. Los materiales compuestos de matriz polimérica, debido a sus características inherentes, se han convertido en los materiales compuestos de más rápido crecimiento y de mayor alcance.

De acuerdo a Morales Antigüedad 2008, uno de los factores críticos en las prestaciones de todas las matrices poliméricas es la máxima temperatura a la que pueden ser utilizadas en

condiciones de servicio. Este valor normalmente viene caracterizado por la temperatura de transición vítrea o por la temperatura de distorsión térmica (HDT). En la Tabla 2. se resumen las diferentes características de las matrices termoestables, que es el tipo de resina utilizada en proyectos de este tipo.

Tabla 2. Características de las matrices termoestables. (M. Antigüedad, 2008)

PROPIEDAD	MATRIZ				
	Poliéster insaturado	Resina Epoxi	Resina Fenólica	Resina Viniléster	Resina Polimida
Densidad (g/cm ³)	1.17 – 1.26	1.17 – 1.25	1.25 – 1.3	1.17 – 1.25	1.27 – 1.42
Alargamiento (%)	< 3	6 – 8	< 3	3.5 – 7	6 – 10
Fluencia	Muy baja				
Temperatura de Moldeo (°C)	T _{amb} hasta 180	T _{amb} hasta 170	150 – 190	T _{amb} hasta 175	≅ 350
Temperatura de Reblandecimiento	80 – 160	80 – 130	100 – 150	100 – 150	260
Propiedades reológicas	Muy buenas				Función de la resina
Calor de reacción	Reacción exotérmica dependiente de la geometría de la pieza.				
Contracción de fraguado (%)	6 – 10	1 – 3	0.5 – 1.5	0.1 – 1	0.5 – 0.7
Contracción posterior (%)	Hasta 3	Prácticamente ninguna	Hasta 0.4	Hasta 1	Casi ninguna
Resistente a:	Agua, soluciones acuosas, fuel, gasolina	Alcohol, gasolina, benzol, aceites y grasas	Alcohol, gasolina, benzol, aceites y grasas	37% Hcl, ClO ₂ , agua salina, alquitranes	
No resistente a:	Agua hirviendo, ácidos y lejías, benzol y alcohol	Agua hirviendo, ésteres, ácidos y bases, cetonas	Ácidos y bases concentradas	H ₂ SO ₄ al 75%, NaCl al 6%, NaOH al 15%, agua hirviendo	
Inflamabilidad	No auto-extinguible	Difícilmente inflamable, arde después	Difícilmente inflamable	No autoextinguible	

En comparación con materiales tradicionales como los metales, los compuestos de matriz polimérica tienen las siguientes características.

- ❖ **Fuerza específica y módulo específico altos.** Las ventajas principales de los materiales compuestos de matriz polimérica son su alta resistencia específica y su alto módulo específico. La resistencia específica es la relación entre la resistencia y la densidad y el módulo específico es la relación entre el módulo y la densidad, y las dimensiones o unidades son ambas longitudes. Bajo la premisa de la igualdad, son índices de medición de la capacidad de carga y de las propiedades de rigidez del material. Estas propiedades son muy importantes para que los materiales estructurales aeroespaciales trabajen en el aire o en el espacio. Como resultado de un módulo relativamente bajo y de una alta densidad de fibra de vidrio, el módulo específico de los compuestos de matriz de resina de fibra de vidrio es ligeramente inferior al de los materiales metálicos.

- ❖ **Buena resistencia a la fatiga y alta tolerancia al daño.** La interfaz entre la fibra y la matriz en los materiales compuestos puede prevenir la propagación de la grieta. La falla por fatiga siempre se inicia a partir de los eslabones débiles de la fibra. El crecimiento de grietas o daños continúa gradualmente durante mucho tiempo, por lo que hay un presagio importante antes de la destrucción final. A diferencia de los materiales tradicionales, el daño del material compuesto no se debe a la propagación inestable de la grieta principal y luego ocurre repentinamente, sino que experimenta el desarrollo de una serie de daños tales como el agrietamiento de la matriz, el despegue interfacial, la extracción de la fibra y la rotura o ruptura de la fibra.

- ❖ **Buenas características de amortiguación.** La frecuencia natural de vibración de la estructura forzada se relaciona con la forma de la propia estructura, así como es proporcional a la raíz cuadrada del módulo específico de los materiales estructurales. Por lo tanto, los materiales compuestos tienen una alta frecuencia natural, y no es fácil tener una resonancia en general. Al mismo tiempo, la interface entre la fibra y la matriz en materiales compuestos tiene una gran capacidad para absorber la energía vibratoria, lo que resulta en una alta amortiguación de las vibraciones de los materiales. Una vez que la vibración ocurre, puede ser detenida en poco tiempo.

❖ **Desempeño multifuncional.**

- 1) Alta resistencia instantánea a la temperatura y buena resistencia a la ablación. La conductividad térmica del FRP (plástico reforzado con fibra de vidrio) es sólo del 1% del metal. También se puede hacer en los materiales con alto calor específico, alto calor de fusión y alto calor de vaporización. Por lo tanto, el FRP puede ser utilizado como material protector resistente a la ablación para el cono de ojiva de misiles.
- 2) Rendimiento superior de aislamiento eléctrico y propiedades dieléctricas de alta frecuencia. El FRP es un material aislante superior en frecuencia de potencia. Además de las propiedades de aislamiento, el FRP también tiene buenas propiedades dieléctricas de alta frecuencia. Por lo tanto, puede utilizarse como material transparente a las ondas de alta frecuencia para el radomo.
- 3) Buena propiedad de fricción. La fibra de carbono tiene un bajo coeficiente de fricción y propiedades autolubricantes. Sus materiales compuestos tienen una buena resistencia a la fricción y propiedades antifricción.
- 4) Excelente resistencia a la corrosión química.
- 5) Propiedades ópticas, eléctricas y magnéticas especiales.

❖ **Buenas técnicas de procesamiento.**

- 1) La fibra, la matriz y otras materias primas pueden elegirse de acuerdo con las condiciones de uso y los requisitos de rendimiento del producto, es decir, se puede diseñar el material.
- 2) Los métodos de procesamiento de moldeo pueden ser elegidos de acuerdo con la forma, tamaño y número del producto.
- 3) El moldeo integrado puede reducir el número de piezas de montaje y así ahorrar tiempo, material y peso.

❖ **Anisotrópicos y propiedades de diseño.** Los materiales compuestos de fibra se caracterizan prominentemente por la anisotropía, que está relacionada con el diseño del rendimiento. Las propiedades mecánicas y físicas de los materiales compuestos de fibra están determinadas no sólo por el tipo de fibra y el tipo de resina y la fracción de volumen relativo, sino que también están estrechamente relacionadas con la dirección de los

materiales compuestos. disposición de las fibras, secuencia de apilamiento de las capas y número de capas. Por lo tanto, en base a la distribución de la carga y a los diferentes requerimientos de aplicación de la estructura de ingeniería, seleccionamos el material correspondiente y el diseño de las capas para cumplir con los requerimientos establecidos. Aprovechando esta característica, podemos conseguir el diseño óptimo de las piezas, para que sean seguras, fiables, económicas y razonables. Hay algunos defectos y problemas para los compuestos de matriz polimérica. En primer lugar, el grado de automatización y mecanización de los procesos es bajo. Además, la consistencia de las propiedades del material y la estabilidad de la calidad del producto son deficientes. Los métodos de control de calidad también son imperfectos. Además, las propiedades de resistencia a largo plazo a altas temperaturas y resistencia al envejecimiento son pobres y así sucesivamente. Estas cuestiones deben ser estudiadas y tratadas para promover el desarrollo de los materiales compuestos y producir una tecnología y unos materiales más maduros.

1.6.3 Fibras de refuerzo y sus tipos

De acuerdo a Morales Antigüedad 2008, es muy importante realizar una selección apropiada del tipo, la cantidad y la orientación de las fibras a la hora de fabricar un material compuesto, ya que estos aspectos influyen directamente en las características del material. Presentadas bajo la forma de filamentos, en mayor o menor tamaño, son las responsables de conferir las propiedades mecánicas interesantes al material. Entre sus principales características destacan sus buenas propiedades mecánicas (elevada resistencia a la tracción específica y elevado módulo específico), su ligereza, su resistencia térmica, su compatibilidad con las resinas, su dureza, su rigidez y su adaptabilidad al proceso de fabricación.

En la mayoría de los casos, el refuerzo representa entre el 30 y el 70% del volumen del material compuesto, dependiendo del tipo de refuerzo y del proceso de fabricación empleado. Los tipos de fibras de refuerzo se pueden clasificar según su origen, tal y como se muestra en la Tabla 3.

Tabla 3. Clasificación de fibras en función de su origen. (M. Antigüedad, 2008)

FIBRAS DE ORIGEN MINERAL	Fibras cerámicas (Carburo de silicio, Alúmina-Zircona, basalto, etc.)
	Fibras metálicas
	Fibras de origen inorgánico (Carbono, Vidrio, Boro)
FIBRAS DE ORIGEN ORGÁNICO	Aramida, Polietileno, etc.

Las fibras de más altas prestaciones, en cuanto a sus excelentes propiedades mecánicas, son la fibra de vidrio, la fibra de carbono y la fibra de aramida. Las fibras se pueden presentar de diferentes formas: bajo forma lineal, como fibra corta o larga; como conjunto superficial, en forma de tejido o Mat; como ensamblaje multidireccional o como whisker. Existe también la posibilidad de utilizar distintos tipos de fibra en el mismo material compuesto, dando lugar a los llamados “híbridos”, donde se conjugan las propiedades de las fibras de las que se parte. En la Tabla 4 se resumen las propiedades de distintos tipos de fibras.

Tabla 4. Características comparadas de los principales tipos de fibras utilizadas como refuerzo. (M. Antigüedad, 2008)

PROPIEDAD		CARACTERÍSTICAS					
		Precio (€/Kg)	Densidad (g/cm³)	Diám. (µm)	Mód. E (GPa)	Tensión máxima a tracción (MPa)	Resistencia a térmica (°C)
Sintéticas	Aramida	20 – 46	1.39 – 1.47	12	58 – 186	2800 – 3400	150 – 425
	Polietileno	20 – 46	0.97	27 – 38	87 – 172	2600 – 3300	> 100
Vidrio	Vidrio C	4 – 20	2.45	20	71	3100	750
	Vidrio E	1 – 4	2.6	8 – 20	72 – 73	3400 – 3500	840
	Vidrio R o S	8 – 46	2.5 – 2.53	10	86 – 87	4400 – 4600	970
Carbono	Carbono HT	25	1.75 – 1.83	7 – 8	228 – 238	2700 – 3500	Hasta 3000
	Carbono HS	36 – 46	1.78 – 1.83	5 – 7		3900 – 7000	
	Carbono HM	100	1.79 – 1.91	6.5 – 8		2000 – 3200	

1.6.3.1 Fibra de vidrio como refuerzo

La fibra de vidrio es el refuerzo más utilizado en la fabricación de materiales compuestos. El uso de estas fibras se encuentra bastante extendido en la realización de composites debido a la conjunción de diversas características, tales como un precio competitivo, disponibilidad, fácil manipulación y procesamiento, buena relación propiedad/coste, y una alta resistencia.

Las principales características de la fibra de vidrio son:

- ❖ Buena adherencia fibra-matriz.
- ❖ Resistencia mecánica específica muy alta.
- ❖ Buenas propiedades dieléctricas.
- ❖ Incombustibilidad.
- ❖ Estabilidad dimensional.
- ❖ Buena resistencia a los agentes químicos.

Existen diferentes tipos de fibra de vidrio que difieren básicamente en su composición química, presentando por lo tanto, diferentes propiedades. De todas ellas la fibra de vidrio más comúnmente empleada, es la conocida como vidrio-E, debido a su buena relación propiedades/precio. (M. Antigüedad, 2008)

- ❖ **Vidrio E (eléctrico)**: explotada en un principio únicamente para aplicaciones eléctricas, es la de más bajo coste.
- ❖ **Vidrio R (resistencia) o S (“strength”)**: tienen mayor resistencia que el tipo E. Se usan principalmente en el campo de la aviación, espacio y armamento.
- ❖ **Vidrio A (alto contenido en álcali)**: Menos resistentes mecánicamente que las anteriores.
- ❖ **Vidrio C (“chemical”)**: Se caracterizan por su buena resistencia química. Mecánicamente estarían entre las fibras A y E.
- ❖ **Vidrio D (dieléctrico)**: Gracias a sus propiedades dieléctricas se utilizan para materiales electrónicos en telecomunicaciones, como radares y ventanas electromagnéticas.
- ❖ **Vidrio B (Boro)**: De excelentes propiedades eléctricas y gran durabilidad, es borosilicato de calcio con bajo contenido en álcali.

- ❖ **Vidrio X:** Con base de Li_2O por su transparencia a los Rayos X. Es importante tener en cuenta la presentación industrial de la fibra de vidrio (Tabla 5), debido a que las propiedades de los materiales compuestos dependen básicamente de la relación volumétrica fibra/matriz y de la ordenación de las fibras en la matriz.

Tabla 5. Diferentes presentaciones de la fibra de vidrio (M. Antigüedad, 2008)

FIBRA DE VIDRIO	
Mat	Superficie, Hilos cortados o continuos
Roving	Directo, Ensamblado, Spum roving, Voluminizado, Texturizado
Tejido	Equilibrado, Orientado, Unidireccional
Hilos cortados	Refuerzo termoplástico, Refuerzo escayolas, usos varios
Varios	Fibra molida, Complejos Mat-Tejido

1.6.3.2 Fabricación de la fibra de vidrio

Son numerosos los procedimientos que conducen a la producción de fibras de vidrio pero, en general, el principio sobre el cual se basan es siempre el mismo (Figura 12): el estiramiento a muy alta temperatura, por tracción mecánica o por acción de fluidos en movimiento de una veta o vena de vidrio fundido y su inmediata solidificación.

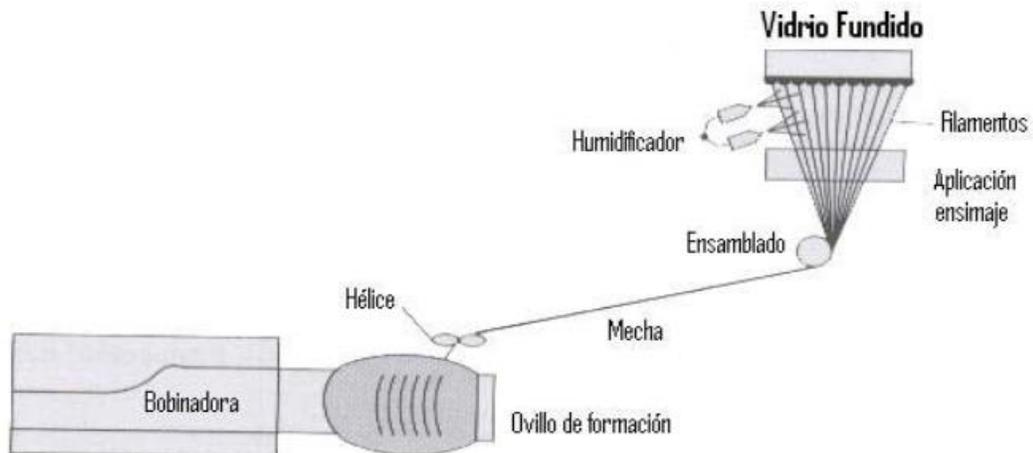


Figura 12. Principio de fabricación de la fibra de vidrio.(M. Antigüedad, 2008)

En todos los métodos de fabricación se distinguen las siguientes fases:

- 1) **Composición-Fusión:** Las materias primas, finamente molidas, se dosifican con precisión y se mezclan de forma homogénea. Esta mezcla se funde en un horno, que en el caso del vidrio E, es a una temperatura de 1550°C.
- 2) **Fibrado:** El vidrio fundido es distribuido por canales y alimenta, a unos 1250°C, a las hileras, que son baños de platino/rodio en forma prismática, y agujereados en su base. A la salida de la hilera, el vidrio se estira a gran velocidad y se enfría, primero por radiación y después por pulverización del agua.
- 3) **Ensimado:** Para corregir los defectos producidos sobre los filamentos durante el proceso, tales como la abrasión o los ataques del agua, es necesario revestir los filamentos con una fina película (ensimaje), constituida por una dispersión acuosa de diversos compuestos químicos, una vez salen de las hileras. El ensimaje es necesario, ya que sin él, el filamento no se adaptaría a los procesos de transformación.
- 4) **Bobinado:** El conjunto de filamentos se agrupa en una o varias unidades para dar lugar a productos finales (roving directo) o productos intermedios (ovillos), que se bobinan según diferentes formas y geometrías.
- 5) **Secado:** Los productos procedentes del bobinado se pasan por diferentes dispositivos de secado, con objeto de eliminar el exceso de agua que se había disuelto en el ensimaje.

1.6.3.3 Aplicaciones de la fibra de vidrio

Los compuestos reforzados con fibra de vidrio, tanto fibra continua como discontinua, han encontrado un gran número de aplicaciones, tanto de bajas prestaciones (en paneles de aviones), como en aplicaciones de altas prestaciones o estructurales (en lanzacohetes).

El material de refuerzo más usado en polímeros termoestables es la fibra de vidrio de los cuales, el 90% son de poliéster. Estas resinas de poliéster insaturado reforzadas con fibra de vidrio se utilizan para paneles de automóviles y para prótesis, para fabricación de botes pequeños y componentes de baño y para tuberías, tanques y conductos en los que se requiere una gran resistencia a la corrosión. El uso de estas resinas con refuerzo de fibra de vidrio ha

reemplazado a materiales como los termoplásticos de alta resistencia, madera, acero al carbono, vidrio y acrílico, lámina, cemento, yeso, etc. En cuanto a las aplicaciones en las industrias, las que más la utilizan son la automotriz, marina y la construcción.

La mayoría de los productos reforzados con fibra de vidrio se hacen con vidrio tipo E, que tiene buenas características eléctricas y mecánicas y alta resistencia térmica. Si se utiliza vidrio S se obtiene una tensión máxima un 30% más alta, así como un módulo elástico un 18% mayor. Sus usos más comunes son en suelos para aviones, palas de helicóptero, envases a presión y en la industria automovilística, donde está sustituyendo a los metales, logrando un sistema menor peso y el consiguiente ahorro de combustible.

A escala mundial, las aplicaciones de la fibra de vidrio como refuerzo son muy numerosas (Figura 13). La construcción y las obras públicas son los mayores campos de aplicación (31%), seguido del sector del transporte (26%). La aplicación de la fibra de vidrio en materiales eléctricos y electrónicos representa una media mundial del 15%, llegando en Asia a alcanzar en torno al 30%, debido a la fuerte industria de materiales electrónicos (placas de circuitos impresos). La industria naval, el ocio y los bienes de consumo representan una media mundial del 13% pero, gracias a la industria naval, mucho más desarrollada en América del Norte, este índice queda en torno del 20% en este continente. A equipos industriales y agrícolas corresponden el 10% del total, si bien esta aplicación es mayor en Europa (aproximadamente el 15%), debido al gran uso de sus materiales compuestos en tanques, silos, tuberías, etc.

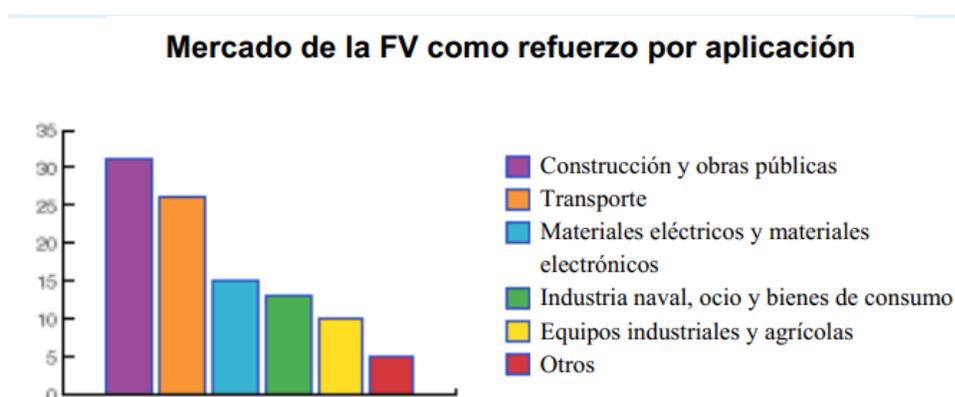


Figura 13. Mercado de la fibra de vidrio como refuerzo por aplicación.(M. Antigüedad, 2008)

De acuerdo con las estadísticas, el mercado mundial de refuerzos de fibra de vidrio fue de aproximadamente 2.5 millones de toneladas en el año 2000. De 1994 al 2000 este mercado tuvo una media de crecimiento anual de 5.7%, del 12.5% en 2005 y de hasta un 20% el estimado hasta 2010.

Como se observa en la Figura 14, los principales mercados geográficos de aplicación de la fibra de vidrio como refuerzo son América del Norte (47%), Europa (28%) y Asia (23%). Asia es considerada una región de rápido desarrollo porque, algunos países como Corea y China, también están entrando en el mercado con la construcción de fábricas de materiales para refuerzo, y porque otras regiones son ahora favorables para poder fabricar los equipos de telecomunicaciones, electrónicos y químicos (Tailandia, Indonesia, Malasia). Durante esos seis años (1994-2000), América del Norte vivió un crecimiento estable (4.5%) y en cuanto a la economía europea sufrió periódicamente subidas y bajadas ($\pm 6.5\%$).

Sin embargo, hay que destacar que en sectores como el automovilístico de competición o el deportivo, la fibra de carbono está desbancando a la fibra de vidrio, debido al peso más bajo de la fibra de carbono.

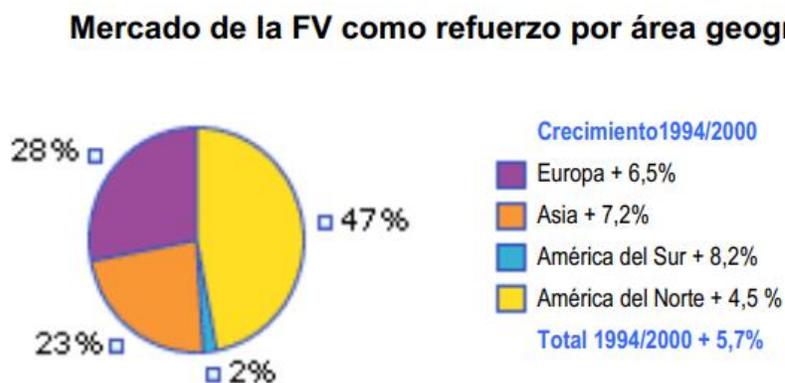


Figura 14. Mercado de la fibra de vidrio como refuerzo por área geográfica. (M. Antigüedad, 2008)

1.7 NANOFIBRAS Y NANOTUBOS DE CARBONO

1.7.1 Definición de nanofibras y nanotubos de carbono

De acuerdo a Morales Antigüedad (2008), el estudio de los materiales nanocarbonosos, nanotubos y nanofibras de carbono ha atraído una atención considerable en los últimos años debido a sus extraordinarias propiedades físicas y químicas, y a la gran amplitud y versatilidad de sus potenciales aplicaciones. Los filamentos de carbono son producidos desde hace tiempo como consecuencia de la interacción de diferentes catalizadores con hidrocarburos en fase gaseosa. Sin embargo, el interés sobre este tipo de materiales sufrió un considerable impulso a raíz del descubrimiento de los nanotubos de carbono de pared múltiple, MWNT, por Iijima en 1991 y de los nanotubos de carbono de pared simple, SWNT, en 1993. Desde entonces, y debido a las excelentes propiedades de estos materiales, los nanotubos y las nanofibras de carbono (CNF) son una de las áreas más activas de investigación en nanociencia y nanotecnología. Desde un punto de vista estructural, los filamentos nanocarbonosos se pueden clasificar como nanotubos y nanofibras de carbono.

Los nanotubos y nanofibras de carbono presentan propiedades morfológicas, mecánicas y electrónicas excepcionales, que permiten su aplicación en muchos campos que van desde una amplia gama de componentes electrónicos, al reforzamiento de materiales (conductividad eléctrica y resistencia mecánica), al almacenamiento de gases, sobre todo y de manera sobresaliente el hidrógeno y a la utilización como soportes catalíticos. (Maubert, Soto, León, & ..., 2009)

1.7.1.1 Nanotubos de carbono

Idealmente, los nanotubos pueden describirse como capas de grafeno enrolladas para formar cilindros, bien de pared simple, SWNT (Simple Wall Nanotubes), o bien de pared múltiple formando cilindros concéntricos, MWNT (Multi Wall Nanotubes).

El diámetro interno de los SWNT varía entre 0.4 y 2.4 nm y la longitud desde pocas micras a varios milímetros. Los MWNT pueden considerarse como SWNT concéntricos, de diámetro creciente, y dispuestos coaxialmente. El número de capas de los MWNT está entre 2 y 50, de forma que el diámetro externo de estos materiales puede alcanzar hasta más de 10 nm. La

distancia entre las paredes concéntricas es de aproximadamente 0.34 nm, similar a la distancia que existe entre las capas de una estructura tridimensional de grafito. En la Figura 15 se muestra la estructura de ambos tipos de nanotubos de carbono. (M. Antigüedad, 2008)

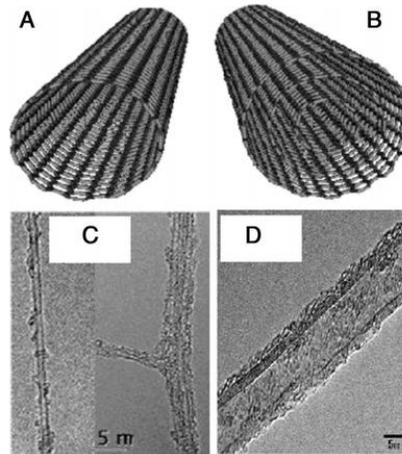


Figura 15. Estructura de los nanotubos de carbono: (a) *Pared simple* (b) *Pared múltiple*. Imágenes con TEM: (c) *Pared simple* (d) *Pared múltiple*. (Eatemadi et al., 2014)

De acuerdo a lo mencionado por Eatemadi (2014), dependiendo de la forma de envoltura de un cilindro, hay tres formas diferentes de SWCNTs, como el sillón (armchair), quiral (chiral) y zigzag (Figura 16). La estructura de un SWCNT está caracterizada por un par de índices (n, m) que describen el vector quiral y tienen un efecto directo en las propiedades eléctricas de los nanotubos. El número de vectores unitarios en la red cristalina de panal de abeja del grafito a lo largo de dos direcciones está determinado por los enteros n y m. Como una opinión común, cuando $m = 0$, los nanotubos se denominan nanotubos en zigzag; cuando $n = m$, los nanotubos se denominan nanotubos de sillón, y otros estados son llamados quirales.

El vector quiral $C = na_1 + ma_2$ (a_1 y a_2 son los vectores celulares base de grafito) también determina el diámetro del tubo d , y este vector averigua la dirección de enrollado de una hoja de grafito (Figura 16a). Por lo tanto, el diámetro de un tubo de carbono puede calcularse por

$$d = \frac{a\sqrt{m^2 + mn + n^2}}{\pi} \quad (9)$$

Donde $a = 1.42 \times \sqrt{3}$ corresponde a la constante de red en la lámina de grafito.

Cuando $n - m$ es un múltiplo de 3, entonces el nanotubo se describe como "nanotubo metálico" o altamente conductor, y si no, entonces el nanotubo es un semimetálico o semiconductor. En todo momento, la forma del sillón es metálica, mientras que otras formas pueden hacer del nanotubo un semiconductor. Muchos parámetros y vectores pueden tener un efecto sobre estructuras de nanotubos como las siguientes:

- 1) Vector traslacional = $T = t_1 a_1 + t_2 a_2$ " (t_1, t_2)
- 2) Vector quiral = $Ch = na_1 + ma_2$ " (n, m)
- 3) Longitud del vector quiral = $L = a \sqrt{(n^2 + m^2 + n * m)}$, donde a es la constante de la red
- 4) Ángulo quiral = $\cos\Theta = (2n + m)/(2 * \sqrt{(n^2 + m^2 + n * m)})$
- 5) Número de hexágonos en la celda de la unidad = $N = (2 * (n^2 + m^2 + n * m))/dR$
- 6) Diámetro = $dt = L/\pi$
- 7) Ángulo de rotación del vector de simetría = $\psi = 2\pi/N$ (en radianes)
- 8) Vector de simetría = $R = pa_1 + qa_2$ " (p, q)
- 9) Paso del vector de simetría = $\tau = ((m*p-n*q)*T)/N$

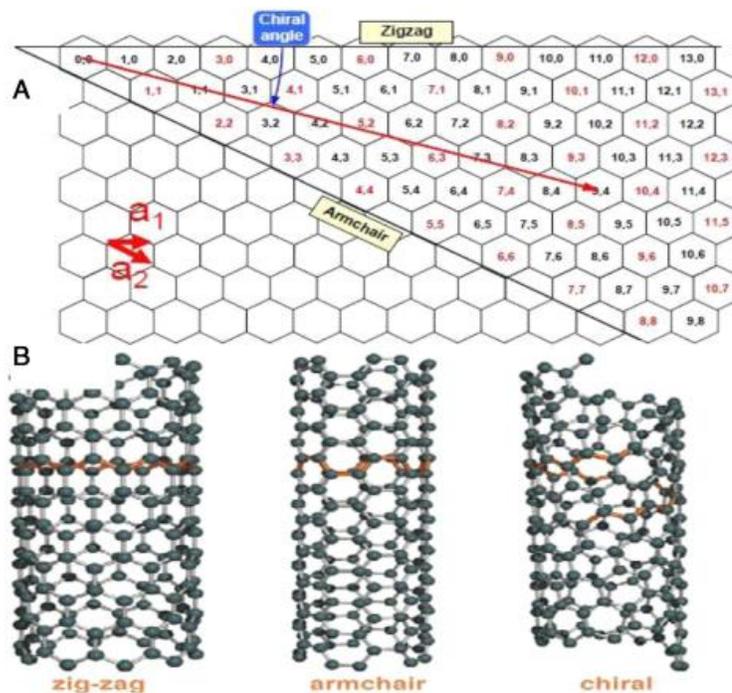


Figura 16. Distintas formas de SWNT's: (a) El vector quiral C también determina el diámetro del tubo (b) Modelos de tres estructuras SWCNT atómicamente perfectas. (Eatemadi et al., 2014)

Las diferencias principales entre los nanotubos monocapa y multicapa pueden ser observadas a mayor detalle mediante una tabla comparativa como la que se presenta a continuación.

Tabla 6. Comparación entre SWNT y MWNT. (Eatemadi et al., 2014)

SWNT	MWNT
Capa única de grafeno	Capas múltiples de grafeno.
Catalizador es requerido para la síntesis.	Puede ser producido sin catalizador.
La síntesis en bulto es difícil y requiere un control apropiado del crecimiento y de la condición atmosférica.	Síntesis de bulto es fácil.
La pureza es pobre.	La pureza es alta.
La posibilidad de defectos es mayor durante la funcionalización.	La posibilidad de defectos es menor pero una vez ocurrida es difícil de mejorar.
Menor acumulación en el cuerpo.	Mayor acumulación en el cuerpo.
Caracterización y evaluación son fáciles.	Tiene una estructura muy compleja.
Puede ser torcido fácilmente y es más apilable.	No puede ser torcido fácilmente.

Estos nanomateriales presentan buenas propiedades físicas como son su densidad, resistencia y conductividad térmica, que resultan interesantes en la creación de nuevos nano materiales. Por ejemplo, se han preparado materiales a base de MWCNT's y polímeros con aplicaciones muy diversas. (Andrade Guel, López López, & Sáenz Galindo, 2012)

De hecho, se podría decir que los NTC's representan uno de los mejores ejemplos de las nanoestructuras, derivadas del progreso de la síntesis química de nuevos materiales. Es importante destacar, que los NTC's poseen una composición química y configuración atómica sencilla. Sin embargo, dentro los nanomateriales conocidos hasta el momento, éstos exhiben, posiblemente, la más vasta diversidad y riqueza en relación a sus estructuras y propiedades intrínsecas. Esto quiere decir que existe un gran número de posibilidades en los tipos de moléculas de NTC's que pueden ser obtenidos, ya que cada NTC's puede presentar propiedades físicas distintas a las de otros NTC's preparados en condiciones diferentes. En este sentido, la síntesis controlada de nanotubos de carbono abre interesantes oportunidades en el campo de la nanotecnología, dado que es una forma de controlar también sus propiedades eléctricas y mecánicas. Por ejemplo, la funcionalización química de los NTC's permite su empleo como catalizadores, sensores moleculares y aun sirviendo como interfase en sistemas biológicos. (Maubert et al., 2009)

1.7.1.2 Nanofibras de carbono

Por otro lado, existen varios tipos de CNF, pudiéndose diferenciar en primer lugar entre nanofibras huecas y nanofibras sólidas o macizas. Existen tres tipos de CNF sólidas dependiendo de la disposición de las capas de grafeno que las constituyen, como puede ser observado en los modelos bidimensionales de la Figura 17.

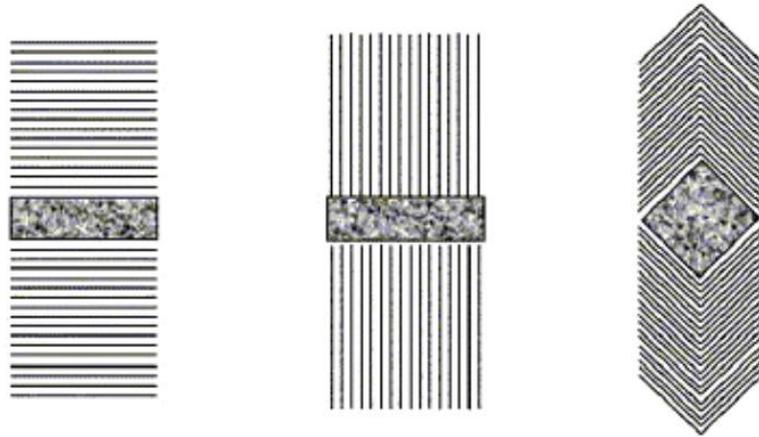


Figura 17. Disposiciones de las capas de grafeno en las nanofibras de carbono con respecto a la dirección longitudinal: perpendicular, paralela y oblicua. (M. Antigüedad, 2008)

Las nanofibras del primer tipo son denominadas de tipo “platelet”, “nanorods” o “nanowires”, las del segundo tipo se denominan de tipo “ribbon” o cinta, y las del tercer tipo son denominadas de tipo “fishbone”, “herringbone” o raspa de pescado. El diámetro de las nanofibras es generalmente superior al de los nanotubos y puede superar los 150 nm. En el caso de las CNF huecas la disposición de los planos basales o capas de grafeno puede ser cualquiera de las mostradas en la Figura 17, pero en este caso dejando un canal interno hueco, tal y como es mostrado en los modelos tridimensionales de la Figura 18.

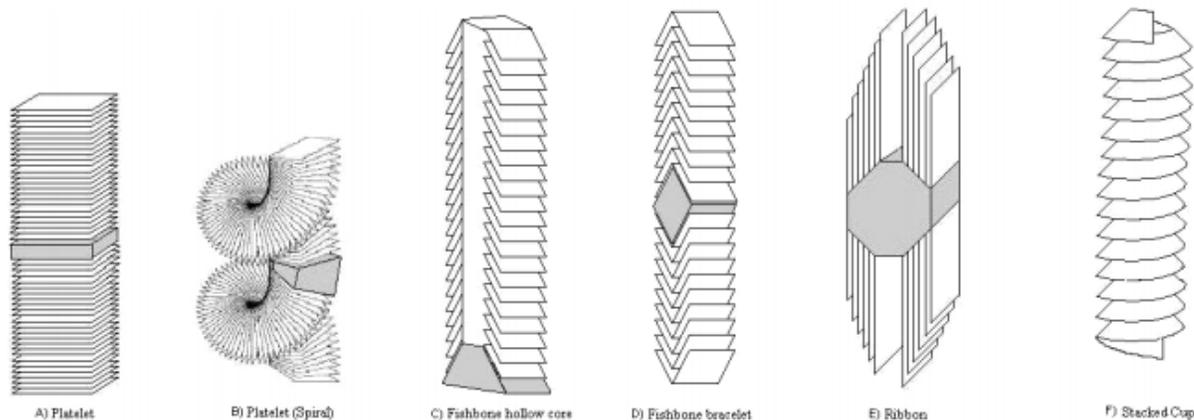


Figura 18. Modelos tridimensionales de las disposiciones de las capas de grafeno en las nanofibras de carbono huecas y sólidas. (M. Antigüedad, 2008)

1.7.2 Mecanismos de crecimiento de nanofibras y nanotubos de carbono

A pesar del intenso trabajo de investigación realizado en las dos últimas décadas con los nanotubos y nanofibras de carbono, aún existen varios aspectos básicos que no han sido aclarados. En particular, aún no están totalmente elucidados cuáles son todos los mecanismos físicoquímicos involucrados en los procesos de formación de las nanofibras y nanotubos de carbono. En la Figura 19 se muestra un esquema de las etapas consideradas habitualmente en el mecanismo de formación de las nanofibras de carbono. En dicho mecanismo, uno de los más aceptados, existe una primera etapa de adsorción y descomposición del hidrocarburo, o del monóxido de carbono, sobre la partícula metálica que actúa como catalizador (Fe, Co, Ni). Tras esta etapa, los átomos de carbono que quedan sobre la superficie del metal reaccionan con éste, formando un carburo superficial que es inestable en las condiciones de reacción y que se descompone rápidamente. Este proceso de segregación del carburo permite que el carbono se introduzca en el seno de la partícula metálica y difunda a través de ella o de su superficie. La fuerza impulsora de este proceso se ha atribuido al efecto de un gradiente de temperaturas en la partícula metálica o también al efecto de un gradiente de concentración en carbono en la misma. Finalmente, una vez que el carbono alcanza el exterior de la partícula precipita y sale de la misma formando los filamentos. Estos filamentos pueden ser sólidos o huecos. La presencia de un tipo de filamento u otro se ha adscrito al efecto del tamaño de partícula metálica, a su estado sólido y a la diferente interacción metal-soporte. (M. Antigüedad, 2008)

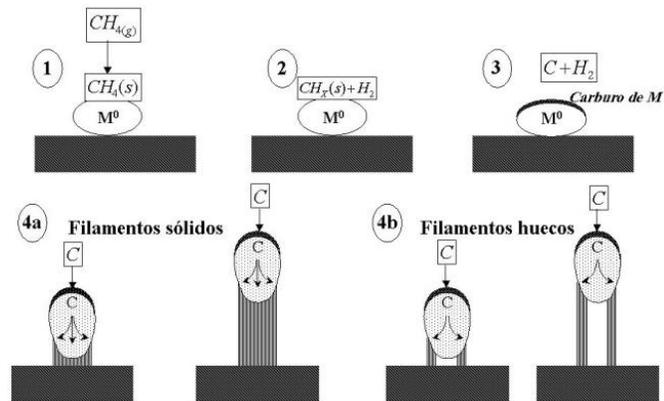


Figura 19. Mecanismos de crecimiento de nanofibras de carbono. (M. Antigüedad, 2008)

1.8 FABRICACIÓN DE MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ POLIMÉRICA

El proceso de fabricación de este tipo de materiales puede y debe concebirse como una única operación, dada la capacidad del material de adaptarse a formas complejas, formando conjuntos integrados. En algunos casos se exige una maquinaria desarrollada específicamente y en otros, en cambio, una adaptación de la ya existente. Las posibilidades de corrección de una pieza acabada (mecanizado, soldadura, etc.), manteniendo las características para las que ha sido concebida, es uno de los retos que, junto con el desarrollo de nuevos métodos de fabricación, materias primas, diseño, caracterización y durabilidad presentan los materiales compuestos. En la Figura 20 se muestra en resumen los procesos de fabricación de materiales compuestos de matriz polimérica.

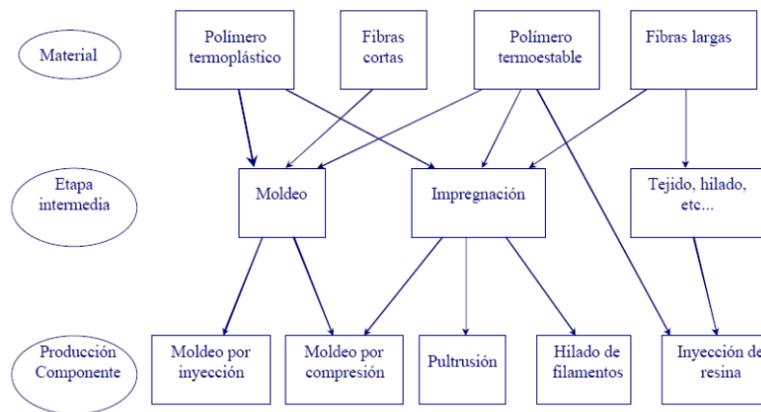


Figura 20. Resumen de los procesos de fabricación de materiales compuestos según los materiales de partida. (M. Antigüedad, 2008)

Los procesos de fabricación se pueden dividir en dos grandes grupos, los de molde abierto y los de molde cerrado

1.8.1 Procesos de molde abierto

El autor M. Antigüedad 2008, menciona que los métodos por los cuales pueden fabricarse materiales compuestos en molde abierto son los siguientes:

- ❖ **Método de contacto manual (“Hand lay-up”)**: Se colocan sobre el molde fieltros de fibra enrollada, mechas trenzadas y otros tejidos hechos de fibras y se impregnan con resina a brocha y pasando un rodillo. Se ponen capas hasta que se llegue al espesor de diseño. El moldeado cura sin calor ni presión (Figura 21).

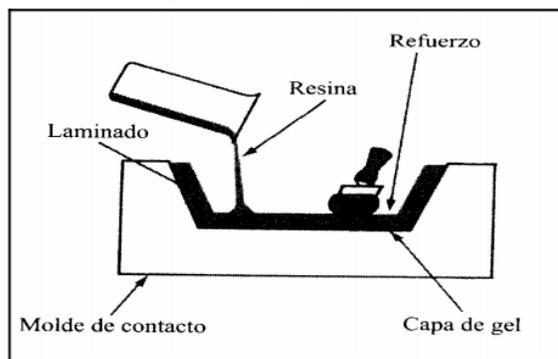


Figura 21. Método de impregnación manual. (M. Antigüedad, 2008)

- ❖ **Proyección (“Spray-up”)**: Se proyectan simultáneamente hilos cortados y resina a un molde preparado y se pasa el rodillo antes de que la resina cure (Figura 22).

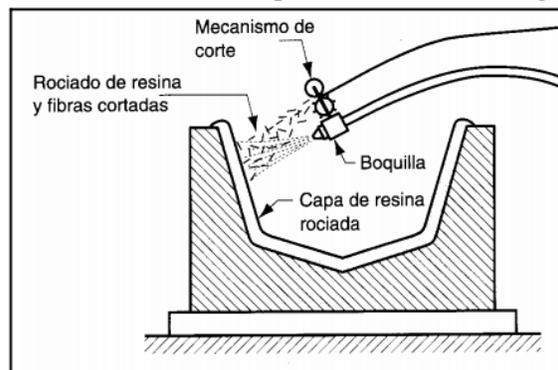


Figura 22. Método de proyección (Spray-up). (M. Antigüedad, 2008)

- ❖ **Bolsa de vacío, saco de presión, autoclave:** Se impregnan capas de fibras, normalmente hojas unidireccionales, con resinas y se curan parcialmente para formar un preimpregnado. Las hojas de preimpregnado se colocan en la superficie del molde en orientaciones determinadas, se cubren con un saco flexible, y se consolidan usando vacío o presión en autoclave a la temperatura de curado requerida (Figura 23).

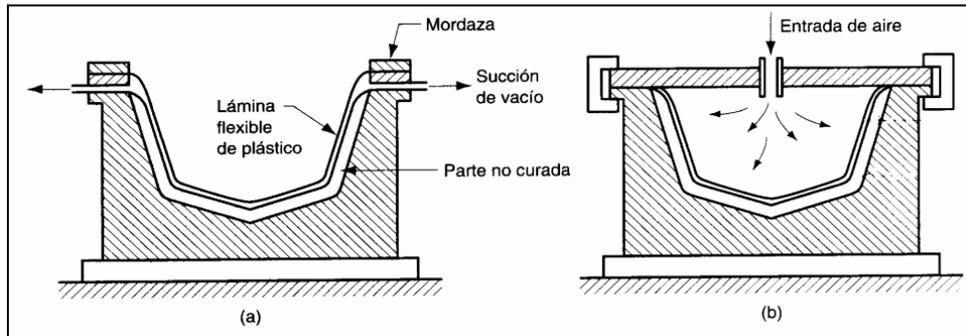


Figura 23. Procedimiento de moldeo con saco: (a) *Vacío* (b) *Autoclave*. (M. Antigüedad, 2008)

- ❖ **Enrollamientos de filamento (Filament winding):** Mechas o hilos continuos de fibra pasan sobre rodillos y guías hasta un baño de resina y son enrollados después, sobre un mandril (Figura 24).

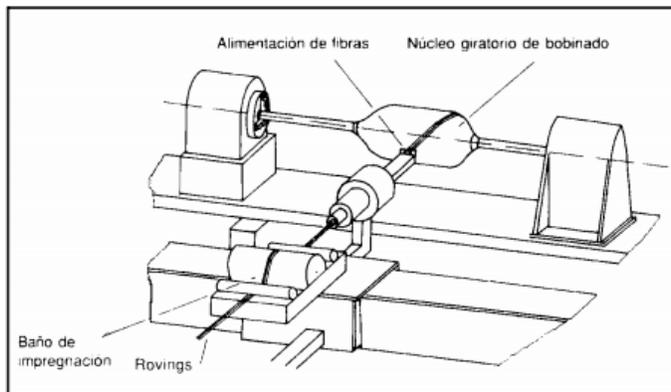


Figura 24. Enrollamiento de filamentos. (M. Antigüedad, 2008)

- ❖ **Moldeo de centrifugación:** Se introducen mezclas de fibras y resina en un molde rotatorio y se deja curar in situ.

1.8.2 Procesos de molde cerrado

La producción a través del molde cerrado es reconocida como un medio de fabricación de piezas de calidad superior al de molde abierto, principalmente debido a los acabados de ingeniería, excelente y suave en ambas caras.

1.8.2.1 Pultrusión

La Pultrusión es un proceso rentable y automatizado para fabricar de forma continua perfiles de corte transversal constantes (Figura 25). Aunque fue desarrollado a principios de los años 1950, la pultrusión se ha ganado una posición en el mercado y ahora es reconocido como uno de los métodos de producción de compuestos más versátil.

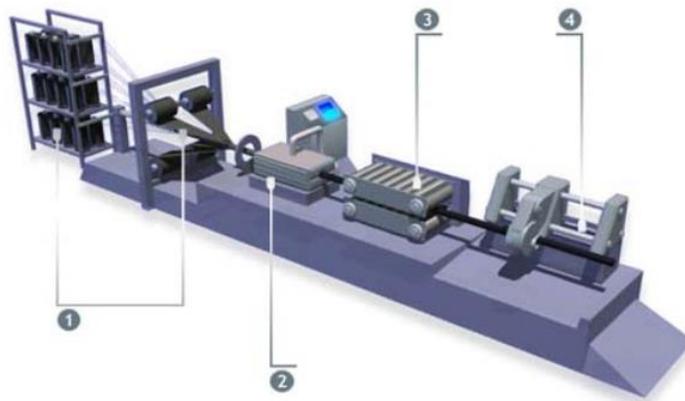


Figura 25. Maquinaria estándar de un proceso de Pultrusión. (M. Antigüedad, 2008)

El proceso comienza cuando se tira de las fibras de refuerzo, en forma de roving, tejido, mat, etc., que están colocadas en forma de bobinas al comienzo de la línea (1, de la Figura 25). El refuerzo se impregna de resina líquida al pasar a través de un baño o a través de una zona, donde la resina se proyecta con inyectores (1). Las bandas de refuerzos impregnadas pasan a través de una zona de conformado, donde son preformadas con la forma de la sección del molde. Una vez preformadas entran en el molde (2), que tiene la forma precisa de la sección que se pretende obtener, en donde a través de un proceso térmico y de presión se hace polimerizar la resina termoestable a través de una reacción altamente exotérmica, obteniéndose la forma final de la pieza. Una vez que el perfil sale del molde se le deja enfriar a

temperatura ambiente, mediante una corriente forzada de aire o mediante una corriente de agua, mientras es continuamente tirado mediante un mecanismo, que simultáneamente engancha y tira del perfil (3). El perfil sale del mecanismo de tirado y es cortado automáticamente a la longitud requerida mediante una cortadora (4).

Más del 90% de los productos fabricados mediante este proceso están formados por fibra de vidrio con poliéster. Cuando se requiere una alta resistencia a la corrosión se usan resinas de viniléster. Si lo que se requiere es un material que combine altas propiedades mecánicas y eléctricas se usan resinas de epoxi, y cuando se necesitan combinar una alta resistencia a la temperatura y altas propiedades mecánicas se usan las resinas epoxi combinadas con fibras de aramida y de carbono

1.8.2.2 Moldeo por Transferencia de Resina

El moldeo de materiales compuestos por transferencia de resina es un proceso en el que se inyecta la resina a presión en un molde en el que previamente se ha colocado el refuerzo seco. La principal diferencia con el resto de procesos es que la resina y el refuerzo entran en contacto por primera vez en el molde, en donde la resina fluye mojando el refuerzo. Posteriormente la resina cura y el producto es desmoldado.

Una de las principales ventajas de este proceso radica en la posibilidad de poder dirigir el refuerzo. Esto se traduce en la posibilidad de diseñar y producir materiales compuestos a medida, en función de las solicitaciones que vaya a sufrir. Esta posibilidad de orientación del refuerzo hace que sea una vía de obtención de materiales estructurales muy adecuada para piezas que son de difícil fabricación por otros métodos.

Las principales técnicas del moldeo por transferencia de resina son el “*Structural Reaction Injection Moulding*” (SRIM) y el “*Moldeo por Transferencia de Resina*” (RTM). La principal diferencia de estas dos técnicas de moldeo radica en la inyección de la resina. En el proceso RTM, la resina catalizada es inyectada en un molde cerrado en el que se encuentra el refuerzo y una vez lleno tiene lugar la polimerización a temperatura ambiente o por aporte de calor. Por el contrario, en el SRIM se parte de componentes disociados, que se introducen por separado en una cámara de inyección donde se produce la mezcla que posteriormente es inyectada en el

molde. La reacción de polimerización se produce al mismo tiempo, de forma que este proceso sólo tiene sentido cuando la reactividad de la mezcla proporciona ciclos cortos.

Posiblemente una de sus principales ventajas frente al resto de técnicas de fabricación de materiales compuestos sea la relativa separación de cada etapa, sobre todo entre el proceso de moldeo y el del diseño de la arquitectura de las fibras. Al tener la etapa de preformado separada de la de inyección y curado, nos permite crear materiales particularmente adaptados para cubrir perfiles de demanda específicos.

Por el contrario, deben mejorarse ciertos aspectos de esta técnica de fabricación, como puede ser la falta de una verdadera mecanización, ciclos de moldeo más cortos para competir con los del SMC o la implantación de tecnologías de preforma.

Las aplicaciones de los materiales compuestos fabricados por RTM son variadas. Se encuentran piezas de RTM en náutica, turbinas eólicas, automoción y mobiliario urbano, entre otras (Figura 26).



Figura 26. Aplicaciones de materiales compuestos fabricados por RTM. (M. Antigüedad, 2008)

1.9 FABRICACIÓN DE NANOTUBOS Y NANOFIBRAS DE CARBONO

Como se mencionó en el apartado 1.7, las nanofibras de carbono son producidas a partir de la descomposición de hidrocarburos gaseosos sobre partículas catalíticas metálicas. Se trata de un proceso de producción muy diferente al de las fibras de carbono convencionales, donde se parte de un material precursor, bien de origen polimérico o bien a partir de breas, hilado de forma que son obtenidas fibras continuas, las cuales son posteriormente sometidas a diferentes tipos de tratamientos térmicos secuenciales. Además, las fibras de carbono utilizadas como refuerzo en materiales compuestos suelen ser sometidas, después de su fabricación, a un tratamiento superficial que facilitará su incorporación a la matriz del material compuesto. Posteriormente, suele ser aplicado un ensimaje polimérico a la fibra de carbono, con el fin de proteger el estado de su superficie y de evitar la formación de grietas superficiales que pudiesen suponer un empeoramiento de sus propiedades mecánicas.

En el caso de los nanotubos de carbono, los métodos de síntesis son básicamente tres: descarga en arco eléctrico, ablación láser y deposición química en fase vapor, si bien están siendo investigadas otras técnicas de síntesis de nanotubos de carbono más económicas, aunque sus resultados no están tan contrastados, como en el caso de estas tres técnicas principales. (M. Antigüedad, 2008)

1.9.1 Fabricación de nanofibras de carbono

1.9.1.1 Fabricación de nanofibras de carbono en fase vapor sobre sustrato

Como ha sido comentado anteriormente, las nanofibras de carbono, al igual que los nanotubos de carbono, pueden ser fabricadas por CVD sobre un sustrato, donde son depositadas las partículas precursoras de los mismos. Dicho proceso de producción es discontinuo, ya que es necesaria la separación posterior de las nanofibras producidas del sustrato. Sin embargo, en el caso de la técnica del catalizador flotante, las materias primas y las nanofibras de carbono producidas son introducidas en el horno y recogidas a la salida de forma continua, tratándose por tanto de una técnica de aplicación industrial más inmediata, si bien la empresa estadounidense Hyperion Catalysis International, Inc. ha desarrollado su tecnología de fabricación industrial de nanotubos de carbono a partir de esta técnica, impregnando partículas

de alúmina en disoluciones con contenido en partículas catalíticas metálicas. Sus primeros trabajos datan de finales de la década de los años ochenta.

Este método consta esencialmente de tres etapas en serie. La primera etapa consiste en la reducción del catalizador a su estado elemental, que es la forma activa a partir de la cual crecen los filamentos. Este catalizador es sembrado previamente sobre el substrato en forma de nitrato, carbonato o algún compuesto organometálico, para posteriormente hacerle pasar una corriente reductora de H₂. Después de la etapa de reducción se cambia la corriente de H₂ que entra al reactor por una mezcla de la fuente de carbono (un hidrocarburo o un CO) y H₂ y se incrementa la temperatura a la que se desean formar los filamentos (entre 500 y 1100°C). A partir de este momento comienza la nucleación y crecimiento de la fibra, a medida que la fuente de carbono se va descomponiendo y difundiendo a través del catalizador. La orientación de la “alfombra” de fibra formada está influenciada por la gravedad y por el sentido del flujo a través del lecho. La velocidad de crecimiento de las fibras puede ser de varios milímetros por minuto. Si se desea engrosar el filamento catalítico para la producción de VGCF micrométrica, existe una tercera y última etapa donde se corta el flujo de hidrógeno y se mantiene el de la fuente carbonosa. A partir de este momento comienza el engrosamiento pirolítico de las fibras ya formadas (ya que el H₂ inhibe parcialmente la formación de CVD), depositándose carbono sobre las paredes de los filamentos y aumentando su diámetro hasta decenas de micras si fuera necesario.

La longitud y el grosor de los filamentos se controlan seleccionando los tiempos de la segunda y de la tercera etapa, respectivamente. Otro parámetro muy importante que afecta en gran medida a la morfología de los filamentos es la temperatura del reactor. Si la temperatura es baja la cinética de generación de los nanofilamentos es muy lenta, aunque es beneficioso porque la formación de hollín es inexistente. En cambio, si la temperatura es alta se incrementa la cinética de formación de los filamentos, pero al mismo tiempo se puede descontrollar la deposición de carbono amorfo (CVD) sobre los filamentos, lo que puede engrosar su diámetro hasta el orden de micrómetros.

El flujo de gas, el metal usado como catalizador (Fe, Co, Ni, Cu, Pt...), así como su estado original (nitrato, carbonato, organometálico, etc.) y el modo en cómo se dispersa el catalizador

en el sustrato (tamaño de la partícula catalítica), también afectan al producto final que se forma en el sustrato.

La limitación más importante de este método es la imposibilidad de desarrollarlo industrialmente a precios competitivos, ya que se trata de un proceso discontinuo y de producciones muy limitadas. Las principales ventajas son la versatilidad y el control de los diferentes parámetros que afectan al crecimiento de la fibra.

1.9.1.2 Fabricación de nanofibras de carbono en fase vapor por la técnica del catalizador flotante

La segunda variante con que cuenta la tecnología de producción de las nanofibras de carbono consiste en la técnica del catalizador flotante. En este método, los compuestos generadores de partículas catalíticas metálicas y los gases de reacción son introducidos de manera continua en la cámara de reacción, de tal manera que los catalizadores van fluyendo por el volumen del horno dando lugar al crecimiento de nanofibras de carbono a partir de los gases. Así, cuando alcanzan el colector a la salida del horno se han producido nanofibras de carbono de unos 20-200 μm de longitud y con diámetros comprendidos entre varias decenas y varias centenas de nanómetros.

Con este método se consigue un proceso continuo de fabricación de nanofibras de carbono, que en cantidades masivas presentan a simple vista el mismo aspecto que el negro de carbono o que la fibra de carbono comercial molida, es decir, de un material pulverulento negro muy fino y con una densidad aparente muy baja. La calidad estructural de las nanofibras de carbono es inferior a la de los nanotubos, pues mientras estos últimos presentan los planos basales muy bien ordenados, las nanofibras crecidas mediante la técnica del catalizador flotante muestran una estructura más irregular, los planos basales más desordenados, así como una mayor proporción de carbono amorfo y pirolítico. No obstante, la facilidad de producción en continuo de las nanofibras por la técnica del catalizador flotante, frente al método discontinuo del catalizador soportado en sustrato fijo, hace que el precio de este tipo de nanofibras sea sensiblemente inferior para aplicaciones que admiten las imperfecciones estructurales intrínsecas a este método de fabricación.

El proceso de producción de nanofibras de carbono en fase vapor por la técnica del catalizador flotante es llevado a cabo generalmente a temperaturas comprendidas entre 800 y 1200°C, más altas que en el método del sustrato, para que la cinética y los rendimientos sean adecuados, al ser el tiempo de residencia mucho menor. Los materiales de partida son una fuente gaseosa de carbono (hidrocarburos o monóxido de carbono), en presencia de partículas catalíticas metálicas no soportadas por algún tipo de sustrato. Dichas partículas catalíticas son elementos del grupo VIII de la tabla periódica (Fe, Ni, Co) o aleaciones de los mismos. Estas partículas metálicas catalizan el crecimiento de un filamento primario que posteriormente es engrosado por la deposición de carbono de origen pirolítico.

El principal inconveniente de este proceso respecto al del sustrato es la dificultad de controlar las distintas variables. El tiempo de residencia de los filamentos dentro del reactor es muy pequeño, siendo la cinética muy alta. Obtener el producto deseado con un rendimiento y selectividad elevados requiere un alto grado de desarrollo en investigación. Así como el método del sustrato está bastante bien estudiado, el método del catalizador flotante tiene todavía muchos aspectos por investigar. La influencia en el producto final de todas las variables que intervienen en el proceso no está del todo esclarecida. Por otro lado, si el tiempo de residencia o la cantidad de catalizador no está del todo optimizado es posible que se formen fibras secundarias sobre fibras primarias ya formadas. Tanto las fibras primarias y secundarias como las partículas adheridas pueden ser recubiertas por una capa de carbón amorfo durante el proceso de producción. (M. Antigüedad, 2008)

1.9.1.3 Post-tratamientos de nanofibras de carbono

Antes de que la fibra de vidrio o las fibras de carbono convencionales encontraran aplicaciones adecuadas como materiales estructurales de refuerzo, se hicieron unos esfuerzos considerables para investigar cómo se podía llevar a cabo una modificación de su superficie que incrementara su adherencia con cada una de las matrices a reforzar y que permitiera por otra parte su manipulación sin alterar sus propiedades superficiales.

De igual forma, una vez que los filamentos de carbono son producidos, deben ser sometidos a tratamientos posteriores de purificación, funcionalización o activación química para modificar su superficie de acuerdo con los requerimientos para sus aplicaciones industriales. Según la

aplicación que se pretenda (refuerzo en materiales compuestos con matrices termoestables o termoplásticas, polímeros conductores, supercondensadores, baterías ión-litio, etc.) será necesario un tratamiento u otro. (M. Antigüedad, 2008)

1.9.1.4 Aplicaciones de las nanofibras de carbono

Cada uno de los tipos de filamentos de carbono tiene unas aplicaciones específicas que son conferidas por su morfología. Los filamentos de carbono de estructura gráfica (SWNT, MWNT, CNF) comparten muchos campos de aplicación, mientras que las VGCF tienen un campo de aplicación algo más reducido. Este apartado se centra en las aplicaciones presentes y futuras de las CNF.

Existen una serie de aplicaciones para las cuales el único requerimiento añadido del material, una vez producido, es un proceso de limpieza y funcionalización, ya que sobre las nanofibras se deposita un recubrimiento muy fino de compuestos policíclicos aromáticos condensados durante el proceso de producción. Esta deposición tiene lugar durante el proceso de enfriamiento del gas que acompaña a las nanofibras en el sistema de recogida de producto.

Tales aplicaciones son principalmente las relacionadas con la introducción de las CNF en matrices poliméricas, debido a la capacidad de las nanofibras de impartir propiedades térmicas y eléctricas, a la actuación de las nanofibras como moderadoras del coeficiente de expansión térmica, y a la capacidad de reforzar una determinada matriz. En la Tabla 7 se resumen las principales propiedades conseguidas y mejoradas en materiales compuestos de matriz polimérica utilizando CNF, así como los sectores industriales que podrían estar interesados en el desarrollo de dichos materiales compuestos.

Tabla 7. Aplicaciones representativas de un radar aéreo. (M. Antigüedad, 2008)

PROPIEDADES DE LOS NANOCOMPOSITES	SECTOR INDUSTRIAL
Incremento de rigidez a baja densidad.	Automóvil, aeronáutico, doméstico, deportivo, defensa, marina.
Incremento de resistencia a tracción a baja densidad.	Automóvil, aeronáutico, doméstico, deportivo, defensa, marina.
Incremento de la temperatura de distorsión térmica a baja densidad.	Automóvil, aeronáutico, doméstico, electrónico, industria de componentes de procesos industriales.

Estabilidad dimensional a cargas bajas.	Automóvil, aeronáutico, eléctrico.
Apantallamiento electromagnético con cargas, densidades y precios bajos.	Eléctrico, automóvil, aeronáutico, defensa, telecomunicaciones.
Reciclabilidad mejorada (cargas bajas, sin fibra de vidrio ni carbonatos).	Todos
Miniaturización (micromoldeado).	Eléctrico, médico, defensa, equipos de precisión.
Materiales con propiedades de transporte térmico diferentes a las de los materiales convencionales.	Eléctrico, doméstico, piezas sometidas a rozamiento.
Resistencia al desgaste.	Transporte, maquinaria industrial.
Absorción de ondas de radar.	Defensa, turbinas de energía eólica.
Propiedades eléctricas a cargas bajas (pintado electrostático, disipación de cargas estáticas).	Automóvil, aeronáutico, doméstico, electrónico.
Mejora de la calidad superficial en comparación con polímeros tradicionales.	Automóvil, marina, doméstico, muebles.
Mejora de la eficiencia en RTM.	Aeronáutica, energía eólica, defensa.
Reducción del desgaste de equipos de procesado.	Procesadores de polímeros.

Existen otra serie de aplicaciones, relacionadas principalmente con el sector del almacenamiento de energía, que requieren de post-tratamientos más complejos para adecuar las nanofibras de carbono.

1.9.2 Fabricación de nanotubos de carbono

1.9.2.1 Descarga en arco eléctrico

El método de descarga de arco de carbón, utilizado por primera vez para la creación de fullereno C₆₀, es uno de los más comunes y más utilizados para crear nanotubos, porque es simple. Sin embargo, la técnica crea una mezcla complicada de componentes. Además, también requiere purificación para aislar el nanotubo del hollín y del metal catalítico residual que sale en el producto no pulido.

El método genera nanotubos a través de la vaporización de arco de dos varillas de carbón colocadas de extremo a extremo en un lugar que está lleno de baja presión y gas inerte. La descarga evapora la superficie de uno de los electrodos de carbón y crea un depósito en forma

de varilla de estaño en el electrodo de oposición. La producción de nanotubos en grandes cantidades se basa en la uniformidad del arco de plasma, y de la temperatura del depósito creciendo en el electrodo de carbono. (Azonano, 2018)

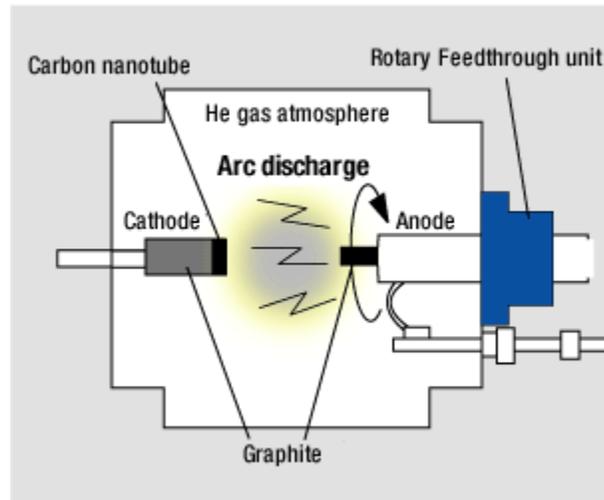


Figura 27. Diagrama de proceso para el método de síntesis por arco eléctrico. (Azonano, 2018)

La técnica de descarga de arco utiliza temperaturas más altas (por encima de los $1,700^{\circ}\text{C}$) para la síntesis de CNT que típicamente causa la expansión de CNTs con menos defectos estructurales en comparación con otros métodos. Los métodos más utilizados utilizan la descarga de arco entre electrodos de grafito de alta pureza (6 a 10 mm de densidad óptica (OD)), por lo general electrodos refrigerados por agua con diámetros entre 6 y 1.5 mm. 12 mm y separados de 1 a 2 mm en una cámara rellena con helio (500 torr) a presión subatmosférica (el helio puede ser reemplazado por una atmósfera de hidrógeno o metano). La cámara contiene un cátodo de grafito y ánodos, así como moléculas de carbono evaporadas y alguna cantidad de partículas de catalizador metálico (como el cobalto, níquel y/o hierro). La corriente continua pasa a través del camber (proceso de arco), y la cámara se presuriza y es calentado a aproximadamente 4.000 K.

El núcleo interno, el hollín del cátodo y el hollín de la cámara, que son oscuros y blandos, producen nanotubos de carbono de una o varias paredes y partículas de grafeno poliédrico anidadas. (Eatemadi et al., 2014)

1.9.2.2 Método por ablación láser

Los nanotubos de carbono fueron creados por primera vez en 1996, con un láser de doble pulso y produjeron una pureza de >70% de peso. La vaporización láser preparó una gran cantidad de varilla de grafito con una mezcla de catalizador 50:50 de Níquel y Cobalto a 1200°C en argón fluido. Posteriormente se continuó con un tratamiento térmico en vacío a 1000°C para erradicar el C60 y otros fullerenos. El primer pulso de vaporización láser fue arrastrado por un pulso exitoso, para vaporizar el objetivo más consistentemente. (Azonano, 2018)

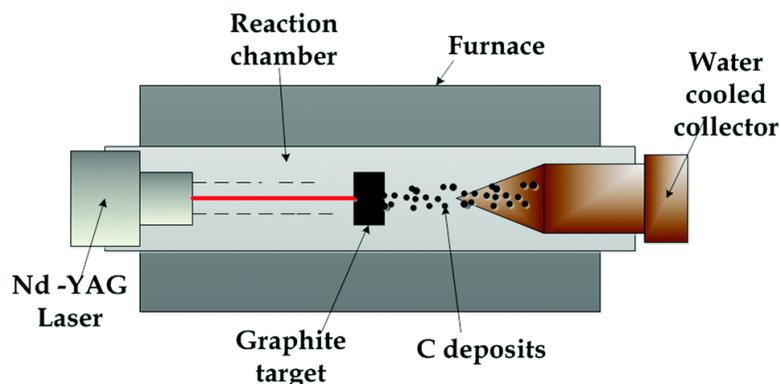


Figura 28. Diagrama de proceso para el método por ablación láser. (Azonano, 2018)

El método de ablación láser podría ser descrito de la siguiente manera: mediante el uso de la vaporización láser de alta potencia (tipo YAG), un tubo de cuarzo que contiene un bloque de grafito puro es calentado en el interior de un horno a $1.200 \pm C^{\circ}$, en una atmósfera Ar. El objetivo del uso del láser es vaporizar el grafito dentro del cuarzo. Como se ha descrito sobre la síntesis de SWNT utilizando el método de descarga de arco, para generar SWNTs es necesario utilizar la técnica láser añadiendo partículas metálicas como catalizadores a los objetivos de grafito. Los estudios han demostrado que el diámetro de los nanotubos depende de la potencia del láser. Cuando el láser la potencia del pulso aumenta, el diámetro de los tubos se hace más delgado. Otros estudios han indicado (subpicosegundo) son potenciales y capaces de crear grandes cantidades de SWNTs. Algunos autores han revelado que ahora es prometedor crear hasta 1.5 g/h de material de nanotubos utilizando la técnica láser.

Este método tiene potencial para la producción de SWNTs de alta pureza y de alta calidad. Los principios y mecanismos del método de ablación láser son similares a la técnica de descarga de arco, pero en este método, se suministra la energía necesaria a través de un láser que golpea un catalizador de retención de pellets de grafito puro (frecuentemente cobalto o níquel). Las principales ventajas de esta técnica consisten en un rendimiento relativamente alto y unas impurezas metálicas relativamente bajas, ya que los átomos metálicos implicados tienden a evaporarse desde el extremo del tubo una vez cerrado. Por otro lado, la principal desventaja es que los nanotubos obtenidos con esta técnica no son necesariamente uniformemente rectos, sino que contienen alguna ramificación.

Desafortunadamente, el método de ablación con láser no es tan económico porque el procedimiento abarca barras de grafito de alta pureza, las potencias de láser requeridas son grandes (en algunos casos se requieren dos rayos láser) y la cantidad de nanotubos que se pueden sintetizar por día no es tan alta como con la técnica de descarga de arco. (Eatemadi et al., 2014)

1.9.2.3 Método de deposición química por vapor

Existen muchos tipos diferentes de CVD, como la deposición química catalítica de vapor (CCVD), ya sea CVD asistida por calor o por plasma (PE), CVD asistida por agua, plasma de microondas (MPECVD), CVD por radiofrecuencia (RF-CVD) o filamento caliente (HFCVD). Pero la deposición química catalítica de vapor (CCVD) es actualmente la técnica estándar para la síntesis de nanotubos de carbono.

A todos los efectos, los tubos se perforan en silicona y también se implantan con nanopartículas de hierro en el fondo. Después de eso, un hidrocarburo como el acetileno es se calientan y descomponen en el sustrato. Dado que el carbono es capaz de hacer contacto con las partículas metálicas implantadas en los agujeros, comienza a crear nanotubos, que son una 'plantilla' de la forma del túnel. Con el uso de estas propiedades, los nanotubos de carbono pueden crecer muy bien alineados y muy largos, en el ángulo del túnel. (Eatemadi et al., 2014)

Es innegable que el método más común de síntesis de nanotubos de carbón es la deposición química catalítica de vapor de hidrocarburos. Es un proceso tradicional que ha sido utilizado

durante más de dos décadas para crear varios materiales de carbono como fibras y filamentos de carbono. Enormes cantidades de CNTs pueden ser producidas por CVD catalítico de acetileno sobre catalizadores de hierro y Cobalto, que se apoyan en zeolita o silicio. La actividad de deposición del carbono está relacionada con el contenido de cobalto del catalizador. Por otro lado, el discernimiento de las CNTs parece ser un papel del pH en la preparación del catalizador.

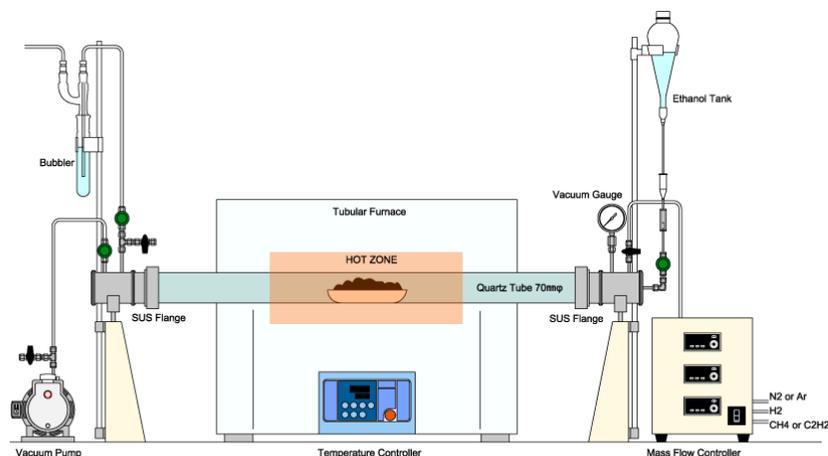


Figura 29. Diagrama de proceso para el método de deposición química por vapor. (Azonano, 2018)

Los nanotubos multipared fabricados con el catalizador de carbono/zeolita contienen fullerenos y paquetes de nanotubos de pared simple. Los catalizadores soportados, incluyendo cobalto, hierro y níquel, que contienen una mezcla de metales o un solo metal, provocan el desarrollo de nanotubos aislados de pared simple o de paquetes de nanotubos de pared simple en la atmósfera de etileno. (Azonano, 2018)

En comparación con la ablación por láser, el CCVD es un método económicamente práctico para la producción de CNT a gran escala y bastante puro, por lo que la ventaja importante de la CVD es la alta pureza del material obtenido y el fácil control del curso de la reacción. (Eatemadi et al., 2014)

Para facilitar la lectura, las características principales de los tres métodos han sido resumidas en una tabla comparativa, como se puede observar en la Tabla 8.

Tabla 8. Resumen y comparación de los tres métodos más comunes de síntesis de nanotubos de carbono. (Eatemadi et al., 2014)

Método	Descarga por arco	Ablación láser	CVD
Tasa de rendimiento	>75%	>75%	>75%
SWNT/ MWNT	Ambos	Ambos	Ambos
Ventaja	Simple, barato, nanotubos de alta calidad.	Pureza relativamente alta, síntesis a temperatura ambiente.	Simple, baja temperatura, alta pureza, producción a gran escala, posibilidad de crecimiento alineado.
Desventaja	Alta temperatura, purificación requerida, nanotubos enredados.	Método limitado a escala de laboratorio, se requiere la purificación del producto en crudo	Los nanotubos sintetizados son usualmente MWNT, defectos.

En este primer capítulo se ha realizado una extensa descripción, desde el concepto de material y de ciencia de los materiales, hasta los métodos de elaboración tanto de nanofibras y nanotubos de carbono, como de matrices poliméricas. En el siguiente capítulo se hablará sobre el blindaje de interferencia electromagnética.

Capítulo 2. Materiales RAM y blindaje de interferencia electromagnética

2.1 RADARES

2.1.1 Introducción

La mayoría de los objetos – aeronaves, barcos, vehículos, edificios, características del terreno, etc. – reflejan ondas de radio de la misma manera en que reflejan luz. Las ondas de radio y la luz son de hecho la misma cosa, el flujo de energía electromagnética. La única diferencia es que las frecuencias de luz son mucho más altas. La energía reflejada es dispersada en muchas direcciones, pero una porción detectable es generalmente dispersada de vuelta en la dirección de la que originalmente fue emanada.

A longitudes de onda más largas (frecuencias más bajas) usadas por muchos radares a bordo de barcos o basados en tierra, la atmósfera es casi completamente transparente. Por otro lado, es casi tan uniforme a longitudes de onda cortas, como las utilizadas por la mayoría de los radares aéreos. Por lo tanto, al detectar las ondas de radio reflejadas, no solo es posible “ver” objetos de noche tan bien como de día, sino también a través de neblina, niebla o nubes. (Stimson, Endham, & Ersey, 1998)

El concepto básico de un radar es relativamente simple, a pesar de que en muchos aspectos su implementación práctica no lo es. Un radar opera irradiando energía electromagnética y detectando el eco devuelto por objetos reflejantes (objetivos). La naturaleza de la señal de eco provee información acerca del objetivo. El rango o distancia del objetivo es obtenido del tiempo que le toma a la energía emanada en viajar hasta el objetivo y de regreso. La localización angular del objetivo es encontrada con una antena directiva (una que posea un ancho de haz estrecho) para percibir el ángulo de llegada de la señal de eco. Si el objetivo está en movimiento, un radar puede obtener su ruta o trayectoria, y predecir su localización futura. El cambio en frecuencia de la señal de eco recibida debido al efecto doppler causado por un objetivo en movimiento, permite al radar separar los objetivos en movimiento deseados (como una aeronave) de objetivos estacionarios no deseados (como clutter de tierra o de mar) aunque la señal de eco estacionario sea más grande en varios ordenes de magnitud que el objetivo en movimiento. Con suficiente alta resolución, un radar puede discernir algo de la naturaleza del tamaño y la forma del objetivo.

La resolución del radar puede ser obtenida en rango o ángulo, o ambos. El rango de resolución requiere un ancho de banda amplio. El ángulo de resolución requiere (eléctricamente) antenas largas. La resolución en la dimensión inter-rango suele no ser tan buena como la resolución que se puede obtener en rango. Sin embargo, cuando hay un movimiento relativo entre las partes individuales del objetivo y el radar, es posible usar la resolución inherente en frecuencia doppler para resolver en la dimensión inter-rango. (Skolnik, 1990)

2.1.2 Funcionamiento del Radar

De la forma más rudimentaria, Stimson 1998 menciona que un radar consiste de cinco elementos: Radio transmisor, radio receptor, dos antenas y una pantalla. Para detectar la presencia de un blanco (objetivo), el transmisor genera ondas de radio, las cuales son emitidas por una de las antenas. Mientras tanto, el receptor escucha los “ecos” de estas ondas, las cuales son recogidas por la otra antena. Si un objetivo es detectado, un pitido en la pantalla indicando su localización aparece en la pantalla. En la práctica, generalmente el transmisor y el receptor comparten una antena común.

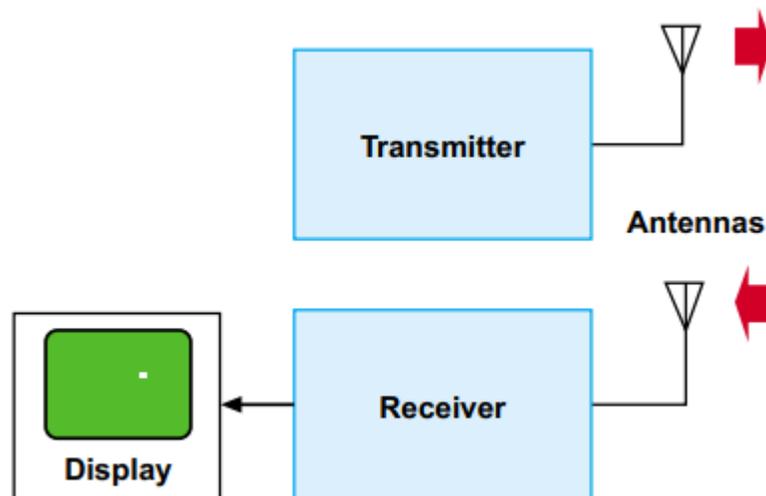


Figura 30. Elementos básicos que conforman un radar. (Stimson et al., 1998)

Para evitar problemas del transmisor interfiriendo con la recepción, las ondas de radio son usualmente transmitidas en pulsos, y el receptor es apagado (“blanked”) durante la

transmisión. El ratio al cual los pulsos son transmitidos es llamado “Frecuencia de Repetición de Pulso” (PRF, por sus siglas en inglés). Para que el radar pueda diferenciar entre objetivos en direcciones distintas, así como para detectar objetivos en rangos más grandes, la antena concentra la energía emitida en un rayo angosto.

Para encontrar a un objetivo, el rayo es barrido sistemáticamente a través de la región en la cual se espera que aparezca el objetivo. El camino que recorre el rayo es llamado “Search scan pattern”. La región cubierta por el escaneo es llamada “scan volume” o “frame”; la longitud del tiempo que el rayo toma en escanear el marco completo, se llama “frame time”.

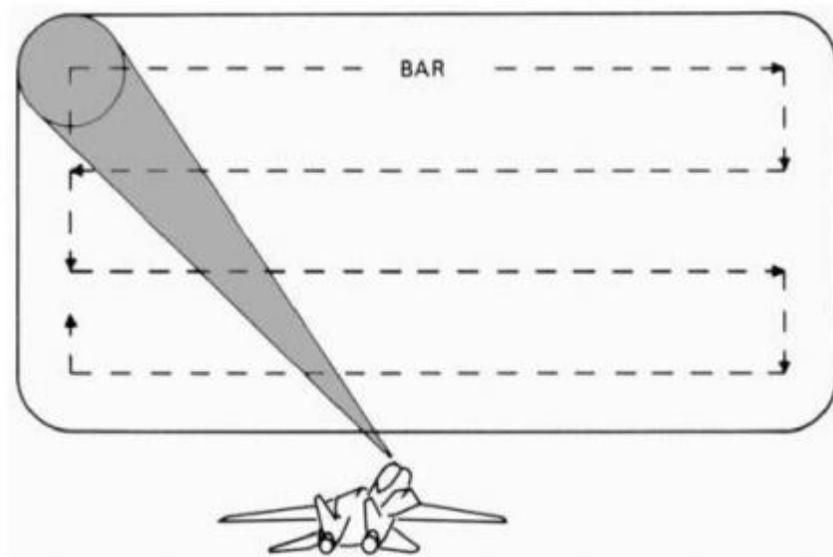


Figura 31. Patrón típico de búsqueda por escaneo para aplicación de un caza. El número de barras y el ancho y posición del marco pueden ser controlados por el operador. (Stimson et al., 1998)

Incidentalmente, en el mundo de los radares el término objetivo o blanco es ampliamente utilizado para referirse a casi cualquier cosa que uno desee detectar: una aeronave, una embarcación, un vehículo, una estructura artificial en tierra, un punto específico del terreno, lluvia (radares meteorológicos), aerosoles, e incluso electrones libres.

Como la luz, las ondas de radio de las frecuencias utilizadas por la mayoría de los radares aéreos viajan esencialmente en línea rectas. Consecuentemente, para que un radar reciba ecos desde un objetivo, el objetivo debe de estar dentro del rango de visión. (Stimson et al., 1998)

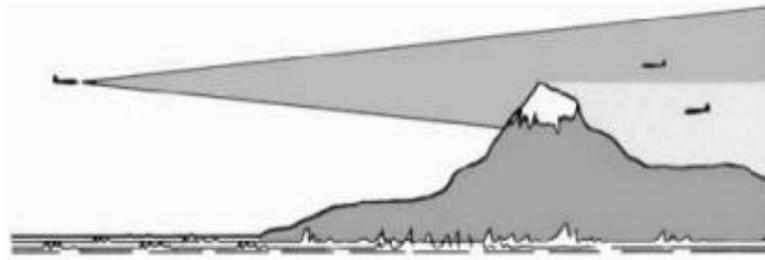


Figura 32. Para ser visto por la mayoría de los radares, el objetivo debe de estar dentro de la línea de visión.
(Stimson et al., 1998)

Incluso entonces, el objetivo no será detectado al menos que los ecos sean lo suficientemente fuertes para ser discernidos sobre el fondo de ruido eléctrico que invariablemente existe en la salida de un receptor, o sobre el fondo de ecos recibidos simultáneamente desde tierra (el llamado ground clutter), el cual en algunas situaciones puede ser sustancialmente más fuerte que el ruido.

Por su parte, Skolnik 1990 ilustra las partes básicas de un sistema de radar en un simple diagrama de bloques como el mostrado en la Figura 33, y nos da una explicación un tanto más técnica de su funcionamiento. La señal del radar, que suele ser un tren repetitivo de impulsos cortos, es generada por el transmisor e irradiada al espacio por la antena. El duplexor permite compartir el tiempo de transmisión y recepción en una sola antena. Los objetos reflectantes (blancos) interceptan y vuelven a radiar una parte de la señal del radar, una pequeña cantidad de la cual se devuelve en la dirección del radar. La señal de eco devuelta es recogida por la antena de radar y amplificada por el receptor. Si la salida del receptor de radar es suficientemente grande, se dice que se detecta un blanco. Un radar generalmente determina la ubicación de un blanco en rango y ángulo, pero la señal de eco también puede proporcionar información sobre la naturaleza del blanco. La salida del receptor puede presentarse en una pantalla a un operador que toma la decisión de si un objetivo está presente o no, o la salida del receptor puede procesarse por medios electrónicos para reconocer automáticamente la presencia de un objetivo y establecer un seguimiento del mismo a partir de las detecciones realizadas a lo largo de un período de tiempo. Con la detección y seguimiento automático

(ADT), el operador normalmente se presenta con el seguimiento del objetivo procesado en lugar de las detecciones de radar en bruto.

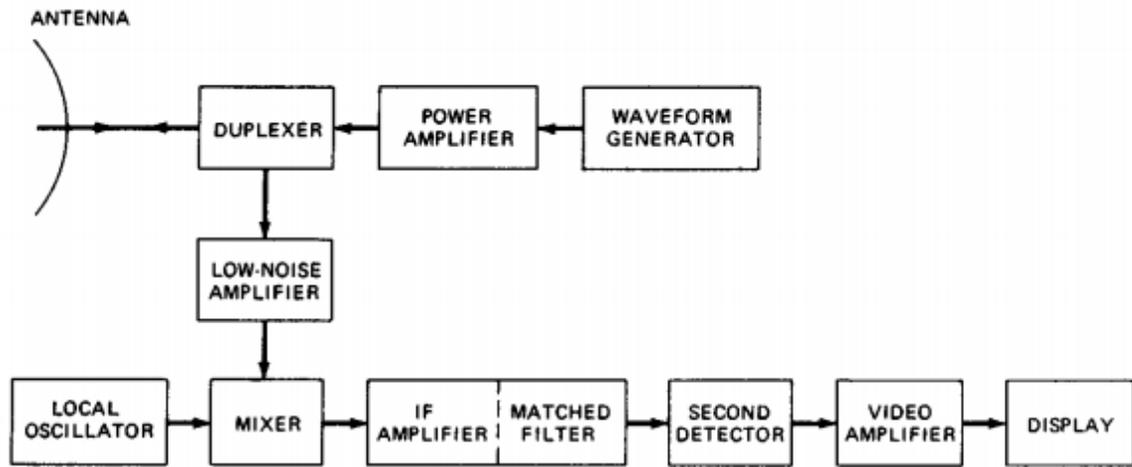


Figura 33. Diagrama de bloques simple de un radar empleando un transmisor de amplificador de potencia y un receptor superheterodino. (Skolnik, 1990)

De igual manera, el autor Skolnik 1990 describe la operación del radar y de sus componentes en mayor detalle, mencionando los aspectos técnicos más importantes de cada uno de dichos componentes.

Transmisor. El transmisor se muestra como un amplificador de potencia, como un klystron, un tubo de ondas viajeras, un amplificador de campo cruzado o un dispositivo de estado sólido. Un oscilador de potencia como un magnetrón también puede ser utilizado como transmisor; pero el magnetrón generalmente tiene una potencia media limitada en comparación con los amplificadores de potencia, especialmente el klystron, que puede producir una potencia media mucho mayor que un magnetrón y es más estable (es la potencia media en lugar de la potencia máxima, que es la medida de la capacidad de un radar). Dado que la forma de onda básica se genera a baja potencia antes de ser entregada al amplificador de potencia, es mucho más fácil conseguir las formas de onda especiales necesarias para la compresión de pulsos y para sistemas coherentes como el radar de indicación de objetivo en movimiento (MTI) y el radar doppler de pulsos. Aunque el oscilador de magnetrón se puede utilizar para la compresión de pulsos y para MTI, se puede obtener un mejor rendimiento con una configuración de

amplificador de potencia. El oscilador de magnetrón puede encontrarse en sistemas donde la simplicidad y la movilidad son importantes y donde no se requiere una alta potencia media, un buen rendimiento MTI o compresión de pulsos.

El transmisor de un radar de vigilancia aérea terrestre típico puede tener una potencia media de varios kilovatios. Los radares de corto alcance podrían tener potencias medidas en miliwatts. Los radares para la detección de objetos espaciales y los radares de alta frecuencia sobre el horizonte pueden tener potencias medias del orden de un megavatio.

La ecuación del radar muestra que el alcance del radar es proporcional a la cuarta raíz de la potencia del transmisor. Por lo tanto, para duplicar el rango se requiere que la potencia se incremente en 16. Esto significa que a menudo hay un límite práctico y económico a la cantidad de potencia que se debe emplear para aumentar el alcance del radar.

Los transmisores no sólo deben ser capaces de generar alta potencia con formas de onda estables, sino que a menudo deben operar sobre un ancho de banda amplio, con alta eficiencia y con una vida útil larga y sin problemas.

Duplexor- El duplexor actúa como un interruptor rápido para proteger el receptor de daños cuando el transmisor de alta potencia está en funcionamiento. En la recepción, con el transmisor apagado, el duplexor dirige la señal débil recibida al receptor en lugar de al transmisor. Los duplexores generalmente son alguna forma de dispositivo de descarga de gas y se pueden utilizar con protectores de receptor de estado sólido o de descarga de gas. A veces se utiliza un circulador de estado sólido para proporcionar un mayor aislamiento entre el transmisor y el receptor.

Antena. La potencia del transmisor es irradiada al espacio por una antena directiva que concentra la energía en un haz estrecho. Las antenas de reflector parabólico dirigidas mecánicamente y los conjuntos de fases planas tienen una amplia aplicación en los radares. También se utilizan antenas de arreglo enfático dirigidas electrónicamente. El haz estrecho y didáctico que caracteriza a la mayoría de las antenas de radar no sólo concentra la energía en el blanco, sino que también permite medir la dirección de éste. Un ancho de haz de antena típico para la detección o seguimiento de aeronaves puede ser de 1 o 2°. Un radar dedicado al

seguimiento generalmente tiene una antena simétrica que irradia un diagrama de haz de lápiz. El radar de vigilancia aérea terrestre habitual que proporciona el alcance y el acimut de un blanco, generalmente utiliza una antena reflectora rotativa mecánica con un haz en forma de abanico, estrecho en acimut y ancho en elevación. Los radares aerotransportados y los radares de vigilancia aérea 3D basados en la superficie (aquellos que giran mecánicamente en acimut para medir el ángulo de acimut, pero que utilizan algún tipo de dirección electrónica o formación de haz para obtener el ángulo de elevación) suelen emplear aperturas de arreglo planar. La exploración mecánica de la antena de radar suele ser bastante aceptable para la gran mayoría de las aplicaciones de radar. Cuando sea necesario explorar el haz más rápidamente de lo que puede conseguirse con la exploración mecánica y cuando se pueda tolerar un coste elevado, podrá emplearse la antena de ultrasonidos phased array dirigida electrónicamente. (La dirección del haz con arreglo de fases dirigidas electrónicamente puede lograrse en microsegundos o menos si es necesario).

El tamaño de una antena de radar depende en parte de la frecuencia, de si el radar está situado en el suelo o en un vehículo en movimiento, y del entorno en el que debe funcionar. Cuanto más baja es la frecuencia, más fácil es producir una antena físicamente grande, ya que las tolerancias mecánicas (y eléctricas) son proporcionales a la longitud de onda. En la banda de frecuencia ultra alta (UHF), una antena grande (ya sea un reflector o una matriz en fase) puede tener una dimensión de 100 pies o más. En las frecuencias superiores de microondas (como la banda X), las antenas de radar de más de 10 o 20 pies de dimensión pueden considerarse grandes. (Se han construido antenas más grandes que los ejemplos anteriores, pero no son la norma). Aunque ha habido antenas de microondas con anchos de haz tan pequeños como 0.05° , las antenas de radar rara vez tienen anchos de haz inferiores a aproximadamente 0.2° . Esto corresponde a una apertura de aproximadamente 300 longitudes de onda (unos 31 pies en la banda X y unos 700 pies en UHF).

Receptor. La señal recogida por la antena se envía al receptor, que casi siempre es del tipo superheterodino. El receptor sirve para separar la señal deseada del ruido omnipresente y otras señales interferentes y amplificar la señal lo suficiente para activar una pantalla, como un tubo catódico, o para permitir el procesamiento automático mediante algún tipo de dispositivo digital. En las frecuencias de microondas, el ruido en la salida del receptor suele ser el

generado por el propio receptor y no el ruido externo que entra a través de la antena. La fase de entrada del receptor no debe introducir ruido excesivo que interfiera con la señal a detectar. Un amplificador de transistor como primera etapa ofrece un nivel de ruido aceptablemente bajo para muchas aplicaciones de radar. Una figura de ruido del receptor de primera etapa puede ser, típicamente, de 1 o 2 dB. Un extremo frontal del receptor de bajo nivel de ruido es deseable para muchas aplicaciones civiles, pero en los radares militares la cifra de ruido más baja posible no siempre es apropiada. En un entorno muy ruidoso, ya sea debido a interferencias involuntarias o a interferencias hostiles, un radar con un receptor de bajo nivel de ruido es más susceptible que uno con un nivel de ruido más alto. Además, un amplificador de bajo ruido como el frontal generalmente hará que el receptor tenga un rango menos dinámico, algo que no es deseable cuando se enfrentan a contramedidas electrónicas hostiles (ECM) o cuando se demanda el efecto Doppler para detectar objetivos pequeños en presencia de un gran desorden. Cuando se deben evitar las desventajas de un receptor de bajo ruido, se omite la etapa de amplificación de RF y se utiliza la etapa de mezcla en la parte frontal del receptor. El factor de ruido más alto del mezclador puede ser compensado por un aumento equivalente de la potencia del transmisor.

2.1.3 Ecuación del Radar

Quizás la descripción más útil de los factores que influyen en el rendimiento del radar es la ecuación del radar, la cual da el alcance de un radar en términos de sus características. Una forma de esta ecuación da la potencia de la señal recibida P_r como

$$P_r = \frac{P_t \times G_t}{4\pi \times R^2} \times \frac{\sigma}{4\pi \times R^2} \times A_e \quad (10)$$

Dónde:

R = Distancia de un radar [m]	σ = Sección transversal más grande [m^2]
P_t = Potencia irradiada [W]	G_t = Ganancia de la antena
A_e = Apertura efectiva [m^2]	R_{max} = Rango máximo del radar

El lado derecho ha sido escrito como el producto de los tres factores para representar los procesos físicos que tienen lugar. El primer factor es la densidad de potencia a una distancia R metros de un radar que irradia una potencia de P_t vatios desde una antena de ganancia G_t . El numerador del segundo factor es la sección transversal más grande en metros cuadrados. El denominador explica la divergencia en la trayectoria de retorno de la radiación electromagnética con rango y es el mismo que el denominador del primer factor, que explica la divergencia en la trayectoria de salida. El producto de los dos primeros términos representa la potencia por metro cuadrado devuelta al radar. La antena de la zona de apertura efectiva A_e intercepta una parte de esta potencia en una cantidad dada por el producto de los tres factores.

Si el rango máximo del radar R_{max} se define como aquél que hace que la potencia recibida P_r sea igual a la señal mínima detectable del receptor S_{min} , la ecuación del radar puede escribirse como sigue

$$R_{max}^4 = \frac{P_t G_t A_e \sigma}{(4\pi)^2 S_{min}} \quad (11)$$

Cuando se utiliza la misma antena tanto para la transmisión como para la recepción, la ganancia de transmisión G_t y la apertura de recepción efectiva A_e están relacionadas por $G_t = \pi A_e / \lambda^2$, donde λ es la longitud de la onda de la energía electromagnética del radar. Substituyendo en la ecuación 11 se pueden obtener otras dos formas de la ecuación del radar:

$$R_{max}^4 = \frac{P_t G_t^2 \lambda^2 \sigma}{(4\pi)^3 S_{min}} \quad (12)$$

$$R_{max}^4 = \frac{P_t A_e^2 \sigma}{4\pi \lambda^2 S_{min}} \quad (13)$$

2.1.4 Información obtenida del Eco de Radar

Aunque el nombre radar se deriva de la detección de radio y el alcance, un radar es capaz de proporcionar más información sobre el bronceado objetivo está implícito en su nombre. La detección de un objetivo significa el descubrimiento de su presencia. Es posible considerar la detección independientemente del proceso de extracción de información, pero no es frecuente

que uno esté interesado en saber sólo que un objetivo está presente sin saber algo sobre su ubicación en el espacio y su naturaleza. La extracción de información útil sobre los blancos es, por lo tanto, una parte importante del funcionamiento del radar.

La capacidad de considerar la detección independientemente de la extracción de información no significa que no haya relación entre ambas. La extracción de información generalmente requiere un filtro emparejado, o su equivalente, para un procesamiento óptimo.

Un radar con suficiente resolución en una o más coordenadas puede determinar el tamaño y la forma de un blanco. La polarización permite medir la simetría de un objetivo. En principio, un radar también puede medir la rugosidad de la superficie de un blanco y determinar algo sobre sus propiedades dieléctricas. (Skolnik, 1990)

Como se mencionó anteriormente, por lo general la detección de un objetivo en sí no es suficiente, pues se desea conocer la mayor información posible sobre el mismo. De acuerdo a Skolnik 1990, algunas de las características más importantes del objetivo que se pueden obtener mediante el uso de radares son las siguientes:

- ❖ **Alcance.** Ningún otro sensor puede medir el alcance con la precisión la misma precisión que el radar, a distancias tan largas y bajo condiciones climáticas adversas. Los radares de superficie pueden utilizarse para determinar el alcance de una aeronave con una precisión de unas pocas decenas de metros a distancias limitadas únicamente por la línea de visión, generalmente de 200 a 250 millas náuticas. La forma de onda habitual del radar para determinar el alcance es el pulso corto. Cuanto más preciso sea el pulso, más precisa puede ser la medición del rango. Un pulso corto tiene un ancho espectral amplio (ancho de banda). El efecto de un pulso corto puede obtenerse con un pulso largo cuyo ancho espectral ha sido aumentado por modulación de fase o frecuencia. Cuando se pasa a través de un filtro emparejado, la salida es un pulso comprimido cuya duración es aproximadamente la recíproca de la anchura espectral del pulso largo modulado. Esto se llama compresión de pulsos y permite la resolución de un pulso corto (ancho de banda) con la energía de un pulso largo.

- ❖ **Velocidad radial.** A partir de mediciones sucesivas de rango se puede obtener la velocidad de cambio de rango, o velocidad radial. El desplazamiento de frecuencia Doppler de la señal de eco de un objetivo en movimiento también proporciona una medida de la velocidad radial. Sin embargo, la medición de la frecuencia Doppler en muchos radares de pulsos es altamente ambigua, reduciendo así su utilidad como medida directa de la velocidad radial. Cualquier medición de la velocidad, ya sea por la velocidad de cambio o por el desplazamiento de frecuencia Doppler, requiere tiempo. Cuanto más largo sea el tiempo de observación, más precisa puede ser la medición de la velocidad.

- ❖ **Dirección angular.** La dirección de un objetivo se determina detectando el ángulo en el que el frente de onda de retorno llega al radar. Esto se logra generalmente con una antena directiva, es decir, una con un diagrama de radiación estrecho. La dirección en la que apunta la antena cuando la señal recibida es máxima indica la dirección del blanco. Este, así como otros métodos para medir el ángulo, asumen que la atmósfera no perturba la propagación en línea recta de las ondas electromagnéticas. La exactitud del ángulo de llegada depende de la extensión de la abertura de la antena. Cuanto más ancha sea la antena, más estrecha será la anchura del haz y mayor será la precisión.

2.1.5 Frecuencias de Radar

No hay límites fundamentales en la frecuencia del radar. Cualquier dispositivo que detecte y localice un objetivo irradiando energía electromagnética y utilice el eco disperso de un objetivo puede ser clasificado como un radar, sin importar cuál sea su frecuencia.

Los radares han sido operados a frecuencias que van desde unos pocos megahercios hasta la región ultravioleta del espectro. Los principios básicos son los mismos en cualquier frecuencia, pero la aplicación práctica es muy diferente. En la práctica, la mayoría de los radares funcionan a frecuencias de microondas, pero hay notables excepciones.

Los ingenieros de radar utilizan designaciones de letras, como se muestra en la Tabla 9, para denotar la banda de frecuencias general en la que opera un radar. Estas bandas de letras se utilizan universalmente en los radares. Han sido aceptados oficialmente como estándar por el

Instituto de Ingenieros Eléctricos y Electrónicos (IEEE) y han sido reconocidos por el Departamento de Defensa de los Estados Unidos. En el pasado se ha intentado subdividir el espectro en otras bandas de letras (como en el caso de las guías de ondas y las operaciones de ECM), pero las bandas de letras de la Tabla 9 son las únicas que deben utilizarse para el radar.

Las bandas de letras son una forma conveniente de designar el rango general de frecuencias de un radar. Sirven un propósito importante para aplicaciones militares, ya que pueden describir la banda de frecuencias de operación sin utilizar las frecuencias exactas a las que opera el radar. Las frecuencias exactas sobre las que opera un radar deben utilizarse además o en lugar de las bandas de letras, siempre que sea apropiado hacerlo. (Skolnik, 1990)

Tabla 9. Nomenclatura estándar de frecuencia de radar en banda de letras. (Skolnik, 1990)

BAND DESIGNATION	NORMAL FREQUENCY RANGE	SPECIFIC FREQUENCY RANGES FOR RADAR BASED ON ITU
HF	3 MHz – 30 MHz	
VHF	30 MHz – 300 MHz	138 MHz – 144 MHz 216 MHz – 225 MHz
UHF	300 MHz – 1000 MHz	420 MHz – 450 MHz 890 MHz – 942 MHz
L	1000 MHz – 2000 MHz	1215 MHz – 1400 MHz
S	2000 MHz – 4000 MHz	2300 MHz – 2500 MHz 2700 MHz – 3700 MHz
C	4000 MHz – 8000 MHz	5250 MHz – 5925 MHz
X	8000 MHz – 12000 MHz	8500 MHz – 10680 MHz
K_u	12 GHz – 18 GHz	13.4 GHz – 14.0 GHz 15.7 GHz – 17.7 GHz
K	18 GHz – 27 GHz	20.05 GHz – 24.25 GHz
K_a	27 GHz – 40 GHz	33.4 GHz – 36.0 GHz
V	40 GHz – 75 GHz	59 GHz – 64 GHz
W	75 GHz – 110 GHz	76 GHz – 81 GHz 92 GHz – 100 GHz
mm	110 GHz – 300 GHz	126 GHz – 142 GHz 144 GHz – 149 GHz 231 GHz – 235 GHz 238 GHz – 248 GHz

Cada banda de frecuencias tiene sus propias características particulares que la hacen mejor para ciertas aplicaciones que para otras. Las divisiones entre las regiones de frecuencia no son tan marcadas en la práctica como la naturaleza precisa de la nomenclatura. A continuación, se describen las características de las distintas partes del espectro electromagnético, que de acuerdo a Skolnik (1999), son en las que han estado o podrían estar funcionando en los radares.

2.1.5.1 HF (3 a 30 MHz)

Aunque los primeros radares operativos instalados por los británicos justo antes de la Segunda Guerra Mundial se encontraban en esta banda de frecuencias, tiene muchas desventajas para las aplicaciones de radar. Se requieren antenas grandes para lograr anchos de haz estrechos, el nivel natural de ruido ambiental es alto, los anchos de banda disponibles son estrechos, y esta porción del espectro electromagnético se utiliza ampliamente y es restrictivamente estrecha. Además, la longitud de onda larga significa que muchos blancos de interés podrían estar en la región de Rayleigh, donde las dimensiones del blanco son pequeñas en comparación con la longitud de onda; por lo tanto, la sección transversal del radar de los blancos de tamaño pequeño en comparación con la longitud de onda (HF) podría ser inferior a la sección transversal en frecuencias de microondas.

Los británicos utilizaron esta banda de frecuencias, aunque con desventajas, porque era la frecuencia más alta en la que se disponía entonces de componentes de alta potencia fiables y fácilmente disponibles. Se obtuvieron rangos de 200 millas contra los aviones.

Estos fueron los radares que proporcionaron la detección de aviones hostiles durante la batalla de Gran Bretaña y se les atribuyó el haber permitido que los limitados recursos de los cazas británicos se utilizaran eficazmente contra el bombardero atacante. Hicieron el trabajo que se requería.

Las ondas electromagnéticas en ondas decamétricas tienen la importante propiedad de ser refractadas por la ionosfera para volver a la tierra en rangos de 500 a 2000 millas náuticas, dependiendo de la condición real de la ionosfera. Esto permite la detección de aviones y otros objetivos por encima del límite de tiempo. Los largos rangos sobre el horizonte que son posibles hacen que la región HF del espectro sea bastante atractiva para la observación por

radar de áreas (como el océano) que no son prácticas con los radares de microondas convencionales.

2.1.5.2 VHF (30 a 300 MHz)

La mayoría de los primeros radares desarrollados en la década de 1930 se encontraban en esta banda de frecuencias. La tecnología de radar en estas frecuencias representó una empresa audaz que empujó a la vanguardia de la tecnología conocida en los años treinta. Estos primeros radares servían bastante bien a las necesidades de la época y establecieron firmemente la utilidad del radar.

Al igual que la región de HF, la región de VHF (muy alta frecuencia) está llena de usuarios, los anchos de banda son estrechos, el ruido externo puede ser alto, y los anchos de haz son amplios. Sin embargo, la tecnología necesaria es más fácil y más barata de lograr que en las frecuencias de microondas. Las antenas de alta potencia y las antenas grandes son fácilmente prácticas. Los transmisores y osciladores estables requeridos para una buena MTI son más fáciles de conseguir que a frecuencias más altas, y existe una relativa libertad de las velocidades ciegas que limitan la efectividad de la MTI a medida que aumenta la frecuencia. Los reflejos de la lluvia no son un problema. Con la polarización horizontal sobre una buena superficie reflectante (como el mar), la interferencia constructiva entre la onda directa y la onda reflejada desde la superficie puede resultar en un aumento sustancial del alcance máximo contra los aviones (casi el doble del alcance en espacio libre). Sin embargo, una consecuencia de este aumento en el alcance debido a la interferencia constructiva es que la interferencia destructiva que la acompaña resulta en nulos en la cobertura en otros ángulos de elevación y menos energía en ángulos bajos. Es una buena frecuencia para los radares de bajo coste y para los de largo alcance, como los de detección de satélites. También es la región de frecuencia donde teóricamente es difícil reducir la sección transversal del radar de la mayoría de los tipos de blancos aerotransportados.

A pesar de sus muchas características atractivas, no ha habido muchas aplicaciones del radar en este rango de frecuencias porque sus limitaciones no siempre contrarrestan sus ventajas.

2.1.5.3 UHF (300 a 1000 MHz)

Mucho de lo que se ha dicho sobre la VHF se aplica a la UHF. Sin embargo, el ruido externo natural es un problema mucho menor, y los anchos de haz son más estrechos que en VHF. Los efectos del clima no suelen ser una molestia. Con una antena adecuadamente grande, es una buena frecuencia para radares de vigilancia de largo alcance confiables, especialmente para blancos extraterrestres como naves espaciales y misiles balísticos. Es muy adecuado para AEW (alerta temprana aerotransportada), por ejemplo, un radar aerotransportado que utiliza AMTI para la detección de aeronaves. Los transmisores de estado sólido pueden generar alta potencia en UHF y ofrecer las ventajas de mantenimiento y ancho de banda.

2.1.5.4 Banda L (1.0 a 2.0 GHz)

Esta es la banda de frecuencias preferida para los radares terrestres de vigilancia aérea de largo alcance, como los radares de 200 millas náuticas utilizados para el control del tráfico aéreo en ruta [designados ARSR por la Administración Federal de Aviación de los Estados Unidos (FAA)]. Es posible lograr un buen rendimiento de MTI en estas frecuencias y obtener una alta potencia con antenas de haz estrecho. El ruido externo es bajo. Los radares militares 3D se pueden encontrar en la banda L, pero también están en la banda S. La banda L también es adecuada para radares grandes que deben detectar objetivos extraterrestres a larga distancia.

2.1.5.5 Banda S (2.0 a 4.0 GHz)

Los radares de vigilancia aérea pueden ser de largo alcance en la banda S, pero el largo alcance suele ser más difícil de conseguir que en frecuencias más bajas. Las velocidades ciegas que ocurren con el radar MTI son más numerosas a medida que aumenta la frecuencia, lo que hace que el MTI sea menos capaz. El eco de la lluvia puede reducir significativamente el alcance de los radares de la banda S. Sin embargo, es la banda de frecuencias preferida para los radares meteorológicos de largo alcance la que debe hacer estimaciones precisas de la velocidad de las precipitaciones. También es una buena frecuencia para aplicaciones de vigilancia aérea de medio alcance, como el radar de vigilancia de aeropuertos (ASR) que se encuentra en las terminales aéreas. Los anchos de haz más estrechos a esta frecuencia pueden proporcionar una buena precisión angular y resolución y facilitar la reducción de los efectos de las interferencias hostiles de los haces de carretera que pueden encontrarse en los radares

militares. Los radares militares 3D y los radares de localización de altura también se encuentran en esta frecuencia debido a los estrechos anchos de haz de elevación que se pueden obtener en las frecuencias más altas. Los radares doppler de pulso de vigilancia aérea de largo alcance, como el AWACS (Airborne Warning and Control System), también operan en esta banda. Por lo general, las frecuencias inferiores a la banda S son adecuadas para la vigilancia aérea (detección y seguimiento a baja velocidad de datos de muchas aeronaves en un gran volumen). Las frecuencias por encima de la banda S son mejores para la recopilación de información, como el seguimiento de alta precisión de los datos y el reconocimiento de objetivos individuales. Si debe utilizarse una sola frecuencia tanto para la vigilancia aérea como para el seguimiento de precisión, como en los sistemas militares de defensa antiaérea basados en radares multifunción de ultrasonidos phased array, un compromiso adecuado podría ser la banda S.

2.1.5.6 Banda C (4.0 a 8.0 GHz)

Esta banda se encuentra entre las bandas S y X y puede describirse como un compromiso entre las dos. Sin embargo, es difícil conseguir radares de vigilancia aérea de largo alcance a esta frecuencia o a frecuencias más altas. Es la frecuencia en la que se pueden encontrar radares de precisión de largo alcance utilizados para el seguimiento preciso de misiles. Esta banda de frecuencias también se ha utilizado para los radares multifunción de defensa antiaérea phased array y para los radares meteorológicos de alcance medio.

2.1.5.7 Banda X (8 a 12.5 GHz)

Esta es una banda de frecuencia popular para el radar de control de armas militares (rastreo) y para aplicaciones civiles. La navegación y el pilotaje a bordo, la evasión del tiempo, la navegación doppler y el medidor de velocidad de la policía se encuentran en la banda X. Los radares a esta frecuencia son generalmente de tamaño conveniente y por lo tanto son de interés para aplicaciones donde la movilidad y el peso ligero son importantes y el largo alcance no lo es. Es ventajoso para la recopilación de información, como en el caso de los radares de alta resolución, debido al amplio ancho de banda que permite generar impulsos cortos (o compresión de impulsos de banda ancha) y a los estrechos anchos de haz que se pueden obtener con antenas de tamaño relativamente pequeño. Un radar de banda X puede ser lo

suficientemente pequeño como para tenerlo en la mano o tan grande como el radar de Haystack Hill del laboratorio del MIT Lincoln con su antena de 120 pies de diámetro y una potencia media de radiación de unos 500 kW. La lluvia, sin embargo, puede ser debilitante para el radar de banda X.

2.1.5.8 Bandas K_u , K y K_a (12.5 a 40 GHz)

Los radares originales de la banda K desarrollados durante la Segunda Guerra Mundial se centraban en una longitud de onda de 1.25 cm (24GHz). Esto resultó ser una mala elección, ya que está demasiado cerca de la longitud de onda de resonancia del vapor de agua (22.2 GHz), donde la absorción puede reducir el alcance de un radar. Posteriormente esta banda se subdividió en dos bandas a cada lado de la frecuencia de absorción de vapor de agua. La banda inferior de frecuencias se denominó K_u , y la banda superior se denominó K_a . Estas frecuencias son de interés debido a los anchos de banda y los anchos de haz estrechos que se pueden conseguir con aperturas pequeñas. Sin embargo, es difícil generar e irradiar alta potencia. Las limitaciones debidas al desorden y la atenuación de la lluvia son cada vez más difíciles en las frecuencias más altas. Por lo tanto, no se encuentran muchas aplicaciones de radar en estas frecuencias. Sin embargo, el radar de detección de superficie del aeropuerto para la localización y control del tráfico terrestre en los aeropuertos se encuentra en la banda K_u debido a la necesidad de alta resolución. Las desventajas que caracterizan a esta banda no son importantes en esta aplicación en particular debido al corto alcance.

2.1.5.9 Longitudes de onda milimétricas (por encima de 40 GHz)

Aunque la longitud de onda de la banda K_a es de unos 8.5 milímetros (una frecuencia de 35 GHz), la tecnología de un radar de banda K_a se parece más a la de las microondas que a la de las ondas milimétricas y rara vez se considera representativa de la región de ondas milimétricas. Por lo tanto, se considera que el radar de ondas milimétricas es la región de frecuencia de 40 a 300 GHz. La atenuación excepcionalmente alta causada por la línea de absorción de oxígeno atmosférico a 60 GHz excluye aplicaciones serias en las proximidades de esta frecuencia dentro de la atmósfera. Por lo tanto, la región de frecuencia de 94 GHz (longitud de onda de 3 mm) es generalmente lo que se considera una frecuencia "típica" representativa del radar milimétrico.

La región de ondas milimétricas por encima de 40 GHz ha sido subdividida en bandas de letras en la norma IEEE, como se muestra en la Tabla 9. Aunque ha habido mucho interés en la porción milimétrica del espectro electromagnético, no ha habido radares operativos por encima de la banda K_a. Los receptores sensibles de alta potencia y las líneas de transmisión de baja pérdida son difíciles de obtener en longitudes de onda milimétricas, pero estos problemas no son básicos. La razón principal de la limitada utilidad de esta región de frecuencia es la alta atenuación que se produce incluso en la atmósfera "clara". La llamada ventana de propagación a 94 GHz es en realidad de mayor atenuación que la atenuación en la línea de absorción de vapor de agua a 22.2 GHz.

Es más probable que la región de ondas milimétricas sea de interés para el funcionamiento en el espacio, donde no hay atenuación atmosférica. También podría considerarse para aplicaciones de corto alcance dentro de la atmósfera donde la atenuación total no es grande y puede ser tolerada.

2.1.5.10 Frecuencias láser

Se puede obtener una potencia coherente de magnitud y eficiencia razonables, junto con haces direccionales estrechos, a partir de los láseres en la región infrarroja, óptica y ultravioleta del espectro. La buena resolución angular y la resolución de alcance posibles con los láseres los hacen atractivos para aplicaciones de recopilación de información de objetivos, como el rango de precisión y la obtención de imágenes. Han tenido aplicación en los buscadores de rango militar y en la medición de distancias para la topografía. Se ha considerado su uso desde el espacio para medir perfiles de temperatura atmosférica, vapor de agua y ozono, así como para medir la altura de las nubes y los vientos troposféricos. Los láseres no son adecuados para la vigilancia de áreas amplias debido a su área de apertura física relativamente pequeña. Una seria limitación del láser es su incapacidad para funcionar eficazmente en la lluvia, las nubes o la niebla.

2.1.6 Clasificación de los Radares

Existen distintas maneras de clasificar a los radares, ya que dicha clasificación podría ser realizada en base a sus principios de funcionamiento, a sus aplicaciones, alcance, etc.

Para ilustrar este punto, se puede utilizar una clasificación con los radares más comunes utilizados bajo distintas funciones y utilizados por distintos sectores. (Word press, 2019)

- 1) **Radar biestático.** Es un sistema de radar que comprende un transmisor y un receptor que están separados por una distancia igual a la distancia del objetivo esperado. Un radar en el cual el transmisor y el receptor están localizados en el mismo lugar también es conocido como un radar monoestático. La mayoría de los radares mayor alcance superficie-aire y los misiles aire-aire emplean un radar biestático.
- 2) **Radar de onda continúa.** Es un tipo de radar en el que se transmite una energía de radio de onda continua de frecuencia estable conocida y luego se recibe de cualquiera de los objetos que reflejan las ondas. Un radar de onda continua utiliza la tecnología Doppler, lo que significa que el radar será inmune a cualquier forma de interferencia por objetos grandes que sean estacionarios o de movimiento lento.
- 3) **Radar Doppler.** Es una forma especial de radar que emplea el uso del Efecto Doppler para producir datos de velocidad sobre un objeto a una distancia determinada. Esto se consigue enviando señales electromagnéticas hacia un objetivo y analizando cómo el movimiento del objeto ha afectado a la frecuencia de la señal devuelta. Esta variación tiene la capacidad de dar mediciones extremadamente precisas de la componente radial de la velocidad de un blanco en relación con el radar. Los radares Doppler tienen aplicaciones en diferentes industrias incluyendo la aviación, meteorología, salud y muchas otras.
- 4) **Radar Monopulso.** Es un sistema de radar que compara la señal recibida de un solo pulso de radar contra sí mismo con el objetivo de comparar la señal vista en múltiples polarizaciones o direcciones. La forma más común de radar monopulso es la adaptación de un radar de barrido cónico que compara el retorno desde dos direcciones

para medir directamente la ubicación del objetivo. Es importante señalar que la mayoría de los radares que se diseñaron desde los años sesenta son radares monopulso.

- 5) **Radar Pasivo.** Es un tipo de radar que está diseñado para detectar y rastrear objetos procesando reflexiones de fuentes de iluminación no cooperativas en el ambiente. Entre estas fuentes se encuentran las señales de comunicación y las emisiones comerciales. Los radares pasivos pueden clasificarse en la misma clase de radar que los radares biestáticos.
- 6) **Radares de Instrumentación.** Son radares diseñados para probar cohetes, misiles, aviones y municiones en campos de pruebas gubernamentales y privados. Proporcionan una variedad de información que incluye espacio, posición y tiempo tanto en tiempo real como en el análisis de postprocesamiento.
- 7) **Radares meteorológicos.** Son sistemas de radar que se utilizan para la detección del tiempo. Este radar utiliza ondas de radio junto con la polarización horizontal o circular. La selección de la frecuencia del radar meteorológico depende de un compromiso de rendimiento entre la reflexión de la precipitación y la atenuación como resultado del vapor de agua atmosférico. Algunos radares meteorológicos están diseñados para utilizar desplazamientos Doppler para medir la velocidad del viento y la polarización dual para identificar los tipos de precipitaciones.
- 8) **Radares cartográficos.** Se utilizan para escanear una gran región geográfica para aplicaciones de geografía y teledetección. Debido a su uso de radar de apertura sintética, se limitan a objetos relativamente estáticos. Hay algunos sistemas de radar específicos que pueden detectar a los seres humanos detrás de las paredes gracias a las características reflectantes de los seres humanos que son más diversas que las que se encuentran en los materiales de construcción.
- 9) **Radares de Navegación.** Son generalmente los mismos que los de búsqueda. Sin embargo, vienen con longitudes de onda mucho más cortas que son capaces de

reflejarse desde la tierra y desde las piedras. Son más comunes en barcos comerciales y otras aeronaves comerciales de larga distancia. Hay varios radares de navegación que incluyen los radares marinos comúnmente montados en los buques para evitar colisiones y con fines de navegación.

2.1.7 Aplicaciones de los radares

Los radares nos permiten identificar la presencia de objetos dentro de un espacio determinado, y en algunos casos incluso su forma, tamaño y velocidad. Debido a la naturaleza del funcionamiento de los radares, estos dispositivos pueden ser utilizados en una amplia variedad de campos, tanto civiles como militares.

Algunas de las aplicaciones de los radares podrían dividirse en 5 áreas de implementación, dentro de las cuales habría más de una utilización. (Elprocus, 2018)

Aplicaciones militares:

- ❖ En defensa aérea se utiliza para la detección de objetivos, el reconocimiento de objetivos y el control de armas (dirigiendo el arma a los objetivos rastreados).
- ❖ En un sistema de misiles para guiar el arma.
- ❖ Identificar las localizaciones enemigas en el mapa.

Control de Tráfico Aéreo:

- ❖ Controlar el tráfico aéreo en las proximidades de los aeropuertos. El RADAR de Vigilancia Aérea se utiliza para detectar y mostrar la posición de la aeronave en las terminales del aeropuerto.
- ❖ Guiar a la aeronave para que aterrice con mal tiempo utilizando el RADAR de Aproximación de Precisión.
- ❖ Para escanear la superficie del aeropuerto en busca de posiciones de aviones y vehículos terrestres

Teledetección:

- ❖ Puede ser usado para observar el clima o para observar posiciones planetarias y monitorear el hielo marino para asegurar una ruta suave para los barcos.

Control de Tráfico Terrestre:

- ❖ Puede ser utilizado por la policía de tráfico para determinar la velocidad del vehículo, controlando el movimiento de los vehículos mediante advertencias sobre la presencia de otros vehículos o cualquier otro obstáculo detrás de ellos.

Espacio:

- ❖ Guiar el vehículo espacial para un aterrizaje seguro en la luna
- ❖ Observar los sistemas planetarios
- ❖ Para detectar y rastrear satélites
- ❖ Para monitorear los meteoritos

De igual manera los radares aerotransportados, es decir, aquellos que son utilizados por aviones, tienen una gran variedad de aplicaciones tanto en el ámbito civil como en el militar. De acuerdo a Stimson 1998, las aplicaciones más representativas serían las que se muestran en la Tabla 10.

Tabla 10. Aplicaciones representativas de un radar aéreo. (Stimson et al., 1998)

CIVIL	MILITAR
Detección de clima peligroso	Reconocimiento / Vigilancia
Evitar tormentas	Vigilancia de largo alcance
Alerta de vientos fuertes	Alerta temprana
Apoyo a la navegación	Vigilancia marítima
Marcado de instalaciones lejanas	Sistema de batalla terrestre
Facilitar el control de tráfico aéreo	Vigilancia a baja altitud
Evitar colisiones en el aire	Cazas/Interceptores
Vuelo ciego a baja altitud	Búsqueda aérea
Altitud de avance msmt	Evaluación de redadas

Actualización de la velocidad de precisión	Identificación de objetivos
Mapeo del terreno	Control de disparo de armas y misiles
Patrulla de hielo	Guía de misiles
Cartografía de terrenos	Entrega de armas Aire/Tierra
Vigilancia ambiental	Bombardeo táctico a ciegas
Aplicación de la ley	Bombardeos estratégicos
Guía de aterrizaje a ciegas	Supresión de defensas
Búsqueda de corto alcance en el mar	Fusibles de proximidad
Búsqueda y rescate	Artillería
Detección de submarinos	Misil teledirigido

2.2 AVIONES FURTIVOS (STEALTH AIRCRAFT)

2.2.1 Introducción

El sigilo o Stealth se refiere al acto de tratar de ocultar o evadir la detección. La tecnología de sigilo se está convirtiendo cada vez más en una herramienta primordial en la batalla, especialmente en las "guerras de alta tecnología". Si dichas guerras se produjeran en el futuro, lo más probable es que la tecnología Stealth fuera un factor determinante para ganar en combate, pues la invisibilidad significa invencibilidad.

Capaces de atacar con impunidad, los aviones, misiles y buques de guerra furtivos son prácticamente invisibles para la mayoría de los tipos de sensores militares. La experiencia adquirida en el frente de combate pone de relieve la necesidad de incorporar características de ocultación (sigilo) en la propia fase de diseño. Según la sabiduría militar convencional, la sorpresa es la mejor forma de ataque. Sin embargo, con métodos de detección cada vez más sofisticados, resulta cada vez más difícil atrapar al enemigo desprevenido. De esta manera se abre el camino para el desarrollo de tecnologías cada vez más sofisticadas que ayudan a eludir los "ojos" siempre vigilantes del enemigo.

La tecnología Stealth se ocupa esencialmente de diseños y materiales diseñados con el propósito militar de evitar la detección por radar o por cualquier otro sistema electrónico. La tecnología de sigilo o anti-detección se aplica a vehículos (por ejemplo, tanques), misiles,

barcos y aeronaves con el objetivo de hacer que el objeto sea más difícil de detectar a distancias cada vez más cortas, proporcionando así un elemento de sorpresa en los ataques. Atacar por sorpresa le da al atacante más tiempo para realizar su misión y salir antes de que la fuerza defensora pueda contraatacar. Por ejemplo, si un misil tierra-aire de un tipo de batería antiaérea que defiende un objetivo observa la caída de una bomba y supone que debe haber una aeronave furtiva en las cercanías, sigue sin poder responder si no puede fijar la aeronave en el radar para derribarla. (Zachariah, 2009)

2.2.2 Historia de los aviones furtivos

A finales de los años 30 y 40, la tecnología de radar se utilizaba comúnmente para la detección de aeronaves. Dado que la tecnología de radar se desarrolló durante la Segunda Guerra Mundial, no debería sorprender que los primeros intentos de tecnología de ocultación se produjeran también durante este período. Sin embargo, podría ser sorprendente saber que fueron los alemanes, no los Aliados, quienes trabajaron en el proyecto. Los alemanes respondían al éxito que los aliados estaban teniendo con los primeros equipos de radar. Su radar no sólo fue muy eficaz para detectar los bombarderos enemigos que se acercaban, sino que también fue muy importante en la batalla por el Atlántico. Los alemanes desarrollaron una pintura que absorbía el radar. Aunque esta pintura a base de ferrita era demasiado pesada para los aviones, se podía utilizar en submarinos. (Zachariah, 2009)

La guerra provocó una constante necesidad de probar y desarrollar nuevas tecnologías con aplicaciones bélicas. Esta situación impulsó significativamente el crecimiento de varias industrias en los países beligerantes, entre las que se encuentra la aeroespacial. Sin embargo, a pesar de estos avances tempranos, la tecnología furtiva no continuó avanzando al mismo ritmo durante los siguientes años.

Como se mencionó anteriormente, la capacidad de atacar al enemigo sin ser visto representa una gran ventaja estratégica en combate, la cual pudiera resultar determinante para la victoria. No obstante, el rápido desarrollo de los radares en los años posteriores a la guerra, dificultaban que los aviones pudiesen lograr dicho cometido. En el contexto de la Guerra Fría, ambas

superpotencias estaban enfrascadas en una competencia perpetua por desarrollar armas más avanzadas y poderosas que su contrincante.

En 1974, al realizar una revisión de las batallas aéreas de Vietnam y el Medio Oriente, la Fuerza Aérea de los Estados Unidos concluyó que en el futuro sus aviones tendrían grandes dificultades para atravesar fuertes defensas aéreas a menos que su detectabilidad por radar pudiera ser reducida. En consecuencia, se inició el desarrollo de lo que se ha dado en llamar aeronaves de bajo nivel observable o de sigilo. En términos generales, un caza convencional tiene una sección transversal de reflectividad de radar (RCS, por sus siglas en inglés) comparable a la de una camioneta. En contraste, como se puede mostrar en la Figura 34, incluso una aeronave de sigilo bastante grande tiene un RCS no mayor que el de un ave. (Stimson et al., 1998)



Figura 34. Bombardero B-2. Incluso una aeronave de sigilo de grandes proporciones tiene una sección transversal de reflectividad de radar no mayor a la de un ave. (Zachariah, 2009)

Para que los aviones furtivos puedan mantenerse fuera del rango de visión del enemigo, es necesario que se cumplan algunas condiciones específicas referentes a la forma y al material de la aeronave. Una de dichas condiciones incluye evitar que el avión sea detectado debido a su antena y a las ondas que esta emite, motivo por el cual a continuación se describirán las características que dichas antenas deben poseer.

2.2.3 Antenas en los aviones de sigilo

Visto de frente, la antena del radar de un caza convencional por sí sola tiene un RCS muchas veces mayor que la del caza. Poner una antena de este tipo en la nariz de un avión furtivo sería, como mínimo, muy contraproducente. Además, incluso si la aeronave lograra evitar ser detectada, las señales radiadas por el radar serían interceptadas por el enemigo a gran distancia, lo que revelaría tanto la presencia de la aeronave como su ubicación. Por estas razones, el primer caza furtivo estadounidense, mostrado en la Figura 35, ni siquiera llevaba un radar.



Figura 35. Dado que en esa época ningún radar tenía tanto una antena de baja RCS como con una baja probabilidad de que sus señales fueran interceptadas útilmente por un enemigo, el primer caza furtivo de Estados Unidos, el F-117 (Nighthawk), no estaba equipado con un radar. (Lockheed, 2019)

Por graves que sean estos problemas, ambos pueden resolverse de manera aceptable. La posibilidad de ser detectado debido a las antenas disminuye mediante el uso de un Reductor de Antena, el cual se explica a continuación.

Reductor de antena RCS. La primera de varias medidas que se deben tomar para minimizar el RCS de la antena de un radar es montarlo en una posición fija en la estructura de la aeronave, inclinado para que su cara no refleje las ondas de radio en la dirección de un radar iluminador.

Por supuesto, el haz del radar no se puede dirigir mecánicamente. Este requisito influye significativamente en el diseño de la parte delantera del radar. Existen varios enfoques posibles para la dirección no mecánica del haz.

El más simple y más utilizado es el sistema de dirección eléctrica pasiva (ESA). Se trata de una antena de arreglo planar, en la que se inserta un desfaseador controlado por ordenador en el sistema de alimentación inmediatamente detrás de cada elemento radiante. Mediante el control individual de los desfaseadores, el haz formado por el array puede ser dirigido a cualquier lugar dentro de un espacio de un campo o consideración bastante amplio.

Una implementación más versátil, pero considerablemente más costosa, es la ESA activa. Se diferencia del SEE pasivo en que tiene un pequeño módulo transmisor/receptor (T/R) insertado detrás de cada elemento radiante. Para dirigir el haz, en cada módulo se incluyen disposiciones para controlar tanto la fase como la amplitud de las señales que el módulo transmite y recibe.

2.2.4 Características que permiten la detección de objetivos

En el ámbito militar, existen distintas maneras para lograr que los objetivos enemigos puedan ser detectados dentro de un rango determinado, ya sea que estos se encuentren estáticos o que estén en movimiento.

Para poder detectar la presencia de un objetivo, existe algo que el K.B.N College of Engineering denomina “Firma”. Dicho concepto hace alusión al indicador único que permite advertir la presencia de ciertos materiales o tropas; especialmente las emisiones electrónicas características emitidas por un cierto tipo de vehículo, radar, radio o unidad. Por lo tanto, la firma puede definirse como cualquier actividad o radiación, o como la característica del cuerpo que ayuda a revelar su presencia en un punto en particular.

De acuerdo al autor Zachariah 2009, los métodos de detección principales serían los siguientes:

- ❖ **RCS (Radar Cross Section):** - Aviones, misiles, barcos, vehículos terrestres.
- ❖ **Firma infrarroja:**-Aviones, Misiles, Barcos, Vehículos Terrestres, Submarinos.

- ❖ **Firma Acústica:** - Predominantemente para Submarinos (SONAR), Buques, Aviones, etc.
- ❖ **Firma visible:** - Predominantemente para vehículos terrestres, aeronaves y barcos.
- ❖ **Sección transversal láser:** Aeronaves, misiles, barcos, vehículos terrestres.
- ❖ **Firma Magnética:** - Submarinos, Barcos

Como se puede observar, cada método permite detectar cierto tipo de vehículos. Un sistema de defensa efectivo implicaría la combinación de dos o más métodos de detección, con el fin de aumentar las probabilidades de éxito.

Se tiene entonces, que en el caso de los aviones, todos los métodos antes mencionados son aplicables, a excepción de la firma magnética, la cual se utiliza para barcos y submarinos. Dado que en esta investigación el enfoque será en los aviones, solo se tratarán aquellas características relacionadas a dichos vehículos.

2.2.5 Formas de invisibilidad

Existen distintas formas de lograr la llamada “invisibilidad” que caracteriza a los aviones furtivos, cada una de las cuales intenta contrarrestar las características de detección mencionadas en el apartado anterior.

2.2.5.1 Infrarrojo (IR)

Las técnicas de detección IR pasiva se basan en el hecho de que cada átomo de materia envía continuamente radiación electromagnética a una longitud de onda IR que corresponde a su temperatura. Los detectores IR identifican una aeronave discriminando su radiación IR con la del fondo; por lo tanto, es deseable tener una emisión IR de la aeronave cercana a la radiación de fondo. Dado que el control de una emisión de IR durante una operación militar no siempre es factible, el control de emisiones de IR debe incorporarse en la fase de diseño de la propia aeronave. Los principales contribuyentes de la firma IR son el fuselaje, la carcasa del motor y el penacho. La cantidad de radiación IR incidente en la banda del detector depende de la cantidad de radiación emitida por la fuente, su posición con respecto al detector, y la cantidad de radiación que es atenuada (absorbida y dispersada) por la atmósfera en su camino hacia el

detector. No siempre es posible operar en una posición que resulte en una cantidad mínima de incidentes IR en el detector en su banda. Tampoco es posible controlar la cantidad de atenuación atmosférica del IR emitida por la fuente en la dirección del detector. Por lo tanto, la única operación que queda es controlar la intensidad de infrarrojos emitida por la fuente. (Zachariah, 2009)

Los Sistemas de Supresión de Firmas Infrarrojas (IRSS) como Black Hole Ocarina, Film cooled tail pipe y Centre Body tail pipe; son algunas de las populares contramedidas IR adoptadas. Además, para evitar a los misiles guiados por infrarrojo, con frecuencia se emplean contramedidas tales como sistemas de interferencia por infrarrojos, bengalas infrarrojas o señuelos. A continuación se describen brevemente algunos de los métodos utilizados para contrarrestar la detección de la firma infrarroja en los aviones.

Sistema IRSS Black Hole Ocarina (BHO). Este sistema tiene la ventaja de bloquear ópticamente las partes calientes del motor, y enfriar el conducto de escape y el penacho. El sistema Black Hole es una boquilla con aletas y curvaturas internas para evitar la visión directa de las superficies calientes de los gases de escape internos, como se muestra en la figura. La curvatura de la boquilla evita la línea de visión directa de las partes calientes del motor. Ocarina es un sistema de escapes múltiples diseñado para disipar la pluma de escape y reducir la radiación de la pluma. Tanto el sistema Black Hole como el sistema Ocarina se han fusionado para crear el Black Hole Ocarina, el cual se muestra en la Figura 36, y que tiene las ventajas de una boquilla curvada de un sistema Black Hole y las múltiples salidas de un sistema ocarina. La boquilla actúa como un bloque óptico para la visión directa de las partes calientes del motor, y los múltiples escapes con el sistema de eyección enfrían la pluma y la disipan de manera que se reduce la radiación de la pluma. El aire de escape caliente aspira el aire frío del compartimento del motor y reduce la temperatura del penacho. El aire exterior que pasa por encima de la boquilla con aletas la enfría.

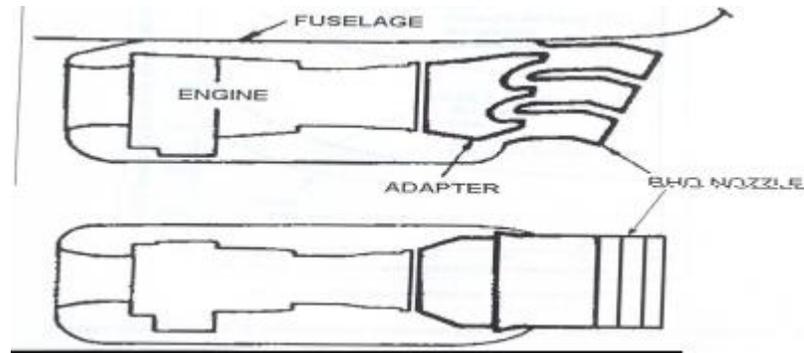


Figura 36. Black Hole Ocarina (BHO) (Zachariah, 2009)

Sistema IRSS Face Cooled Tailpipe (FCT). El tubo de escape enfriado por película (FCT) arrastra el aire secundario por acción eyectora para enfriar el tubo de escape y la pluma calientes. Se trata de un sistema pasivo que depende de la distribución de la presión estática a lo largo de la longitud del dispositivo para extraer el aire ambiente. El FCT fue diseñado para ser un "kit de misión", y como tal es fácilmente reequipable con el escape de fábrica de la aeronave sin ninguna modificación de la misma. Como se muestra en la Figura 37, el FCT consiste en una boquilla, una cuña de flujo a lo largo del flujo de la boquilla y ranuras de enfriamiento de la película para la entrada de aire frío. Debido a la acción del eyector, el aire frío entra por las ranuras de enfriamiento de la película y enfría el aire de escape. El FCT proporciona enfriamiento pasivo tanto del metal como del penacho. El FCT necesita modificaciones mínimas en el helicóptero para su instalación y es moderadamente efectivo en todas las condiciones de vuelo. La pérdida de potencia del motor notificada debido a la instalación del FCT es del orden del 2% de la potencia máxima del motor.

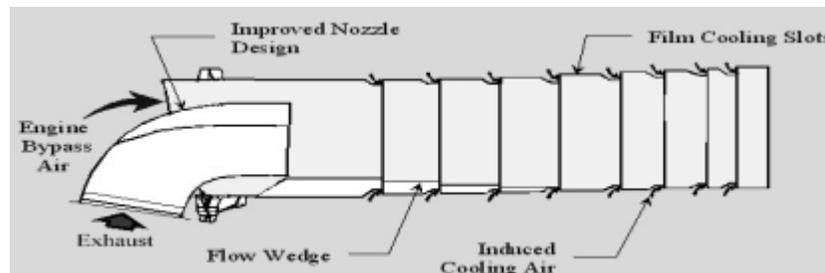


Figura 37. Film Cooled Tailpipe (Zachariah, 2009)

Materiales del tipo Near Infrared Absorbing (NIR). Los sólidos y polímeros orgánicos que se absorben en la región del infrarrojo cercano (NIR) (1000-2000 nm) representan una clase de materiales emergentes y muestran un gran potencial para su uso en fotónica, telecomunicaciones. Los aniones radicales de imidas aromáticas apiladas, matrices de forfirinas fundidas, politiofenos, biftalocianinas de lantánidos tipo sándwich, semiquinonas y complejos de metales binucleares de valencia mixta son algunos ejemplos conocidos de materiales orgánicos absorbentes de NIR. La mayoría de estos materiales absorbentes NIR son también electroquímicamente activos o electrocrómicos (EC). Los materiales orgánicos absorbentes de NIR son materiales de baja separación en banda (por ejemplo, 0.75 eV o 1550 nm) y por lo tanto deben contener un sistema de conjugación extendido o de valencia mixta. Los materiales orgánicos que son eléctricamente, ópticamente o térmicamente activos en la región NIR, específicamente en las longitudes de onda de telecomunicación (por ejemplo, 1310 y 1550 nm) pueden, en principio, utilizarse en un dispositivo de atenuación y absorción óptica o antirreflejos, debido a sus propiedades eléctricas y ópticas únicas, fabricación de bajo costo y factibilidad para su uso en un dispositivo óptico monolíticamente integrado.

2.2.5.2 Sección transversal del radar (RCS)

De acuerdo a Zacariah 2009, la sección transversal del radar (RCS) es una medida de cuán detectable es un objeto con un radar. Un RCS más grande indica que un objeto puede ser detectado con mayor facilidad.

Cuando las ondas de radar son transmitidas a un blanco, sólo una cierta cantidad es reflejada. Un número de factores diferentes determinan cuánta energía electromagnética retorna a la fuente, como por ejemplo:

- ❖ Material del que está hecho el objetivo;
- ❖ Tamaño absoluto del objetivo;
- ❖ Tamaño relativo del blanco (en relación con la longitud de onda del radar iluminador);
- ❖ El ángulo incidente (ángulo en el que el haz del RADAR golpea una porción particular del blanco que depende de la forma del blanco y de su orientación a la fuente del RADAR);

- ❖ Ángulo reflejado (ángulo en el que el haz reflejado sale de la parte del blanco que golpea, depende del ángulo incidente);
- ❖ Del emisor de radar;
- ❖ Distancia entre emisor-objetivo-receptor.

A pesar de la importancia que tienen en la detección de objetivos, la fuerza del emisor y la distancia no son factores que afecten el cálculo de un RCS, porque el RCS es (aproximadamente) sólo una propiedad del objetivo.

La sección transversal del radar se utiliza para detectar aeronaves en una amplia variación de rangos. Por ejemplo, un avión de sigilo (que está diseñado para ser indetectable) tendrá características de diseño que le dan un bajo RCS (como pintura absorbente, superficies lisas, superficies específicamente inclinadas para reflejar la señal en otro lugar que no sea hacia la fuente), a diferencia de un avión de pasajeros que tendrá un RCS alto (metal desnudo, superficies redondeadas que efectivamente garantizan reflejar alguna señal de vuelta a la fuente, muchos baches como los motores, antenas, etc.). El RCS es una parte integral del desarrollo de la tecnología de ocultación de radares, particularmente en aplicaciones que involucran aviones y misiles balísticos.

Uno de los desafíos afrontados en el desarrollo de esta investigación, es obtener libre acceso a la información más relevante y actual del tema, pues los datos de RCS para los aviones militares actuales son en su mayoría clasificados.

El RCS es la única variable que está fuera del control del diseñador de radares. La relación del RCS con el rango de detección no es en proporción directa, debido a los efectos de dispersión cónica y radial. El rango de detección es proporcional a la cuarta raíz de RCS. Por ejemplo, si un radar dado tiene un alcance de 100 millas contra un objetivo con un RCS de 10 metros cuadrados, su alcance será de ochenta y cinco millas contra un objetivo de la mitad de la reflectividad (5 metros cuadrados). Un RCS de 1m^2 se traduce en un rango de detección de cincuenta y cinco millas. Por lo tanto, una reducción del noventa por ciento en la reflectividad equivale a una reducción del cuarenta y cinco por ciento en el rango de detección; una característica poco inspiradora. Una reducción muy grande en el RCS, no 1/10 sino 1/1000, es esencial para tener un efecto tácticamente significativo (por ejemplo, una reducción del 82%

en el rango de 1/1000). Lo que hace que el sigilo sea posible y que valga la pena el esfuerzo es que estas enormes reducciones en el RCS del objetivo (órdenes enteras de magnitud) son alcanzables, y la razón por la que son alcanzables es que los aviones convencionales no sigilosos son blancos de radar casi ideales. La búsqueda de un avión mediante un radar puede compararse a la búsqueda con una linterna de un pequeño modelo de avión suspendido en algún lugar de una sala de conciertos de color negro, colgado con cortinas de color negro mate. Lo difícil que será encontrar el modelo depende de muchas otras cosas además de su tamaño. Si el modelo de aeronave es de color blanco, se puede elegir fácilmente. Si está muy pulido, brillará; el observador verá parches de luz en su superficie que parecen casi tan brillantes como la linterna. Los destellos serán particularmente fuertes si el modelo tiene superficies planas con un ángulo de noventa grados con respecto a la fuente de luz. Otros objetivos pueden tener características completamente diferentes.

Hay dos aspectos generales de las técnicas de minimización de RCS. Uno se enfoca en el esfuerzo de dar forma al fuselaje, por lo que cubre consideraciones geométricas de diseño que se toman en cuenta a la hora de aspirar a un nivel de bajo RCS.

El otro principio se denomina "Materiales Absorbentes de Radar", también conocido como RAM por sus siglas en inglés, el cual se ocupa de los materiales que ayudan a reducir la reflectividad de la aeronave, así como de las estructuras que soportarán estos materiales y que los integrarán en el fuselaje (a menudo denominadas "estructuras absorbentes de radar").

Por supuesto, estos dos ejes no son tomados en consideración de forma aislada durante el proceso de diseño de la aeronave, pues es necesario tener una visión integral que considere una gran variedad de aspectos.

En esta investigación el enfoque principal será en analizar los materiales RAM, los cuales permiten la absorción de las ondas de radar. Dichos materiales serán abordados más a fondo en el siguiente apartado.

2.3 MATERIALES ABSORBENTES DE RADAR (RAM)

2.3.1 Introducción

El concepto de reducción y control de la sección transversal de radar (RCS) ha sido un tema de interés desde la Segunda Guerra Mundial. Inicialmente se intentó reducir la detectabilidad de la aeronave empleando madera y otros materiales compuestos como materiales de la aeronave, ya que eran menos reflectantes a las ondas de radar que un metal. Después de la sistematización inicial, la conformación y el recubrimiento (con materiales absorbentes de radar) surgieron como las técnicas primarias para la reducción del RCS.

Los recubrimientos de RAM se han utilizado desde los años 50 para lograr un diseño de aeronaves de bajo RCS. Los materiales RAM también fueron útiles para mitigar el efecto de acoplamiento y las interferencias entre las antenas montadas en la superficie de las aeronaves. El avión de reconocimiento Lockheed U-2 y el avión de combate F-117 son algunos ejemplos en los que se han utilizado RAM para RCS.

El campo asociado con el retorno del radar puede reducirse recubriendo la superficie interior del recinto con RAM o rediseñando la forma del recinto. Los RAM y la alineación de las superficies de entrada requieren un diseño inteligente. Además, la gama de frecuencias en la que se requiere una baja observabilidad es amplia y abarca con frecuencia de dos a tres órdenes de magnitud. También se sabe que los parámetros constitutivos de los recubrimientos dependen sobre todo de la frecuencia y la temperatura. (Singh & Jha, 2015)

Los materiales absorbentes de radar se esfuerzan por reducir la energía reflejada de vuelta al radar por medio de la absorción o interferencia destructiva. La energía del radar es absorbida a través de uno o más de varios mecanismos, que pueden involucrar las propiedades dieléctricas o magnéticas de los materiales.

La técnica se basa en encontrar una disposición de materiales dieléctricos o magnéticos que puedan presentar la impedancia adecuada a la onda incidente. La idea general es establecer una impedancia deseable que presente buenas cualidades de correspondencia y absorción, de modo que el RAM pueda aceptar y luego atenuar la onda incidente. (Yuzcelik, 2003)

Las exigencias electromagnéticas que se imponen a los materiales RAM varían en función de la aplicación específica, y no existe una panacea capaz de ser utilizada universalmente. El revestimiento de una cámara anecoica, por ejemplo, debe proporcionar niveles muy altos de absorción de energía en una amplia gama de frecuencias, mientras que las obstrucciones del radar y las imágenes fantasmas de la televisión requieren tratamiento en una sola frecuencia. En el campo militar, la cobertura de banda ancha es generalmente requerida, pero las condiciones ambientales y las restricciones de tamaño y peso son mucho más severas. (Lederer, 1986)

En resumen, los requisitos de un RAM para su uso en la reducción de RCS son:

- 1) El material absorbente debe tener una respuesta de frecuencia adecuada,
- 2) Debe funcionar para dos polarizaciones ortogonales, y
- 3) Debe trabajar con las características especificadas del ángulo de aspecto.

Elegir un RAM que satisfaga simultáneamente todos estos requisitos y que, sin embargo, sea físicamente realizable es difícil, si no imposible. Las consideraciones de peso y medio ambiente (por ejemplo, temperatura, lluvia, nieve, etc.) juegan un papel importante a la hora de decidir el grosor de cualquier recubrimiento de RAM.

2.3.2 Mecanismos de pérdida electromagnética

En las frecuencias de radar, la reducción de la reflexión de un objeto puede lograrse mediante uno de dos mecanismos: (1) absorción y (2) cancelación. Los recubrimientos, también conocidos como absorbentes de resonancia, reducen el RCS mediante la cancelación de múltiples reflexiones. La absorción es la transferencia de la energía de la onda incidente al material. La propiedad principal de un material absorbente de radar es disipar la energía de la onda incidente en calor. Estos materiales tienen parámetros constitutivos que son números complejos.

Los mecanismos de pérdida se contabilizan en la permitividad (ϵ) y la permeabilidad (μ) del material. Al expresar la permitividad y permeabilidad compleja, el valor relativo (ϵ_r) y la permeabilidad relativa (μ_r) que se normalizan por el valor de la temperatura libre se utilizan los valores de espacio ϵ_0 , μ_0 .

La notación compleja para ϵ_r y μ_r se da normalmente como

$$\begin{aligned}\epsilon &= \epsilon' - j\epsilon'' = \epsilon_0(\epsilon_r' - j\epsilon_r''), \\ \mu &= \mu' - j\mu'' = \mu_0(\mu_r' - j\mu_r''),\end{aligned}\tag{14}$$

donde la parte real (parte de almacenamiento de energía) se muestra como una prima, y la parte imaginaria (pérdida) se muestra como una prima doble. La parte real de la permitividad (o permeabilidad) es una medida del grado en que el material será polarizado (o magnetizado) por la aplicación de un campo eléctrico (o magnético). La parte imaginaria es una medida de las pérdidas de energía incurridas al reorganizar la alineación de los dipolos eléctricos (o magnéticos) en ese campo aplicado. (Lederer, 1986)

A frecuencias de microondas la energía absorbida puede ser transferida a las moléculas, similar a la pérdida óhmica de los conductores. A medida que la energía de la onda se transfiere al material, los dipolos moleculares oscilan. La cantidad de pérdida es determinada por las partes imaginarias de permeabilidad y permitividad o, de manera equivalente, por las tangentes de pérdida,

$$\begin{aligned}\tan\delta_\epsilon &= \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \\ \tan\delta_\mu &= \frac{\mu''}{\mu'}\end{aligned}\tag{15}$$

Se llaman tangentes de pérdida porque son una medida de la pérdida en el medio. Las tangentes de pérdida están típicamente en el rango de 0.001-0.1 y por lo tanto la atenuación de la onda en decibeles por metro es bastante pequeña. En el caso general, la mayoría de las pérdidas de un sistema eléctrico se debe a la conductividad finita del material. Por otro lado, la pérdida por absorbentes magnéticos se debe a la magnetización en frecuencias de microondas. Frecuentemente es conveniente expresar la pérdida en términos de conductividad

$$\epsilon_r'' = \frac{\sigma}{\epsilon_0}\tag{16}$$

Donde σ es la conductividad y ω es la frecuencia en radianes. En notación polar, los valores relativos se definen como

$$\begin{aligned}\varepsilon_r &= |\varepsilon_r|e^{j\delta_\varepsilon} \\ \mu_r &= |\mu_r|e^{j\delta_\mu}\end{aligned}\quad (17)$$

La velocidad de fase en el medio es

$$u_p = \frac{\omega}{\beta} = \frac{c}{\sqrt{\mu_r' \varepsilon_r'}} \quad (18)$$

Del mismo modo, la impedancia intrínseca se expresa en términos de μ_r y ε_r como,

$$\eta = \eta_0 \sqrt{\mu_r \varepsilon_r} \quad (19)$$

Dónde η_0 es la impedancia intrínseca del espacio libre, e igual a 120π o aproximadamente 377Ω .

En aplicaciones prácticas, una capa de dieléctrico a menudo estará respaldada por una superficie conductora. En ese caso, se puede realizar un análisis de la línea de transmisión para encontrar la impedancia de entrada efectiva en la cara frontal de la capa. Para una superficie metálica plana recubierta con una fina capa de material dieléctrico (frecuentemente llamada capa de Dallenbach), la impedancia de entrada característica Z_{in} viene dado por

$$Z_{in} = \sqrt{\frac{\mu_r}{\varepsilon_r}} \tanh(-jk_0 t \sqrt{\mu_r \varepsilon_r}) \quad (20)$$

Donde t es el espesor de la capa como se muestra en la Figura 38. En el equivalente de línea de transmisión, el coeficiente de reflexión se define como

$$\Gamma = \frac{Z_{in} - Z_0}{Z_{in} + Z_0} \quad (21)$$

Donde puede ser expresado como

$$\Gamma = \frac{\frac{Z_{in}}{Z_0 - 1}}{\frac{Z_{in}}{Z_0 + 1}} \quad (22)$$

Está claro en las ecuaciones (21) y (22) que si $\Gamma=0$ entonces $Z_{in}=Z_0$ y la carga se dice que es igual a la línea. Por lo tanto, no habrá onda reflejada en la cara externa.

El objetivo del diseño RAM es obtener un material cuyo coeficiente de reflexión sea lo más pequeño posible en una gama de frecuencias lo más amplia posible. Está claro que a menos que el material tenga alguna pérdida, la amplitud del coeficiente de reflexión será controlada enteramente por la relación de fase y amplitud entre la porción de la onda incidente reflejada en la superficie frontal y la porción que retorna por reflexiones en la superficie de apoyo. (Yuzcelik, 2003)

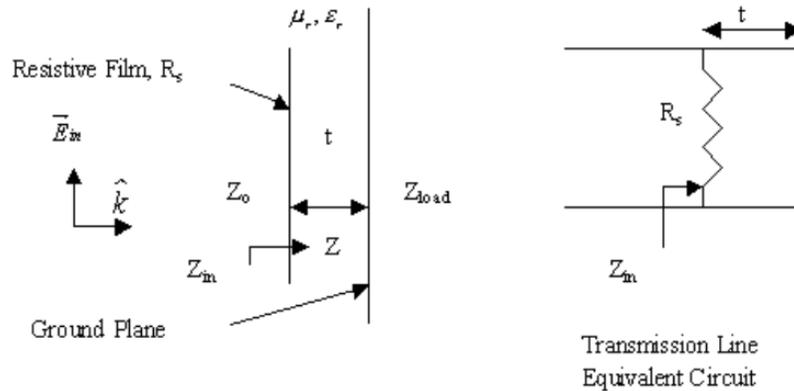


Figura 38. Esquema de reflexión especular (Yuzcelik, 2003)

2.3.3 Teoremas para los absorbentes

De acuerdo a Yuzcelik (2003), se han desarrollado dos teoremas para la retrodispersión a partir de cuerpos conductores recubiertos de absorbentes que son iluminados por ondas planas.

- ❖ **Teorema 1:** Si un objetivo tiene valores iguales de permitividad y permeabilidad relativa, es decir, $\epsilon/\epsilon_0 = \mu/\mu_0$ en cada punto, entonces el campo retrodispersado es cero, si la forma y el material del cuerpo permanecen inalterados para una rotación de 90

grados del cuerpo alrededor de la dirección de incidencia, que también es la dirección de observación.

Una onda incidente a lo largo del eje de simetría de un cuerpo de revolución satisface los requisitos geométricos del teorema. Si el cuerpo tiene una permeabilidad y una permitividad constantes, deben ser iguales: $\mu_r = \epsilon_r$.

- ❖ **Teorema 2:** Para una onda plana incidente en un blanco, los campos retrodispersados serán cero si la forma y los parámetros constituyentes del blanco son invariantes con respecto a una rotación de 90 grados alrededor de la dirección de incidencia (observación), y si la impedancia intrínseca del material es igual a la impedancia del espacio libre, $\eta = \eta_0$, y se cumple la siguiente condición de límite de impedancia en la superficie del cuerpo.

Estos teoremas se derivan directamente de las ecuaciones de Maxwell y de las condiciones de frontera que se aplican a cualquier frecuencia e incluyen todos los mecanismos de pérdida y dispersión posibles. Desafortunadamente, los objetivos de radar prácticos no satisfacen las limitaciones de geometría impuesto por los teoremas.

2.3.4 Diseño y rendimiento de absorbentes dieléctricos multicapa

El objetivo del diseño de un material absorbente de radar es obtener una capa (o capas) con el menor espesor posible, que tenga el menor coeficiente de reflexión, que funcione dentro de una amplia gama de frecuencias, que sea de fácil aplicación, de bajo coste, ligero y duradero.

A continuación, se describirán los tipos de RAM que se utilizan habitualmente, en función de sus características de diseño y rendimiento. En primer lugar, se hablará de las pantallas de Salisbury y de las capas de Dallenbach, que son los dos tipos más antiguos y básicos de absorbentes. Posteriormente, la discusión se extenderá a los absorbedores de banda ancha. (Yuzcelik, 2003)

2.3.4.1 Pantallas de Salisbury

La pantalla de Salisbury (Figura 39) se forma colocando una lámina resistiva sobre la superficie del objeto para crear un absorbente de resonancia. Si la película resistiva es del

conductor, entonces una sección de línea de transmisión de un cuarto de longitud de onda transforma el cortocircuito en la placa del conductor en un circuito abierto (conductancia, $G=0$). Por lo tanto, se tiene que

$$\frac{1}{Z_{in}} = \frac{1}{R_s} + \frac{1}{\infty} = \frac{1}{R_s} \quad (23)$$

El coeficiente de reflexión será igual a cero cuando $R_s=377\Omega$. Recordemos que, cuando la línea es de longitud de cuarto de onda o $\lambda/4+n\lambda/2$, donde $n=0$ o un número entero positivo, se proporciona una carga igualada y no se produce ninguna reflexión. Por lo tanto, la prueba de Salisbury es más efectiva en casos de incidencia normal. (Yuzcelik, 2003)

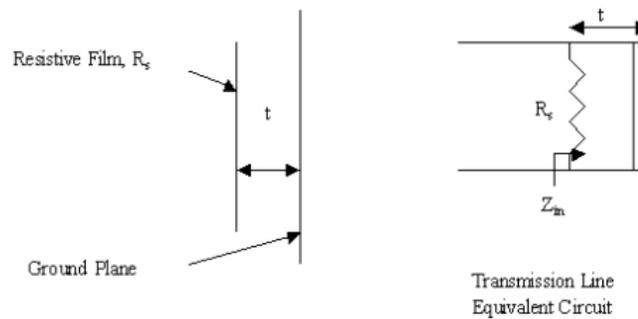


Figura 39. Pantalla de Salisbury. (Yuzcelik, 2003)

Para la incidencia oblicua de una onda plana sobre el absorbedor, la magnitud de los coeficientes de reflexión para polarizaciones paralelas y perpendiculares se expresa en términos de Θ .

$$|\Gamma_{\perp}| = |\Gamma_{\parallel}| \cong \frac{1 - \cos \theta}{1 + \cos \theta} \quad (24)$$

En la Figura 40, se representa la ecuación 24 a ángulos de hasta 35° , donde Θ es el ángulo fuera de lo normal. Cuando el coeficiente de reflexión es inferior a 0.1, el rendimiento es mejor que 20 dB.

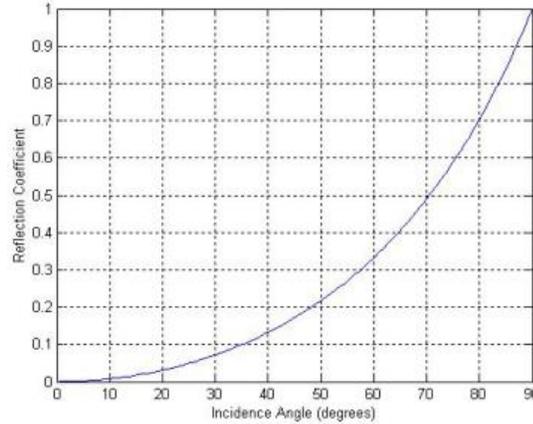


Figura 40. Coeficiente de reflexión como función del ángulo de incidencia. (Yuzcelik, 2003)

Para otros valores de resistividad o espaciado, la cancelación no es completa. Tampoco es completo para un tamaño de pantalla finito, incluso para materiales ideales, debido a las difracciones de borde desde la pantalla y el plano de tierra. Las rápidas oscilaciones para grandes distancias hacen que el absorbedor sea ineficaz en un amplio rango de frecuencias.

2.3.4.2 Capas de Dallenbach

La capa de Dallenbach (Figura 41) consiste en una capa homogénea con pérdidas respaldada por una placa de metal. Similar a la pantalla de Salisbury, la reflexión de la superficie exterior cancela la reflexión de la superficie posterior.

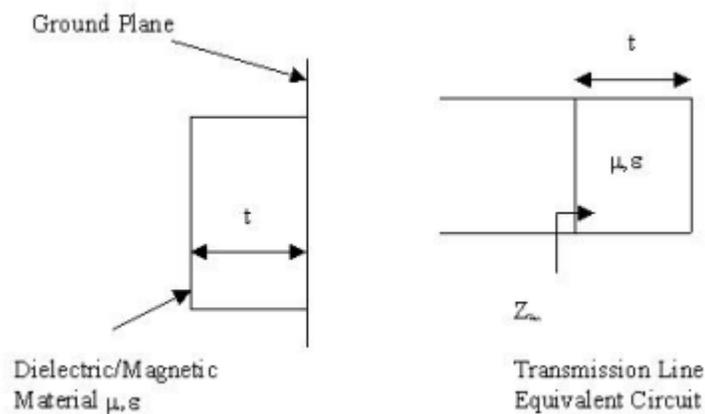


Figura 41. Capa de Dallenbach. (Yuzcelik, 2003)

Como se puede observar, la reflexión en la superficie de un material se debe al cambio de impedancia visto por la onda en la interfaz entre los dos medios. Por lo tanto, si se puede encontrar un material cuya impedancia relativa al espacio libre sea igual a 1 (es decir, $\mu_r = \epsilon_r$), no habrá reflexión en la superficie. En este caso, la atenuación dependerá de las propiedades de pérdida del material (ϵ_r'' , μ_r'') y del espesor eléctrico. Desafortunadamente, los materiales con las propiedades dieléctricas y magnéticas apropiadas para actuar como un RAM emparejado sobre cualquier ancho de banda de frecuencia son difíciles de encontrar. Por lo tanto, el objetivo es optimizar la pérdida en la frecuencia dada con el material disponible. (Yuzcelik, 2003)

2.3.4.3 Absorbedores dieléctricos multicapa

Uno de los objetivos del diseño de un RAM es que el material absorbente del radar sea eficiente en una amplia gama de frecuencias. Sin embargo, al utilizar un absorbedor de una sola capa, el ancho de banda obtenido es generalmente insuficiente. El concepto de absorbedor dieléctrico multicapa se beneficia del cambio de impedancia efectiva con la distancia al material, de modo que se minimizan las reflexiones. Dos importantes absorbedores dieléctricos multicapa serán discutidos en esta sección: (1) Absorbedores Jaumann y (2) Absorbedores dieléctricos graduados.

- 1) **Absorbedores Jaumann.** Se forman colocando las láminas resistivas multicapa de la lámina con la resistividad más alta en la parte delantera y la más baja en la parte trasera, de forma que se pueda mejorar el ancho de banda de una pantalla Salisbury. Teóricamente el ancho de banda del absorbedor de Jaumann puede ser tres veces mayor que el de una sola pantalla de Salisbury.

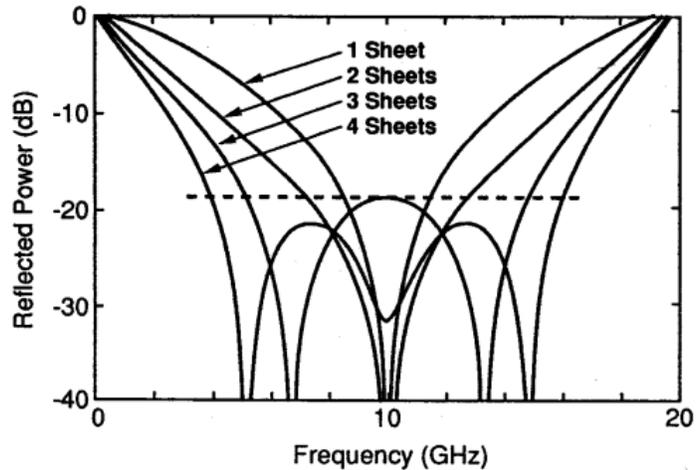


Figura 42. El rendimiento previsto de los absorbedores multicapa Jaumann. (Yuzcelik, 2003)

La Figura 42 muestra la potencia reflejada frente a la frecuencia para absorbedores con numerosas placas resistivas. Es evidente que teóricamente la anchura de banda de frecuencia aumenta con el aumento del número de capas. Para esta ilustración, la separación entre hojas es de 7.5 mm (un cuarto de longitud de onda a 10 GHz) y se utiliza un cono de resistencia cuadrática. Se debe tener en cuenta que la estructura de cuatro hojas tiene aproximadamente cuatro veces el ancho de banda fraccionario de una sola capa. En la Tabla 11 se indica la relación entre el número de hojas, el ancho de banda fraccionado y el espesor total.

Tabla 11. Número de hojas contra el ancho de banda fraccional. (Yuzcelik, 2003)

ANCHO DE BANDA DE ABSORBEDORES JAUMANN		
Número de hojas	Fraccional del ancho de banda	Espesor total (cm)
1	0.27	0.75
2	0.55	1.50
3	0.95	2.25
4	1.16	3.00

- 2) **Absorbedores dieléctricos graduados.** Están contruidos de capas discretas con propiedades que cambian de capa a capa. Una técnica para reducir la reflexión de la cara frontal de un absorbedor plano consiste en producir un material cuya impedancia intrínseca

se aproxima mucho a la unidad mediante el empleo de un gradiente de conductividad hasta cierto grado. Dos ejemplos comunes son el tipo de cabello y los absorbedores de espuma de baja densidad cargados de carbono. Debido a que la propiedad estructural y el rendimiento RCSR de los absorbedores tipo cabello son pobres comparados con los absorbedores piramidales y los dieléctricos graduados, los absorbedores tipo cabello no son ampliamente usados.

Espuma cargada de carbono que utiliza la transición geométrica de un espacio libre a un espacio con pérdidas es otro tipo de absorbedor graduado. La transición al medio con pérdidas establece un gradiente dieléctrico y se reducen las reflexiones. Este tipo de absorbedor suele estar en forma de pirámides o de cuñas de caucho o de espuma de plástico cargadas con un material eléctricamente en pérdida como el carbono. En la Figura 43 se muestra un esquema de dicho absorbedor. Los absorbedores geométricos generalmente no se utilizan en las aplicaciones de RCSR de destino a causa del gran volumen que ocupan.

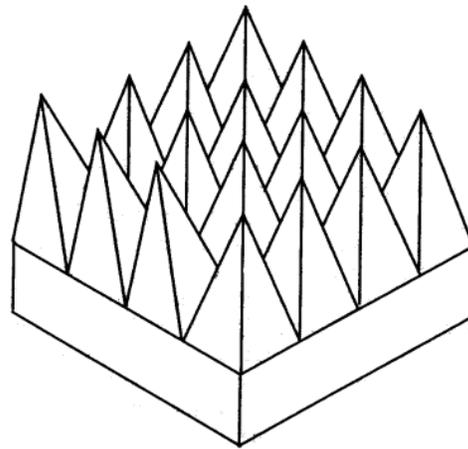


Figura 43. Absorbedor de transición geométrica. (Yuzcelik, 2003)

2.3.5 Materiales RAM magnéticos

Un RAM magnético, como las placas de ferrita, tiene ventajas claras sobre los absorbedores dieléctricos, ya que el RAM magnético sólo requiere una décima parte del espesor del absorbedor dieléctrico para lograr la misma reducción de RCS. Los materiales magnéticos

tienen permeabilidades relativas diferentes a las del espacio libre. Hasta este punto, los enfoques RCSR han empleado una compleja permitividad relativa con un material no magnético ($\mu_r = 1+j0$). Claramente la impedancia intrínseca de tal material es $377/\epsilon_r$, y el índice de refracción es $\sqrt{\epsilon}$. Al tener la permeabilidad relativa distinta a uno, permite modificar aún más la impedancia intrínseca y el índice de refracción y, en consecuencia, el rendimiento de absorción resultante mejora.

Los materiales magnéticos que están disponibles para uso en RAM generalmente tienen permitividades relativas más altas que sus permeabilidades relativas. Por lo tanto, prácticamente hablando, los materiales magnéticos puros (no dieléctricos) con $\epsilon_r = 1+j0$, no existen. La investigación en la ciencia de los materiales ha dado lugar a materiales artificiales contruidos con componentes dieléctricos y magnéticos que tienen una amplia gama de ϵ_r y μ_r . En la mayoría de las aplicaciones, el hierro y sus componentes son los preferidos. Los dos materiales más comunes empleados en RAM son el hierro carbonilo y las ferritas suspendidas en un dieléctrico. (Yuzcelik, 2003)

En este capítulo se proporcionó el marco teórico necesario para explicar y comprender qué son los radares, y cómo funcionan, así como una breve introducción a los aviones furtivos, y cuáles son los mecanismos de “invisibilidad” que éstos utilizan. De igual manera, y retomando los temas aquí mencionados, se dio una introducción a lo qué son los materiales absorbentes de radar (RAM) y a cómo funcionan. Este trabajo se enfoca en el estudio de dichos materiales, puesto que el uso de materiales RAM ofrece mayores ventajas adaptativas y prácticas que la alteración de la geometría de una aeronave, lo cual permite evitar la pérdida de eficiencia aerodinámica de la misma. Así mismo, debido a la naturaleza de las aeronaves, el factor de peso es importante, por lo que dicha consideración deberá ser tomada en cuenta al momento de seleccionar los materiales a utilizar, los cuales deben de ser lo suficientemente ligeros para cumplir con dichas limitaciones.

De acuerdo a Stimson (1998), se sabe que la mayoría de los radares en aviones caza, de ataque y de reconocimiento operan en las bandas X y Ku, y que muchos de ellos lo hacen en la región

de longitud de onda de 3 centímetros de la banda X. Por tal motivo, los materiales RAM deben ser capaces de operar en las frecuencias de dichas bandas.

La absorción de microondas puede lograrse utilizando materiales dieléctricos, magnéticos o compuestos nanoestructurados. Se han utilizado materiales no metálicos en la construcción aeronáutica, más comúnmente para alas, colas y superficies de control. Estos materiales pueden ser integrados o cubiertos con RAMs adecuados para mejorar la absorción de microondas o para minimizar la reflexión.

Ahora bien, una vez conociendo las características principales que dichos materiales deben cumplir para absorber o minimizar la reflexión de las ondas de radar, y retomando lo visto en el capítulo 1, se considera que una opción viable para lograr la implementación de un material RAM sería la utilización de materiales compuestos de matriz polimérica reforzada con nanotubos de carbono.

Capítulo 3. Manufactura y caracterización de materiales RAM

3.1 NANOTUBOS DE CARBONO

3.1.1 Introducción

Cada uno de los tipos de filamentos de carbono tiene aplicaciones específicas que son conferidas por su morfología. Los filamentos de carbono de estructura gráfica (SWNT, MWNT, CNF) comparten muchos campos de aplicación, mientras que las VGCF tienen un campo de aplicación algo más reducido.

La calidad de las nanofibras de carbono como material de refuerzo en materiales compuestos, así como la capacidad de impartir conductividades eléctrica y térmica en matrices aislantes, es presumiblemente inferior a la de los nanotubos de carbono. Sin embargo, la capacidad mundial de producción de nanofibras de carbono es superior en varios órdenes de magnitud a la capacidad de producción de nanotubos de carbono. Este hecho es incluso más relevante si se considera el precio de venta del material. Para el caso de las nanofibras de carbono, ASI tiene un precio final de aproximadamente 150 dólares por kilo, siendo el objetivo conseguir precios inferiores a 5 dólares por kilo. Sin embargo, en el caso de los nanotubos de carbono los precios son muy superiores, del orden de 50 dólares por gramo. (M. Antigüedad, 2008)

A partir de estas consideraciones, y a pesar de que desde un punto de vista industrial, por la disponibilidad del material y por su precio, la investigación en el campo de la aplicación en materiales compuestos de las nanofibras de carbono se considera mucho más atractiva que la de los nanotubos de carbono, se han elegido los nanotubos. Dicha elección se fundamenta en el deseo de evitar renunciar a las capacidades eléctricas superiores de los nanotubos, y dado que esta investigación se basa en un análisis bibliográfico, sin que se pretenda producir muestras experimentales, el precio de los nanotubos no es un factor determinante.

A continuación se presentan algunas de las características y aplicaciones que las nanofibras de carbono poseen. Actualmente el empleo de nanofibras sigue siendo más generalizado que el de los nanotubos, por lo que la información referente a su desempeño es más abundante. No obstante, se presume que los nanotubos de carbono son capaces de lograr las mismas aplicaciones, con un desempeño superior al de las nanofibras.

3.1.1.1 Aditivo para conferir conductividad eléctrica en materiales poliméricos

Las nanofibras de carbono tienen la capacidad de establecer redes conductoras altamente eficaces a bajas concentraciones, en matrices poliméricas. Además, las muestras fabricadas con matrices poliméricas cargadas con nanofibras de carbono presentan acabados superficiales de calidad superior a las muestras fabricadas con cargas conductoras alternativas, tales como las fibras de carbono convencionales, las fibras metálicas o el negro de humo. De esta forma, es posible fabricar piezas reciclables con capacidad de conducir o disipar cargas eléctricas, para aplicaciones tales como depósitos de combustible, piezas de plástico pintables por el método electrostático, polímeros con capacidad de apantallamiento electromagnético, etc.

Debido a sus propiedades características y a su alto grado de enmarañamiento, las nanofibras de carbono también pueden ser utilizadas para impartir conductividad eléctrica en adhesivos y pinturas, sin que tenga lugar un aumento significativo de la viscosidad y sin perder procesabilidad en el sistema polimérico. Además, las nanofibras de carbono también imparten capacidad anticorrosiva y lubricante, incluso a altas temperaturas. Los compuestos poliméricos con bajo contenido en nanofibras de carbono tienen prácticamente la misma procesabilidad que las matrices sin carga, siendo posible producir piezas con propiedades mecánicas similares, incluyendo la resistencia a impacto, al del material original. Por otra parte, a diferencia de las fibras micrométricas convencionales, las nanofibras de carbono son menos orientables en la dirección del flujo durante el llenado del molde. Por tanto, las propiedades de las piezas moldeadas tienden a ser isótropas.

El grado de conductividad eléctrica alcanzado al cargar una determinada matriz con CNF depende de las propiedades morfológicas y estructurales de las CNF, del porcentaje de carga utilizado y del tipo de procesamiento requerido para fabricar el material compuesto, así como en cierta medida de las características propias de la resina de la matriz. Existe una gran dependencia entre el grado de conductividad eléctrica alcanzado y el método de procesamiento del material compuesto. (M. Antigüedad, 2008)

3.1.1.2 Aditivo para mejorar las propiedades mecánicas de matrices poliméricas y problemas relacionados con el coeficiente de expansión térmica

Existe un gran mercado potencial para las nanofibras de carbono en el refuerzo de matrices poliméricas, como indica la gran variedad de aplicaciones de materiales compuestos poliméricos con refuerzo de fibra de vidrio. Por ejemplo, en la mayoría de las aplicaciones de la industria del automóvil, las piezas de plástico son fabricadas con poliamida cargada con fibra de vidrio, como por ejemplo, partes del radiador, los conductos del aire acondicionado, etc. Una ventaja adicional de las CNF en este tipo de aplicaciones es su bajo coeficiente de expansión térmica, ya que en el caso de la fibra de vidrio su coeficiente de expansión térmica es superior a la del polímero matriz. Esta propiedad puede reducir problemas de alabeo, deformación y roturas de piezas asociadas a problemas de coeficiente de expansión térmica. Por lo tanto, el uso de las nanofibras de carbono es beneficioso para la fabricación de micropiezas de equipos de precisión.

Del mismo modo, se ha demostrado la utilidad de CNF y CNT en la modificación de las características térmicas de matrices poliméricas, como la temperatura de transición vítrea y la temperatura de fusión de termoplásticos. (M. Antigüedad, 2008)

3.1.2 Producción de nanotubos de carbono

El número de publicaciones sobre síntesis de nanotubos de carbono aumenta año tras año. Sin embargo, aún existen numerosos retos que deben ser abordados. Como se mencionó anteriormente, uno de ellos es lograr producir SWCNT y MWCNT a gran escala y con un bajo coste de producción. Otro de estos retos consistiría en poder controlar el crecimiento de los nanotubos en términos de deposición selectiva, controlando la orientación y preseleccionando sus propiedades metálicas o semiconductoras. Actualmente es posible emplear algunos procesos de post-síntesis con ciertos tipos de CNTs para lograr una distribución más compacta que conlleve propiedades más uniformes.

El conocimiento que se tiene sobre el crecimiento de los CNTs ha ido evolucionando a un ritmo veloz, no obstante, la mayoría de los aspectos observados durante el crecimiento y los resultados experimentales aún no pueden ser explicados. Los principales métodos de síntesis de CNTs requieren esencialmente de la descomposición térmica o pirolítica de una fuente de

carbono apropiada, como pueden ser hidrocarburos (etano, metano) o el monóxido de carbono (CO). Además, sabemos que son procesos realizados en cámaras cerradas a elevadas temperaturas y con presiones controladas y que es común emplear metales catalizadores para mejorar el rendimiento, tal y como se mencionó en el capítulo 1, apartado 9. De hecho, en algunos métodos como el CVD los metales catalizadores son necesarios para el crecimiento de nanotubos. Los principales metales empleados en la catálisis de carbono son el hierro, el cobalto y el níquel o una mezcla de estos; sin embargo, un reciente estudio ha determinado un rango de metales mucho más amplio, los cuales pueden participar como elementos catalíticos. Las pequeñas partículas metálicas parecen servir a la nucleación de las moléculas de vapor y a reducir en la catálisis la energía de activación necesaria en la descomposición de los hidrocarburos. (Botran Díaz, 2015)

A continuación, se mencionan algunas de las formas de difusión del carbono que generan la formación y el crecimiento de los filamentos de nanotubos de carbono.

3.1.2.1 Difusión de carbono superior a través de partículas catalíticas

Propuesto por Baker y colaboradores, estipula que la descomposición de acetileno (C_2H_2) en la superficie superior del metal catalizado aporta H_2 y C_n especies. Los fragmentos de carbono posteriormente se difunden a través de las partículas catalíticas y se precipitan en el otro lado del filamento (Figura 44), a la zona más fría de la partícula, permitiendo así el crecimiento del filamento. Este proceso continuará hasta que la actividad catalítica de la partícula principal se neutraliza o las especies de carbono dejan de reaccionar con el extremo opuesto.

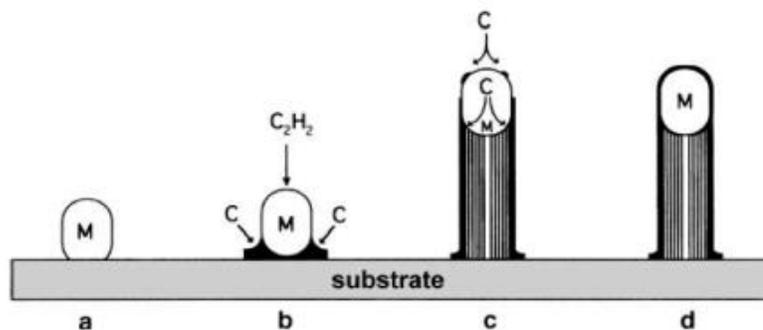


Figura 44. Mecanismo de crecimiento postulado por Barker sobre la formación de filamentos de carbono: (C) a partir de acetileno (C_2H_2) en una partícula metálica. (M). (Botran Díaz, 2015)

3.1.2.2 Difusión de carbono superior sobre partículas catalíticas

Propuesto conjuntamente por los grupos de Baird en 1974 y Oberlin en 1976. En este modelo el carbono se deposita sobre la superficie del metal y, posteriormente, mediante un proceso de difusión, se depositan en la superficie posterior del tubo manteniendo, como en el caso anterior, el catalizador en la parte superior (Figura 45).

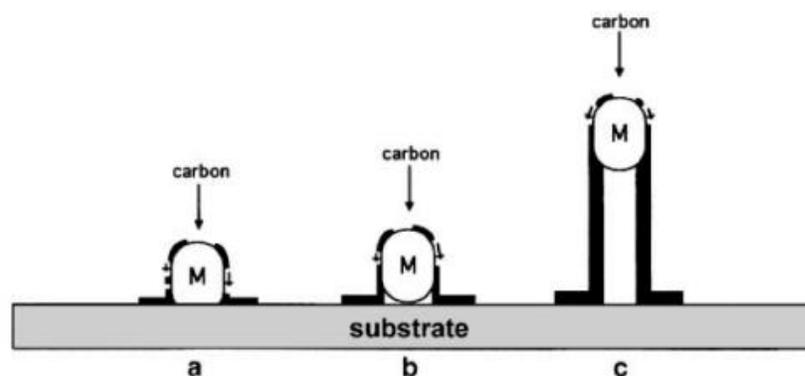


Figura 45. Mecanismo de crecimiento de nanotubos basado en el crecimiento de filamentos a partir de la pirolisis de benceno sobre partículas catalizadoras. (Botran Díaz, 2015)

3.1.2.3 Difusión de carbono inferior a través de partículas catalíticas

En particular, este mecanismo se basa en los experimentos pirolíticos con acetileno y sustratos Fe-Pt, en una atmósfera de gas natural realizado en un horno de acero inoxidable a elevadas temperaturas. El crecimiento de los filamentos se produce debido al movimiento de las partículas de carbono a través del catalizador por un proceso de difusión. En este modelo los tubos crecen desde sus bases en vez de crecer desde sus extremidades (Figura 46).

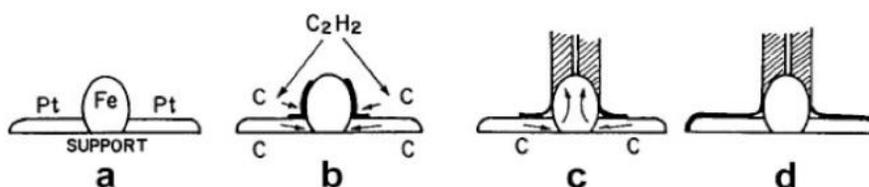


Figura 46. Representación del modelo de crecimiento basado en el sistema $C_2H_2 / Fe-Pt$. (Botran Díaz, 2015)

3.1.3 Purificación de los nanotubos de carbono

Las técnicas de síntesis utilizadas para la obtención de nanotubos de carbono han ido mejorando con el tiempo, no obstante, la formación de impurezas en los mismos, tales como

partículas encapsuladas de metal, partículas de metal en los extremos del nanotubo o subproductos como el carbono amorfo o los propios fullerenos, han sido un fenómeno inevitable durante el proceso debido a que las partículas de metal son necesarias para la creación de nanotubos. Por tal motivo, existen numerosas investigaciones enfocadas a la purificación de nanotubos de carbono que tienen como objetivo la remoción de las impurezas que pudiesen modificar las propiedades físico-mecánicas de los mismos, tales como métodos químicos para la purificación de nanotubos. En esta sección se hablará sobre los distintos procedimientos de purificación de nanotubos. (Botran Díaz, 2015)

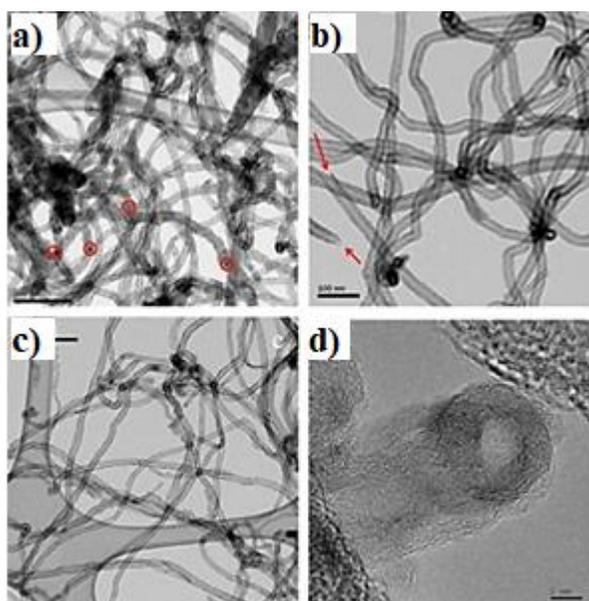


Figura 47. Imágenes TEM de CNTs: **(a)** Partículas metálicas residuales en CNTs (círculos rojos). **(b)** Puntas abiertas producto de la purificación (flechas rojas). **(c)** Nanotubos de carbono purificado. **(d)** Imagen de alta resolución de un nanotubo de carbono purificado, en la que se muestran las paredes y el borde final del nanotubo. (Botran Díaz, 2015)

El proceso de purificación más ampliamente extendido consiste en la inmersión del nanotubo en un ácido fuerte, el cual típicamente consiste en una disolución acuosa de ácido nítrico HNO_3 , o incluso mezclas $\text{HNO}_3 / \text{H}_2\text{SO}_4$, a temperaturas moderadamente fuertes, en torno a 470°C . A dicha temperatura, y, bajo las condiciones anteriormente descritas, se produce la disolución de las partículas metálicas presentes en los nanotubos, así como una oxidación parcial del nanotubo y de otros residuos en base al carbono (Figura 47). Dependiendo del tamaño de estos últimos y de las condiciones de temperatura, tiempo de tratamiento y concentración de ácido empleada, se puede producir la disolución completa del carbono

amorfo junto con un leve acortamiento de la longitud de los nanotubos, con lo que vienen a formarse SWCNT más cortos, de mayor pureza y con una alta funcionalización con grupos oxigenados Figura 48).

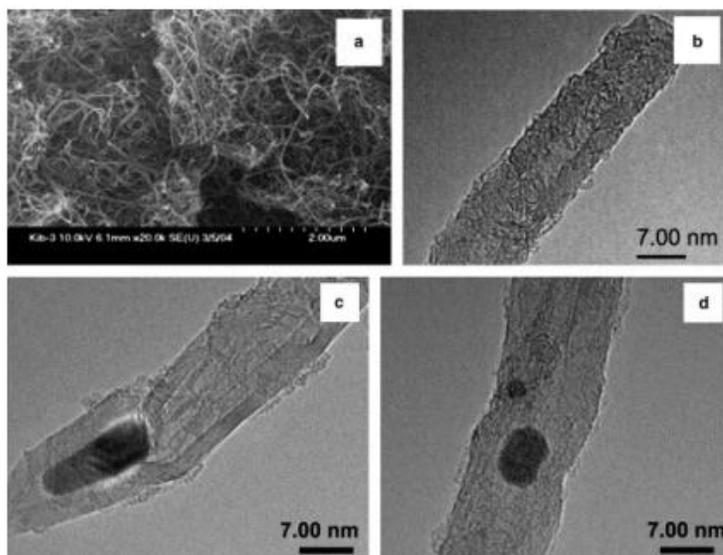


Figura 48. Imágenes TEM de CNTs: **(a)** Partículas metálicas residuales en CNTs (círculos rojos). **(b)** Puntas abiertas producto de la purificación (flechas rojas). **(c)** Nanotubos de carbono purificado. **(d)** Imagen de alta resolución de un nanotubo de carbono purificado, en la que se muestran las paredes y el borde final del nanotubo. (Botran Díaz, 2015)

Otra técnica de purificación es la oxidación de las impurezas y los subproductos. Este método es claramente desaconsejable puesto que más del 95% del material de partida es destruido, y los nanotubos que permanecen se vuelven más reactivos en sus extremos debido a la aparición de enlaces colgantes. Para la destrucción de dichos enlaces es necesaria una temperatura cercana a los 2800°C.

Recientemente se ha informado de una técnica novedosa para purificar SWCNT que implica el calentamiento por microondas en el aire seguido por tratamientos con ácido clorhídrico. Este método permite la eliminación de metal residual hasta un nivel $< 0.2\%$ en peso.

La purificación magnética, método en el que los CNTs en suspensión son mezclados con nanopartículas inorgánicas (principalmente ZrO_2 o $CaCO_3$) en un baño ultrasónico para quitar las partículas magnéticas; la microfiltración, que consiste en la separación de partículas de

SWNTs atrapando una cantidad pequeña de nanopartículas en el filtro, son otros métodos de purificación también utilizados.

Es muy importante señalar que estos métodos alteran la superficie estructural de los tubos, alterando significativamente sus propiedades en el transporte eléctrico y su respuesta mecánica. Por tanto, estos procesos de limpieza de nanotubos deberían ser todavía objeto de estudio, para conseguir una mejora de los tratamientos y evitar así la modificación de las propiedades de los CNTs. (Botran Díaz, 2015)

3.1.4 Técnicas de caracterización de los CNTs

La caracterización de nanotubos se refiere al proceso de determinación de las dimensiones físicas de los mismos, así como de sus cualidades estructurales, o el carácter metálico entre otras. Las principales herramientas de trabajo para la determinación de nanotubos son el microscopio electrónico de barrido o SEM por sus siglas en inglés (scanning electron microscopy), el microscopio de fuerzas atómicas o AFM (atomic force microscopy), la espectroscopía Raman, y el microscopio electrónico de transmisión o TEM (transmission electron microscopy). Todas ellas comprenden un método relativamente rápido para confirmar la presencia de nanotubos, así como sus características, antes de realizar cualquier procesado posterior. El AFM, y el SEM proveen una imagen obtenida mediante el escaneado del sustrato que contiene a los nanotubos, el TEM por su parte es muy similar a estos, pero requiere de una compleja preparación de la muestra. Mientras que la espectrometría Raman estudia modos de baja frecuencia y es un método óptico que explora las vibraciones de la red de los materiales en su superficie.

El AFM y el SEM permiten la determinación, en una escala nanométrica, de la existencia de los nanotubos y de sus dimensiones con una precisión razonable. El SEM es el método más rápido para escanear la superficie de los nanotubos. No obstante, entre sus desventajas se destaca el hecho de que para nanotubos de pared simple, cuyo diámetro sea muy pequeño (< 5 nm), no es un método fiable. En dicho caso, la utilización del AFM es mucho más aconsejable, ya que de manera rápida y fiable se puede determinar el diámetro de los nanotubos de manera individual. Sin embargo, ninguno de los métodos tiene la precisión que se obtendría con un

TEM, ya que éste es el mejor método para determinar el diámetro de un nanotubo. Además, el TEM permite determinar, para CNTs de pared múltiple, el número de capas que lo conforman. (Botran Díaz, 2015)

3.2 INSTRUMENTOS DE CARACTERIZACIÓN

3.2.1 Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM)

Las estructuras a nanoescala son difíciles de observar mediante la microscopía de luz convencional. La microscopía electrónica de transmisión (MET, o TEM por sus siglas en inglés) ofrece una potente alternativa al examen de algunos rasgos finos cuyas dimensiones características son inferiores a 100 nm (o incluso a escala atómica en algunos casos. El TEM se ha aplicado ampliamente en los campos de la ciencia e ingeniería biológica y de los materiales. (Tang & Yang, 2017)

Es cierto que la formación de carbono a partir de especies gaseosas o de precursores macromoleculares es particularmente compleja. La carbonización, eventualmente seguida de grafitización, pasa por todo tipo de trastornos. Para la estructura, desde el llamado estado amorfo (cero-dimensional) hasta el turbostático (bidimensional) y finalmente el orden tridimensional progresivamente establecido, todo es posible. Sin embargo, los productos finales están tan diversificados que tienen que ser correctamente caracterizados y clasificados. (Bonnamy & Oberlin, 2016)

El microscopio TEM fue inventado por Max Knoll, un ingeniero eléctrico alemán, y un físico alemán, Ernst Ruska, en 1931. El primer TEM sólo tenía un aumento de 17X. En 1938, la empresa Siemens creó en Alemania el primer producto TEM comercial, el cual alcanzó una resolución de 10 nm con una tensión de aceleración de 80 kV.

En la Figura 49 se muestran los esquemas y la fotografía de un TEM moderno, así como el mecanismo del sistema de imágenes de un TEM, el cual se ilustra de la siguiente manera: Los haces de electrones, generados a partir de un cañón de electrones, pueden ser enfocados de cerca por aperturas metálicas y lentes electromagnéticas en la columna de un TEM. El mecanismo del fenómeno de enfoque de los electrones se basa en el carácter ondulatorio de

los electrones, ya que se comportan como partículas cargadas negativamente y luego desviadas por campos magnéticos o eléctricos. Las aplicaciones de este carácter de los electrones también se han aplicado ampliamente en los dispositivos eléctricos modernos, como las pantallas de ordenador, los tubos de pantalla de televisión y los tubos de rayos catódicos. Durante este procedimiento, los electrones sólo pueden pasar dentro de un pequeño rango de energía, lo que conduce a un haz de electrones de energía bien definido. Luego, los electrones transmitidos se aplican al en la columna de una TEM, que se coloca en el portamuestras (o llamado La rejilla TEM, compuesta por un bastidor metálico y una película a base de carbono), el cual está dotado de un sistema mecánico para controlar la posición y sujetar la muestra. Por lo general, el espesor de una muestra TEM debe estar dentro de los 100 nm para que los electrones puedan pasar a través de ella. Numerosos factores de las muestras podrían tener un impacto en la transmisión del haz de electrones, como por ejemplo densidad o composición de una muestra. Por ejemplo, el número de electrones que pasarían a través metal poroso sería mayor, mientras que para un material mucho más denso sería menor.

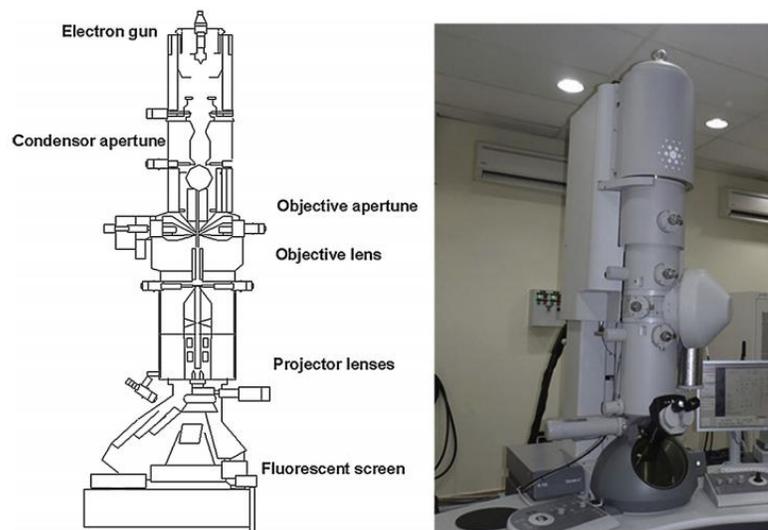


Figura 49. Diagrama esquemático de un microscopio de transmisión electrónica. (Tang & Yang, 2017)

Aplicando la lente de condensador en un TEM, la información de la estructura cristalina de un espécimen también puede ser adquirida por los haces de electrones en paralelo. Los electrones transmitidos son reenfocados y luego magnificados por un sistema de lentes electromagnéticas que consiste en dos lentes después de que pasan a través de la muestra, y son proyectados en

una pantalla de fósforo para convertir la información de la imagen del electrón en una forma visible. En todo el sistema de imágenes, las direcciones de emisión de los electrones podrían ser cambiados con lentes electromagnéticas tales como lentes condensadoras, de objetivo, y proyectivas. Cabe señalar que la placa fosforescente brilla al ser golpeada por electrones durante el proceso de obtención de imágenes TEM. Todo el sistema de imágenes de un TEM es también similar a la fotografía. (Tang & Yang, 2017)

3.2.1.1 Franjas de Fresnel, es decir, franjas de borde

Las franjas de Fresnel no están relacionadas con la estructura atómica del objeto sino sólo con su opacidad. Estas franjas se producen en el lado de un objeto que cubre la mitad de la viga, que funciona como una fuente pequeña pero coherente, S. En el caso de un objeto completamente opaco, sólo el borde externo está ocupado por franjas. En el caso de un objeto semiopaco, las franjas comienzan en ambos lados del borde del objeto. Las franjas de Fresnel se observan comúnmente en las películas de carbono holey.

Este tipo de contraste es particularmente importante en el caso de un solo grafeno, ya que éste no da ninguna contribución en el espacio recíproco antes de los 5 nm⁻¹, por lo que no se puede ver en franjas de celosía. Además, proporciona un contraste insignificante en la absorción o a través de la dispersión inelástica. Un nanotubo de carbono de pared simple (SWCNT) es típicamente un grafeno simple, pero tiene diámetros en el rango de 1-3 nm. El espesor disponible en el borde aumenta un poco por la curvatura. Correspondientemente, V_r (objeto CTF) está débilmente reforzado a lo largo del borde del tubo. Este último actúa como un objeto semi-opaco a los electrones y produce franjas de Fresnel. Son la única posibilidad de visualizar un SWCNT. La Figura 50 muestra la serie de enfoque directo de un SWCNT mostrando que, en el foco de Scherzer (flecha a 100 nm), la primera franja negra coincide con el máximo débil de V_r a lo largo del borde del SWCNT. Nótese que la simulación a 40 nm (Figura 50) da un contraste inverso que simula un tubo de dos capas de espesor. Su imagen de absorción es insignificante. En el caso de un SWCNT con un diámetro de 1 a 3 nm, el espesor disponible para el haz de electrones es de aproximadamente 1-2 nm. El contraste obtenido es insignificante, incluso a 50 kV. Es por las imágenes de la serie throughfocus (mediante enfoque) que las franjas de Fresnel de SWCNT son visibles. (Bonnamy & Oberlin, 2016)

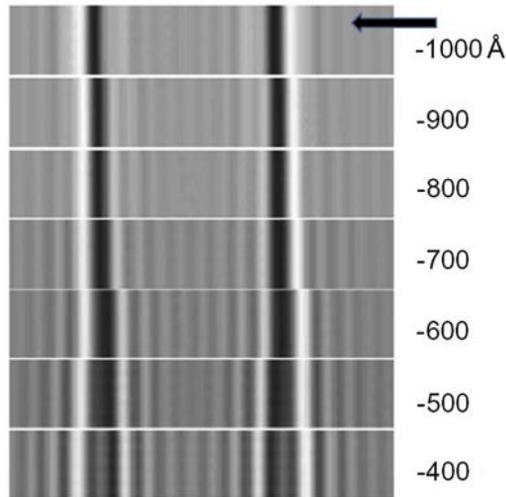


Figura 50. Serie de enfoque directo de un SWCNT que muestra que, en el foco de Scherzer (flecha), la primera franja negra coincide con el máximo débil de V_r a lo largo del borde de SWCNT. (Bonnamy & Oberlin, 2016)

3.2.2 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

El Microscopio electrónico de barrido o SEM (Scanning Electron Microscopy) tal y como se muestra en la Figura 51, utiliza un haz de electrones en lugar de un haz de luz para formar una imagen ampliada de la superficie de un objeto. Es un instrumento que permite la observación y caracterización superficial de sólidos inorgánicos y orgánicos. Tiene una gran profundidad de campo, la cual permite que se enfoque a la vez una gran parte de la muestra. El SEM está equipado con diversos detectores, los cuales son: el detector de electrones secundarios para obtener imágenes de alta resolución SEI (Secondary Electron Image), un detector de electrones retrodispersados que permite la obtención de imágenes de composición y topografía de la superficie BEI (Backscattered Electron Image), y un detector de energía dispersiva EDS (Energy Dispersive Spectrometer) permite coleccionar los Rayos X generados por la muestra y realizar diversos análisis semicuantitativo y de distribución de elementos en superficies. Se pueden realizar estudios de los aspectos morfológicos de zonas microscópicas de los distintos materiales, además del procesamiento y análisis de las imágenes obtenidas. Las principales utilidades del SEM son la alta resolución (~ 1 nm), la gran profundidad de campo que le da apariencia tridimensional a las imágenes y la sencilla preparación de las muestras.

La preparación de las muestras es relativamente sencilla las principales características son: muestra sólida, conductora. Caso contrario, la muestra es recubierta con una capa de carbón o una capa delgada de un metal como el oro para darle propiedades conductoras a la muestra. De lo contrario, las muestras no conductoras se trabajan en bajo vacío. (Pasten Espinoza, 2017)

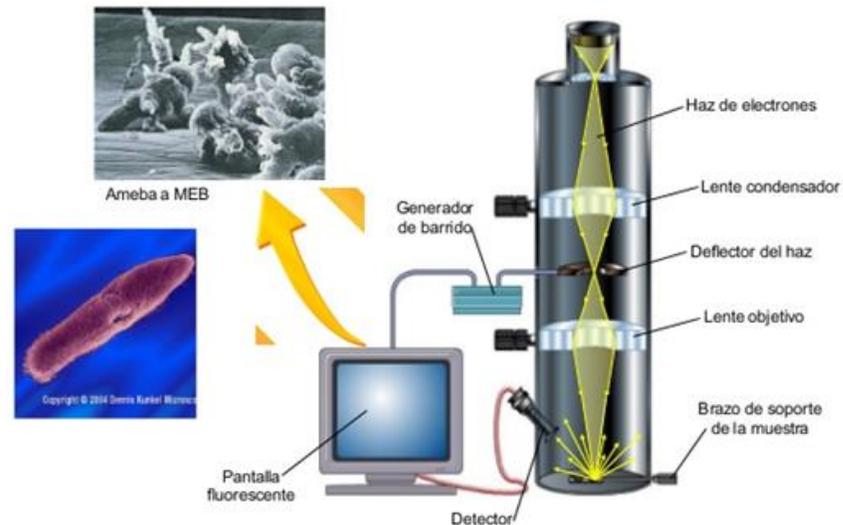


Figura 51. Esquemático general de las fases que componen un Microscopio Electrónico de Barrido. (Pasten Espinoza, 2017)

Entre las principales ventajas de este método se tienen que:

- ❖ Habilidad de generar una imagen de área con gran resolución
- ❖ Capacidad para relacionarlas con otras pruebas de caracterización como DFX indentación, espectroscopia de Ramman, etc.
- ❖ Variedad de pruebas analíticas que miden composición y naturaleza de las muestras
- ❖ Las imágenes son más fáciles de interpretar que en otras técnicas como en el microscopio electrónico de transmisión

3.2.3 Microscopia de fuerza atómica (AFM)

El Microscopio de Fuerza Atómica (AFM), el cual se puede observar en la Figura 52, es un equipo de gran importancia para el estudio de la microestructura de materiales. Se basa en la interacción local entre la punta y la superficie de una muestra, proporciona imágenes

tridimensionales de superficies con alta resolución espacial en tiempo real. Debido a esto, el AFM es utilizado en la caracterización de materiales para determinar sus propiedades físicas. El Microscopio de Fuerza Atómica trabaja en diferentes modos de operación como Tapping, Contacto e Imagen de Fase para obtener la topografía de la superficie de la muestra. También determina las propiedades físicas de los materiales como:

- ❖ Viscoelasticidad
- ❖ Fuerza eléctrica
- ❖ Fuerza magnética

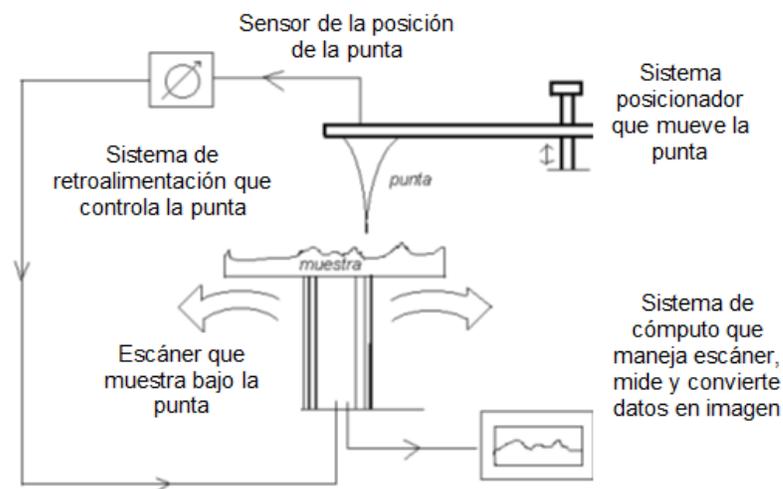


Figura 52. Diagrama general de un AFM. (Pasten Espinoza, 2017)

El Microscopio de Fuerza Atómica monitorea la superficie de la muestra con una punta de radio de curvatura de 20 a 60 nm que se localiza al final de un cantilever. Las fuerzas entre la punta y la muestra provocan la deflexión del cantilever, simultáneamente un detector mide esta deflexión a medida que la punta se desplaza sobre la superficie de la muestra generando una micrografía de la superficie. La punta se selecciona de acuerdo al tipo de muestra y a las propiedades que se desean obtener; ésta puede ser de diferentes materiales, las más comunes son de Nitruro de Silicio o de Silicio. El diseño del escáner tiene forma de tubo y es de un material cerámico piezoeléctrico que cambia de dimensiones como respuesta a un voltaje aplicado. Estos escáneres se caracterizan por tener tres grados de libertad, expandiéndose en una dirección y contrayéndose en otra como resultado del voltaje aplicado a sus electrodos.

También se caracterizan por su frecuencia de resonancia, su rango de barrido el cual depende del material piezoeléctrico, sus dimensiones y el voltaje aplicado. La fuerza interatómica que contribuye a la deflexión del cantilever es la fuerza de Van der Waals. La Figura 53 muestra la magnitud de deflexión del cantilever como una función de la distancia entre la punta y la muestra. También, se muestran dos intervalos de operación: de contacto y no contacto. Para el primer intervalo de operación, el cantilever se mantiene a pocos angstroms de la superficie de la muestra y la fuerza interatómica entre el cantilever y la muestra es repulsiva. Para el segundo, el cantilever se mantiene a decenas de angstroms de la superficie de la muestra y la fuerza interatómica entre la punta y la muestra es atractiva. (Pasten Espinoza, 2017)

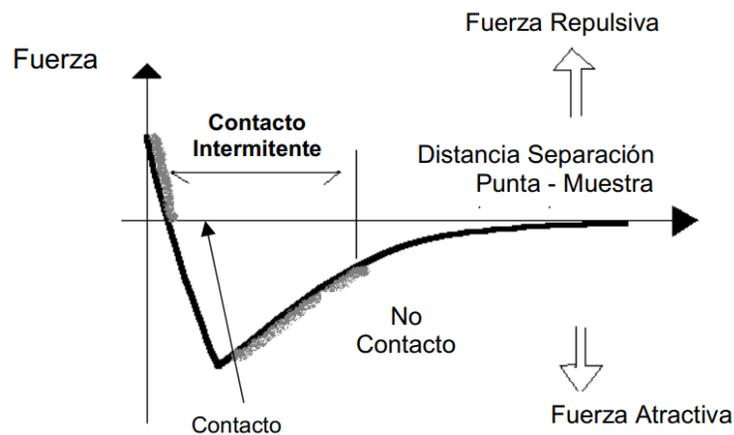


Figura 53. Magnitud de deflexión del cantilever como función de la distancia entre la punta y la muestra. (Pasten Espinoza, 2017)

3.3 FUNCIONALIZACIÓN DE NANOTUBOS DE CARBONO

Diversos procedimientos son utilizados para la modificación de CNTs destinada a lograr un aumento de la eficiencia de absorción de EMR (resonancia electromagnética), los cuales se basan principalmente en la incorporación de diversas sustancias (metales, aleaciones, óxidos, sales), sobre la superficie y/o en los huecos internos de los CNTs. Dependiendo de la concentración de las sustancias modificadoras, se presentan en forma de una capa superficial, de nanofilamentos en el interior de los CNTs, o de partículas dentro de los CNTs o sobre su superficie. Tales procedimientos tienen por objeto alterar el comportamiento electrofísico de los propios CNTs. (Zakharychev, Kabina, Razov, Svetlakov, & Istomin, 2015)

La funcionalización de nanotubos de carbono ha surgido como una excelente estrategia para poder dispersar nanotubos de carbono y mejorar la interacción con la matriz. En general las estrategias a nivel de laboratorio para fabricar materiales compuestos, emplean una buena dispersión de las nanocargas en un solvente que sea afín al material utilizado como matriz.

La funcionalización de nanotubos de carbono se divide en dos grandes grupos: funcionalización no covalente y funcionalización covalente, dependiendo de que exista o no unión química entre la pared del nanotubo y la funcionalidad. La funcionalización no covalente se basa en adsorber diversos grupos en la superficie de los NTCs sin afectar la conjugación π de los mismos, la cual es fundamental cuando se requieren materiales con altas conductividades eléctricas. La desventaja que presenta esta estrategia es que se requieren grandes cantidades de funcionalidad para lograr dispersiones estables y que la unión NTCs/matriz es débil y por lo tanto la transmisión de esfuerzos en la interfase es pobre. Por su parte, la funcionalización covalente se base en la unión química entre las paredes de los nanotubos y la funcionalidad. Si bien cada unión química que se establece entre la superficie de los NTCs y la funcionalidad implica la ruptura de un enlace C-C de los NTCs, y por consiguiente pérdida de la extensión de la conjugación, esto puede ser regulado de modo tal que se obtenga una funcionalización que permita dispersar nanotubos, minimizando la ruptura de enlaces propios del nanotubo. (Garate, 2014)

3.4 CARACTERIZACIÓN DIELECTRICA

La permitividad y permeabilidad de los materiales se miden mejor mediante la utilización de muestras montadas en un sistema de ondas guiadas, como una guía de ondas rectangular o una línea coaxial. Muchos métodos se describen en la literatura, pero debido a que relativamente pocas clases de materiales son magnéticos, la mayoría de ellos muestran sólo la permitividad. Sin embargo, por lo general es factible adaptar estos métodos para tener en cuenta permeabilidades distintas de la unidad.

Del mismo modo, la constante de propagación y el porcentaje de la longitud de onda se modifican mediante factores dimensionales dependientes del modo. En el caso de la línea coaxial, estos factores se convierten en unidad y las cantidades tienen los mismos valores que el correspondiente caso sin límites. Desde que Birks diseñó su método, los avances en

instrumentación de microondas han llevado al desarrollo del analizador de red, el cual es capaz de medir los coeficientes de reflexión y transmisión de una red desconocida, sin necesidad de realizar ajustes físicos. (Lederer, 1986)

3.4.1 Analizador de redes

Los analizadores de redes son los instrumentos que se utilizan para medir los parámetros de dispersión, es decir, las características de reflexión y transmisión que Lederer menciona. Estos dispositivos permiten a los usuarios observar específicamente los parámetros de red en una red eléctrica. Aunque los analizadores de red miden los parámetros y , Z y h , los parámetros S son los más comúnmente medidos por estos dispositivos porque sus reflexiones y transmisión son más fáciles de medir incluso a alta frecuencia. Un analizador de red caracteriza y mide la respuesta de un dispositivo o red. De esta manera, el usuario puede observar cómo funciona el dispositivo o la red dentro de un circuito de radiofrecuencia. Al medir la respuesta, es posible caracterizarla y de esta manera comprender cómo funciona dentro del circuito de RF para el que está destinada. (Lee, 2015)

De acuerdo a Padilla & García (2009), existen dos tipos de analizador:

- ❖ **Escalares:** Permiten medir sólo el módulo.
- ❖ **Vectoriales:** Permiten medir módulo y ángulo de fase.

Es importante realizar la conversión de los parámetros S a parámetros Z y h cuando sea necesario. El proceso matemático correspondiente no será descrito en este trabajo, pero puede ser consultado, por ejemplo, en el capítulo 14 del libro de (Orfanidis, 2016).

La teoría de apantallamiento EMI se basa en los términos de reflectancia (R), transmitancia (T) y absorbanza (A), que se refieren respectivamente a la fracción de potencia incidente reflejada, transmitida y absorbida. La pérdida por inserción describe el número de decibelios en que la potencia transmitida está por debajo de la potencia incidente y, en otras palabras, define la cantidad de arquétipo de atenuación de un material en particular. Por lo tanto, es lo mismo que la eficacia del blindaje, o Shield Effectiveness (SE) en inglés, que significa la eficacia de una barrera para proteger las ondas EM, y se escribe como $SE (dB) = -10 \log_{10} T$. La pérdida de retorno (RL) es una forma de expresar la reflectancia en términos de decibelios y cuantifica

el número de decibelios que la señal reflejada está por debajo de la señal incidente. Se escribe como RL (dB) $-10 \log_{10} R$. La absorbanza puede describirse mediante la relación $A=1-R-T$.

Como ya se ha dicho, tres fenómenos independientes dan cuenta de la atenuación de las ondas EM en el caso de los compuestos conductores, que son la reflexión, la absorción y las reflexiones múltiples. La reflexión es un fenómeno de la superficie que ocurre debido a la reflexión de las ondas de la superficie de la barrera cuando las ondas se encuentran con partículas conductoras. La absorción es un fenómeno de volumen que ocurre debido a la conversión de energía EM en calor. Múltiples reflexiones se producen debido a la reflexión de las ondas por las interfaces dentro de la barrera. Pueden ignorarse cuando la pérdida de absorción es alta. El mecanismo general puede cuantificarse de la siguiente manera: cuando una onda EM se encuentra con una barrera, una fracción de ella se refleja desde la superficie; el resto penetra en la barrera, la cual sería absorbida y transmitida. La absorbanza efectiva (A_{eff}) se refiere a la fracción de potencia penetrada $(1 - R)$ que se absorbe, y es la relación entre la potencia absorbida y la potencia penetrada. Por lo tanto, la absorbanza efectiva es la terminología que significa hasta qué punto el volumen del material es absorbente, sin tener en cuenta los reflejos en la superficie. Si P_{abs} es la densidad de potencia absorbida, P_{inc} es la densidad de potencia incidente, P_{ref} es la densidad de potencia reflejada y P_{pen} es la densidad de potencia de la onda que penetra en el escudo, entonces $P_{pen} = P_{ref} - P_{inc}$ y $A_{eff} = \frac{P_{abs}}{(P_{pen})} = \frac{A}{1-R}$. (Virendra et al., 2013)

3.4.2 Método de arco NRL

El arco NRL fue ampliamente utilizado inicialmente por la Marina de los Estados Unidos con fines de investigación y es un sistema de medición de microondas que puede medir el coeficiente de reflexión del radar en el espacio libre. Básicamente, el arco NRL es una estructura semicircular vertical, hecha de madera, como se muestra en la Figura 54, que permite colocar un par de cuernos (antenas) a una distancia constante del material bajo prueba (MUT – Material under test). En el arco NRL, una antena está conectada a un microondas y el otro a un receptor de microondas. La energía de las microondas es enviada por la bocina de transmisión, llega al material, se absorbe parcialmente, y el resto se dispersa hacia la bocina receptora. (Franchitto, Faez, Orlando, Rezende, & Martin, 2002)

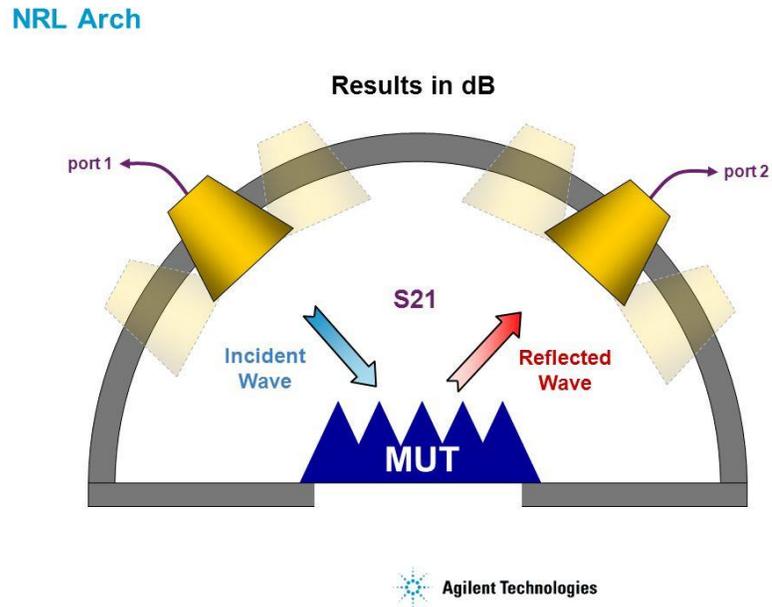


Figura 54. El arco NRL utilizado para los ensayos de materiales absorbentes de radar. (Franchitto et al., 2002)

3.5 ESTUDIOS REALIZADOS POR OTROS INVESTIGADORES

Los nanotubos de carbono (CNT) son un relleno nanométrico prometedor que ha demostrado mejorar las propiedades de la matriz de polímero huésped debido a las características especiales antes mencionadas, además de poseer una alta resistencia y una baja densidad.

En el trabajo de (Botran Díaz, 2015) se realizó un experimento cuyo objetivo era el desarrollo de un material absorbente de radiaciones electromagnéticas en el espectro de 0 a 18 GHz mediante absorción, de cerca de 10dB, dado que el autor asegura que dicho valor es el mínimo necesario para utilizarse en aplicaciones comerciales. Las características físicas requeridas en el mencionado trabajo consistían en una alta resistencia física, bajo peso, buena resistencia a la intemperie, buena flexibilidad, espesor mínimo y bajo costo. Dicho material se generó mediante la adición de nanotubos de carbono (CNT) sobre un fieltro de lana.

Para llenar la matriz se eligió el método de inmersiones sucesivas en una dispersión, debido a las propiedades estructurales del fieltro de lana, las cuales facilitan la filtración. La dispersión se logró introduciendo la disolución junto con los CNTs en una cubeta de ultrasonidos para homogeneizarla, consiguiendo que las agrupaciones de CNTs fueran nulas, lo que también mejoró la adhesión de estos al fieltro. Se utilizaron 2 muestras diferentes en las que la

variación en el aumento de peso fue desde 2.76% a 8.02% para la primera, y de 1.27% a 7.59% para la segunda. Así mismo, se realizaron pruebas con ambas muestras de material con variaciones de espesor de 2 a 10 mm. En la primera se utilizó un tensoactivo, lo que provocó que los resultados de conductividad no fueran los apropiados, debido a la aparición de un efecto dieléctrico provocado por dicho tensoactivo, lo cual no permite que los CNTs estén en contacto unos con otros, eliminando la conductividad entre ellos. Por tal motivo, el apantallamiento obtenido fue de tan solo cercano a cero cuando el espesor fue de 2 mm, y de 1.4 dB cuando el espesor fue de 10 mm, un valor bastante inferior al deseado. Por otro lado, en la segunda muestra se aumentó la acumulación de CNTs y se consiguió un valor de apantallamiento 2 dB cuando el espesor fue de 2 mm, y de 10 dB cuando el espesor fue 10 mm, lo que confirmó que la absorción es directamente proporcional al espesor del material.

Por lo tanto, de su trabajo se puede concluir que la utilización de un tensoactivo para la adhesión de CNTs a una matriz, en este caso el fieltro de lana, resulta ser de poca utilidad debido al efecto dieléctrico que este produce entre los CNTs. Mediante agua oxigenada y rayos UV es posible solucionar el problema de la adhesión de los CNTs al fieltro. De igual manera, su trabajo logra cumplir con el apantallamiento específico planteado, dado que la segunda muestra logró llegar a los 10 dB. De acuerdo al autor, el material desarrollado en su trabajo sería capaz de funcionar en la banda Ku, por lo que sería apto para aplicaciones militares de altas frecuencias, ya que además mantiene propiedades físicas destacadas como flexibilidad, resistencia, amplio rango de temperatura y baja densidad.

Recientemente, algunos investigadores han informado sobre un umbral de percolación extremadamente bajo. Se ha observado que el umbral de percolación depende en gran medida de la dispersión del relleno conductor en la matriz de polímero, además de la técnica de procesamiento. El artículo de (Virendra et al., 2013) se ocupa de reportar las propiedades de apantallamiento EMI de los compuestos MWCNT/PS en términos de SE debido a la reflexión y absorción, así como a la reflectancia, absorbancia y transmitancia, con el objetivo de hacer un intento de clarificar los fenómenos físicos detrás del proceso de apantallamiento en dichos compuestos.

De acuerdo al autor, la distribución significativa de los CNTs no es fácil debido a su tendencia a la aglomeración. Sin embargo, los CNT funcionalizados muestran una menor conductividad

de los compuestos en comparación con los no funcionalizados. Los estudios revelan que la funcionalización causa una mejora en la dispersión de los CNT en la matriz NR, lo que conduce a una reducción de la conductividad eléctrica de los compuestos CNT/NR. Esto está avalado por la dispersión preferencial del relleno en el material compuesto. Generalmente, se han referido dos tipos de procedimientos para producir nanocompuestos de CNT/polímeros. El primer método implica la adición de CNTs en una matriz polimérica fundida o en una solución polimérica, seguida de una mezcla mecánica. La segunda es a través de la reacción química entre los CNTs modificados y la matriz polimérica. Estos métodos tienen limitaciones tales como la dificultad de dispersión debido a la viscosidad de los polímeros fundidos y la reaglomeración de los nanotubos durante el proceso de secado.

En el trabajo de Virendra, los MWCNT se dispersan en polvo de PS (poliestireno) por medio de un mezclador rotativo basculante en estado seco, seguido de la fabricación de gránulos por compresión en caliente. Los pellets así obtenidos son investigados por sus propiedades eléctricas, de apantallamiento EMI y mecánicas. Virendra et al., utilizaron MWCNT obtenidos de Sigma Aldrich Ltd, con el 99% de la base de carbono, el diámetro interno, el diámetro externo, la longitud y la densidad de $\sim 2-6$ nm, $\sim 10-15$ nm, $0.1 - 10$ μm y $1.7 - 2.1$ g/mL a 25°C , respectivamente. Como matriz se utilizó poliestireno (PS). Los gránulos de PS fueron pulverizados criogénicamente. Se encontró que el tamaño de las partículas era de $\sim 50-106$ nm. Para la preparación de los gránulos de PS, el polvo se calentó en un cilindro de pistón a 115°C durante algún tiempo, se volvió a colocar a 90°C y se comprimió a una presión de 75 MPa durante 15 minutos. La densidad de los gránulos de PS fue de 1.0384 g/cm³, considerando la relación entre su peso y su volumen. Se evaluó con precisión utilizando mediciones de microescala del volumen y peso de la muestra. La conductividad observada de los gránulos de PS fue de 6.9×10^{-16} S cm⁻¹.

Las muestras de nanocompuestos MWCNT/PS se prepararon utilizando el mezclador rotativo basculante y el posterior moldeo por compresión a alta temperatura. La mezcla de polvo de MWCNTs y PS se rotó en la secadora durante 200 min. La baja velocidad inicial fue seguida por la alta velocidad. La idea es, en primer lugar, romper los aglomerados del MWCNT a baja velocidad y posteriormente dispersar los MWCNT en la matriz de PS por medio de la alta velocidad. La mezcla de polvo de PS y MWCNTs fue sometida a dispersión debido a los

impactos con el agitador y las paredes de la secadora. Es obvio que los MWCNT se incrustan en las partículas de PS por las altas fuerzas de impacto y el calor de fricción. La mezcla de volteo prolongado se supone que dispersa uniformemente los MWCNTs en la matriz de PS, además de cubrir las partículas de PS, logrando así una fuerte unión interfacial entre los MWCNTs y la matriz. La mezcla resultante se calentó en un cilindro de pistón a 115°C durante algún tiempo, se llevó a 90°C y se comprimió a una presión de 75 MPa durante 15 minutos, de forma similar a la preparación de gránulos de PS vírgenes. Se preparó una serie de gránulos rectangulares con un contenido de 0.05-5 % en peso de MWCNT en PS. Se prepararon cinco gránulos de cada composición. Los gránulos preparados tenían un tamaño de guía de onda en banda X (22.86 x 10.16 mm²) para que encajaran con precisión. Los espesores de los pellets estaban entre 2 y 3 mm.

La variación de la conductividad σ del poliestireno se incrementó abruptamente en alrededor de 12 órdenes de magnitud con una adición de 0.1 % de peso de MWCNTs. Virendra et al., 2013, aseguran que este enorme incremento se le puede atribuir a la formación de una red de caminos conductivos, ya que la conducción eléctrica toma lugar por los contactos inter-MWCNT. Es importante mencionar que la concentración del relleno conductor formado depende en gran medida de ciertas características del relleno conductor, la dispersión en la matriz polimérica, y la técnica de procesamiento. Como se mencionó anteriormente, la distribución homogénea de MWCNTs no es fácil debido a su tendencia a la aglomeración, y de hecho, la conductividad de un compuesto es típicamente atribuida a la morfología del relleno y de su dispersión en la matriz. Cabe destacar que en un compuesto con una carga alta de MWCNTs de 0.5-5.0 % de peso existe la formación de una malla de redes conductoras. El apilamiento de múltiples canales es aparente en compuestos con un contenido creciente de MWCNTs, predominantemente en compuestos con un 5.0 % de peso de MWCNTs. Esto quiere decir que un incremento en la cantidad del relleno genera un aumento en la cantidad de redes conductoras, lo cual a su vez resulta en un incremento en SE.

La teoría de blindaje EMI se basa en los términos reflectancia (R), transmitancia (T) y absorbancia (A). En la Tabla 12 se resume la atenuación de las radiaciones electromagnéticas como resultado de R y A para diversas composiciones de compuestos MWCNT/PS en la gama

de frecuencias de la banda X investigadas por Virendra et al., 2013. La atenuación total de las radiaciones EM aumenta con el aumento del nivel de MWCNT en los compuestos de PS.

Tabla 12. Valores evaluados de “R”, “A” y “T”. (Virendra et al., 2013)

MWCNT wt%	0.1			0.2			5		
Freq. (GHz)	R%	A%	T%	R%	A%	T%	R%	A%	T%
8.5 GHz	24.9	19.8	55.3	32.5	27.2	40.3	83.5	15.9	0.6
9.0 GHz	22.9	18.1	59.0	29.9	26.4	43.7	78.1	21.3	0.6
9.5 GHz	26.1	20.5	53.4	31.9	26.6	41.5	73.1	26.4	0.5
10.0 GHz	23.3	20.3	56.4	31.2	26.3	42.5	68.0	31.5	0.5
10.5 GHz	22.5	18.7	58.8	30.0	25.7	44.3	64.6	34.9	0.5
11.0 GHz	24.7	18.4	56.9	29.7	26.0	44.3	59.4	40.1	0.5
11.5 GHz	22.9	23.9	53.2	27.3	29.3	43.4	55.6	43.9	0.5
12.0 GHz	16.6	8.9	74.5	24.0	16.7	59.3	50.8	48.7	0.5
Grosor	2.92 mm			2.92 mm			2.60 mm		

La eficiencia del blindaje SE total puede escribirse como $SE = SE_{ref} + SE_{abs} + SE_{mult}$. Aquí SE_{ref} es la atenuación debida a la reflexión, SE_{abs} es la atenuación debida a la absorción, y SE_{mult} es la atenuación debida a múltiples reflexiones. La conductividad no es el único factor decisivo para gestionar el grado de SE. La SE también depende de la formación de redes conductoras compactas en los compuestos poliméricos, que aumenta con el aumento de la carga del refuerzo en el compuesto polimérico. Dicho aumento compacta la red de la malla conductora. Por lo tanto, su capacidad de absorber la radiación electromagnética aumenta y, en consecuencia, la SE aumenta. De acuerdo al autor, los materiales compuestos procesados mediante la técnica utilizada en su trabajo demuestran valores de SE comparativamente mejores que los que se obtendrían utilizando el método de mezcla por solución. A pesar de que la reflectancia es mayor que la absorbancia, el mecanismo de absorción es intrínsecamente dominante en los compuestos MWCNT/PS.

En la Tabla 13 se puede observar la comparativa elaborada por Virendra, con la que pretende demostrar que su innovador método de procesamiento en seco es mucho más efectivo que el obtenido con métodos tradicionales de mezcla por solución.

Tabla 13. Comparación de la eficiencia del apantallamiento electromagnético del trabajo de Virendra y del de otros autores, de acuerdo a la variación del porcentaje de peso de MWCNT, utilizando el método de mezcla por solución y el método propuesto por el autor. (Virendra et al., 2013)

COMPOSITE	MWCNT (wt %)	SE (-dB)	METÓDO DE PROCESAMIENTO
MWCNT/PS Foam	7	19.3	Mezcla por solución
MWCNT/PS	1	7.9	
MWCNT/PS	7	26	
MWCNT/PS (Virendra)	5	23.5	Mezclado rotativo en seco
	3	16	
	0.5	7	

De su trabajo se puede concluir que las propiedades mejoradas obtenidas con una menor carga de MWCNTs son indudablemente mejores comparadas con las de los compuestos de polímeros rellenos de fibra de carbono y negro de carbono. De acuerdo a (Virendra et al., 2013), el apantallamiento EMI requerido de los compuestos conductores para diferentes dispositivos electrónicos es de aproximadamente 15-20 dB, lo cual contrasta con los 10 dB sugeridos por Botran Díaz. Por lo tanto, el compuesto de PS obtenido en su investigación, el cual cuenta con un 5 % de peso de MWCNT y con 23.5 dB de SE, parece ser prometedor para su uso comercial como material de blindaje anti-radar.

Como se mencionó en el apartado 3.3, para optimizar el uso de los nanotubos de carbono en diversas aplicaciones, es necesario fijar grupos funcionales u otras nanoestructuras a su cavidad o superficie porque se espera que las combinaciones de nanotubos de carbono y otras nanoestructuras sean útiles para aplicaciones en diversos campos. En la investigación de Lin et al., diversas nanopartículas metálicas como el Co y las aleaciones Ni-P y Ni-N fueron unidas a las superficies de los CNTs, con el objetivo de investigar sus propiedades de absorción de microondas. Debido a la falta de publicaciones en la literatura que traten sobre la aplicación o uso del método de pirólisis para la sintetización de metal in situ lleno de nanotubos de carbono para la fabricación de materiales absorbentes de ondas electromagnéticas, Lin et al., decidieron realizar una investigación al respecto. Los autores indican que los nanocables de hierro podrían estar rellenos de MWNTs a través de una sencilla y eficiente ruta sin causar una modificación significativa de los estados energéticos de los nanotubos de carbono, evaluando

también las propiedades electromagnéticas y las características de absorción de microondas de la muestra preparada.

Los nanotubos utilizados en su investigación fueron suministrados por la Universidad de Tsinghua y su pureza fue superior al 90%. En una síntesis típica, los MWNT se calentaron primero en ácido nítrico (68%) para reflujo durante 24 h para eliminar trazas de impurezas y abrir la tapa de los tubos. El resto se secó en un horno a 60 °C durante 12 h. Los MWNT purificados se trituraron con ferroceno potenciado (1:2 en peso) y luego se calcinaron calentándolos a 950 °C durante 3 h en una corriente de N₂ (~20-40 ml/min) utilizando un horno de tubo convencional. La caracterización de las muestras de CNTs rellenas de Fe se realizó mediante TEM de alta resolución (HRTEM) utilizando microscopía electrónica JEM-2010, tomándose y analizándose así mismo transformadas rápidas de Fourier. La proporción de mezcla de MWNTs rellenos de hierro con respecto a la de olefina se fijó en un 20% en peso. Las probetas de ensayo tuvieron forma toroidal con un espesor de 1 mm y diámetros exteriores e interiores de 7.0 y 3.0 mm, respectivamente. Las variables ϵ' , ϵ'' , μ' y μ'' se midieron en función de la gama de frecuencias de 2-18 GHz con un analizador vectorial de red HP8722ES.

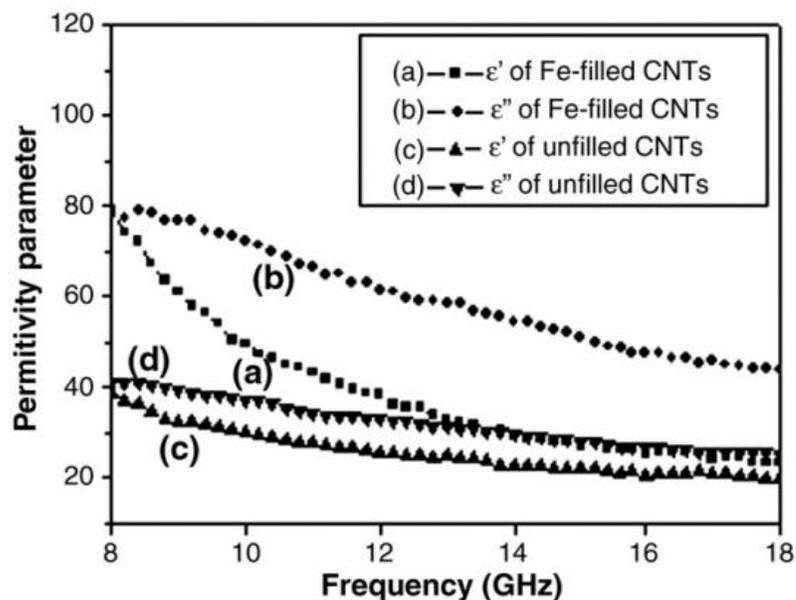


Figura 55. Permeabilidad de materiales compuestos con CNTs rellenos con Fe, y con CNTs no rellenos. (Lin, Zhu, Guo, & Yu, 2007)

Como se puede observar en la Figura 55, las partes reales de la permitividad de los productos de CNTs no rellenos y de los rellenos con Fe, mostraron una caída de 37.2 a 18.5 (curva (c)) y de 78.6 a 22.9 (curva (a)) en la región de frecuencia de 8.0 GHz a 18.0 GHz, respectivamente. Y las correspondientes partes imaginarias de la permitividad de 41.9 a 23.6 (curva (d)), y de 77.8 a 45.1 en (curva (b)) en la misma región de frecuencia, respectivamente.

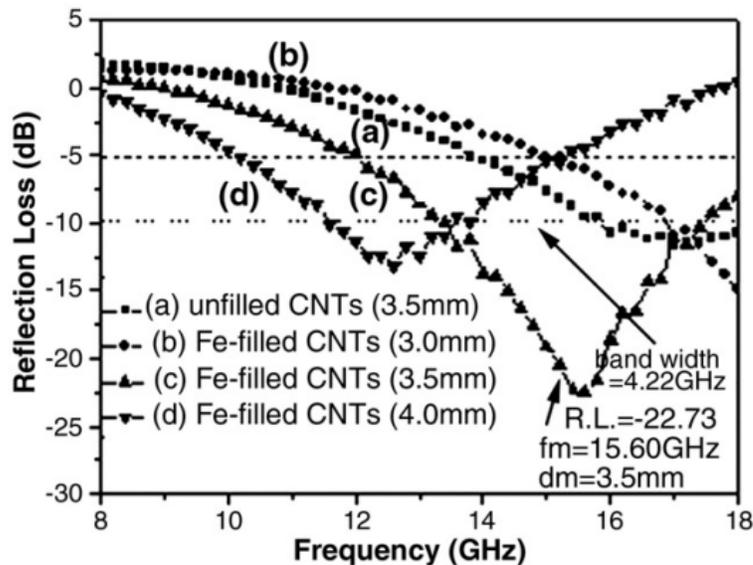


Figura 56. Características de absorción de materiales compuestos con CNTs rellenos con Fe, y con CNTs no rellenos. (Lin et al., 2007)

La curva de la Figura 56 muestra las características de pérdida por reflexión de los nanotubos de carbono no rellenos, que presentan la mayor pérdida por reflexión y la mayor anchura de banda por debajo de -10 dB es de -11.29 dB y 2.13 GHz, respectivamente.

Los resultados de su investigación indican que la encapsulación de Fe en nanotubos de carbono afecta el comportamiento de absorción de microondas del compuesto. Por lo tanto, las pérdidas de reflexión mejoradas estuvieron relacionadas con el aumento de la permitividad y la permeabilidad. Para los compuestos de CNTs rellenos, un espesor correspondiente ($dm = 3.5$ mm) corresponden a una frecuencia coincidente. La pérdida de reflexión máxima fue de aproximadamente -22.73 dB y la anchura de banda correspondiente a la pérdida de reflexión por debajo de -10 dB fue mayor a 4.22 GHz. (Lin et al., 2007)

En otro estudio realizado por el mismo equipo de investigadores, se sintetizaron nanotubos de carbono multipared (MWNTs) y se realizó un experimento similar, esta vez con nanotubos rellenos de cobalto. Los MWNT fueron suministrados por la Universidad de Tsinghua. Los nanotubos sin relleno fueron vertidos en un matraz de fondo redondo que contenía el nitrato de cobalto soluble, el cual se mantuvo en un baño de agua a 70 °C con reflujo durante 12 h. Centrifugando, la muestra remanente fue secada durante varios días en un horno a 60 °C. Posteriormente, se calcinó calentándola con nitrógeno (N₂) a 480 °C durante 5 h para convertir el nitrato metálico en el óxido metálico correspondiente. La reducción, a la correspondiente Co metálica, se llevó a cabo de manera similar calentando a 500 °C bajo un flujo continuo de H₂. La caracterización de las muestras de CNTs rellenas de Co fue realizada por microscopía electrónica de transmisión (TEM) usando Hitachi Modelo H-700 con un voltaje de aceleración de 150 kV, así como por TEM de alta resolución (HRTEM) usando microscopía electrónica JEM-2010 con un voltaje de aceleración de 200 kV. La muestra de tubo hueco, con un tamaño de 3 mm (interior), 7 mm (exterior) y 2 mm de longitud, se preparó mezclando el 20 % en peso de MWNT rellenos con parafina. La permeabilidad y la permitividad complejas de MWNTs/parafina en rellenos de Co se midieron versus el rango de frecuencia en 2-18 GHz con un analizador vectorial de red HP8722ES. (Lin, Zhu, Guo, & Yu, 2008)

Los resultados de su estudio indican que el espesor influye en gran medida en la pérdida por reflexión. Las características de la pérdida por reflexión de los nanotubos de carbono no rellenos, que presentan la mayor pérdida por reflexión y la anchura de banda más ancha por debajo de 10 dB es 11.29 dB y 2.13 GHz, respectivamente. La pérdida máxima de reflexión es de unos 39.32 dB, su frecuencia correspondiente (f_m) es igual a 15.71 GHz en la región de frecuencias más altas, y el valor correspondiente del espesor (d_m) es de 3.0 mm. El compuesto de MWNT relleno de Co exhibe una pérdida de reflexión mucho mayor y un ancho de banda más amplio que el del compuesto no relleno. Estos fenómenos, junto con los resultados presentes en los parámetros dieléctricos y magnéticos, sugieren que la Co encapsulada en los nanotubos posee efectos significativos en las propiedades dieléctricas y magnéticas, lo cual conlleva a las características de absorción de microondas.

Por lo tanto, de su trabajo se concluye que un espesor coincidente se encuentra a una frecuencia coincidente correspondiente. La pérdida máxima de reflexión es de unos 39.32 dB

y la anchura de banda correspondiente a la pérdida de reflexión por debajo de 10 dB es de 3.47 GHz. Esto quiere decir que con el aumento del espesor, la máxima pérdida de reflexión se desplaza a una frecuencia más baja.

En la investigación de (Zakharychev et al., 2015) se estudiaron las propiedades de absorción de radar de los compuestos poliméricos con CNT en relación con el contenido de CNT y el grado de funcionalización en el rango 52-73 GHz (rango de longitud de onda milimétrica).

Sus experimentos se realizaron con CNTs de grado Taunit-M [TU (Especificación Técnica) 2166-001-02069289-2006, OOO NanoTekhTsentr, Tambov, Rusia] de aproximadamente 2 μm de largo, 8-15 nm de diámetro (datos del productor). El compuesto epóxico KDS-25 se utilizó como matriz polimérica para RAM (TU ADI 426-93). Para facilitar la extracción de las muestras RAM del molde metálico se utilizó grasa adhesiva Penta-11 (TU 2257-082-40245042-2004, OOO Penta-91, Moscú, Rusia). En su estudio experimental, tanto ácidos sulfúrico, nítrico e hidrocórico, como acetona y cloruro de bario (todos de grado químicamente puro) fueron utilizados adicionalmente.

Para la funcionalización de los CNT se utilizó el clásico sistema de oxidación compuesto por ácidos sulfúrico y nítrico. Se tomaron 10 g de CNTs y se añadieron 500 ml de una mezcla de ácidos sulfúrico y nítrico concentrado (3 : 1 por volumen). La síntesis se realizó en un matraz de fondo redondo equipado con un condensador de reflujo a 90°C con agitación continua. Se tomaron muestras (125 mL) de la mezcla de reacción después de un lapso de 0.5, 2, 7 y 15 h. Los CNT funcionalizados se lavaron con agua por centrifugación repetida hasta que el agua de lavado mostró una reacción cualitativa negativa para los iones sulfato. Los CNT lavados se secaron al vacío a 90°C durante 8 h.

La fracción de peso de los CNTs en el compuesto varió de 0.02 a 6%. Se agregó acetona (10 g) a una porción pesada de CNTs, y la mezcla fue tratada ultrasónicamente con un dispersor de cuernos sumergible UZG 13-0.1/22 durante 5 minutos con agitación en un agitador magnético. A continuación, se añadieron 10 g de resina epoxi y la mezcla se trató con ultrasonidos durante 10 minutos más con agitación y enfriamiento simultáneos en agua corriente. La acetona se evaporó en un horno a 60°C durante 6 h. Luego, la mezcla se calentó a 120°C y se

mantuvo a esta temperatura durante 6 h adicionales. Se agregó el agente de curado y se mezclaron bien los componentes.

Después de eso, la mezcla fue transferida a un molde de metal, recubierto con grasa antiadherente Penta-111, cerrado con una tapa, colocada entre las placas de la prensa calentadas a 70°C, y comprimido a 30-40 kg cm². La curación se interrumpió después del lapso de 1 h en el paso de formación de un material. Se tomó la placa de tamaño 120 × 120 × 3 mm del molde, se cortaron discos de 50 mm de diámetro y los discos se mantuvieron en un horno a 70°C durante 7 h para un curado completo.

Las propiedades de absorción de radar de las muestras se midieron con un dispositivo panorámico R2-69 para medir el coeficiente de tensión de onda estacionaria (SWVC) y la atenuación.

La funcionalización se acompaña de una degradación parcial de las capas externas de grafeno de los CNTs y de un aumento de la hidrofilia superficial y del contenido de grupos carboxílicos. Por ejemplo, la fracción de peso de los grupos de carboxi (grado de funcionalización) es 2.0, 3.7, 4.1, y 4.2% para los CNTs funcionalizados durante 0.5, 2, 7, y 15 h, respectivamente. Debido a las propiedades hidrofílicas de la superficie de los CNTs funcionalizados y a la presencia de grupos carboxílicos, la dispersión de nanotubos en disolventes polares (acetona en este caso) es posible con la formación de soluciones coloidales estables. La mezcla de estas soluciones con la resina epoxi, seguida de la evaporación de la solución, permite la preparación de un sistema de polímeros con los CNTs distribuidos uniformemente. Los aglomerados de partículas visibles a simple vista están ausentes en estos sistemas, a diferencia de las mezclas análogas con los CNT no tratados.

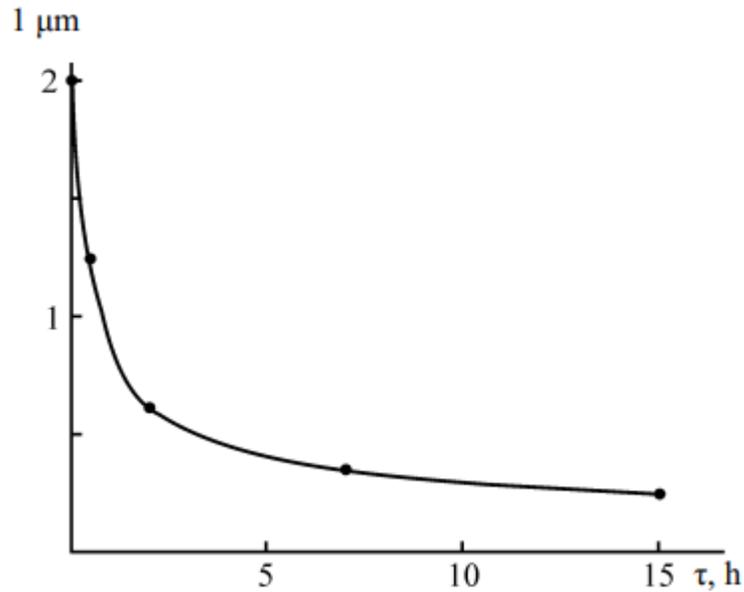


Figura 57. Longitud media de los CNT en función del tiempo de funcionalización τ . (Zakharychev et al., 2015)

A medida que aumenta el tiempo de funcionalización del CNT, los coeficientes de reflexión y absorción de los compuestos basados en el CNT aumentan más lentamente con el grado de relleno, lo que es consistente con las dependencias de la resistividad del volumen en el contenido del relleno y se debe a una disminución en la longitud del nanotubo (Figura 57) al momento de la funcionalización (el EMR se disipa en la RAM como calor debido a las corrientes de vórtice que surgen en el material). (Zakharychev et al., 2015)

Los coeficientes de absorción del compuesto con los CNTs funcionalizados durante 0.5 h mostraron que la resistividad del volumen era superior en 2-3 órdenes de magnitud a la de los nanotubos no tratados. Esto lleva a un aumento en el número de partículas y a un fuerte aumento en la disipación de la radiación en el RAM. Al mismo tiempo, tienen una longitud suficiente para asegurar una conductividad relativamente alta del compuesto, lo que también favorece el aumento de la capacidad de absorción.

Los compuestos con CNTs funcionalizados durante 0.5 h presentaron la combinación más favorable de las propiedades reflectantes y absorbentes. Así, cuando se utilizan CNTs con el grado óptimo de funcionalización, las características de absorción de radar se alcanzan con un espesor de material menor en un 36-46% en comparación con el que se alcanzaría con un

composite con los nanotubos no tratados. Por lo tanto, el trabajo de Zakharychev permite concluir que los materiales absorbentes de radar basados en los nanotubos de carbono funcionalizados superan en rendimiento a los compuestos análogos con los nanotubos no modificados por un factor de casi 1.5.

Las investigaciones demostraron que las propiedades de absorción de radar de los compuestos poliméricos dependen significativamente de las especies de CNT que los componen. Los nanotubos de 8-15 nm de diámetro y más de 2 μm de longitud son los nanotubos más efectivos de todos los estudios. (Zakharychev et al., 2016)

Por otro lado, la propuesta formulada en el trabajo de Davide Micheli se basa en la creación de una estructura multicapa, para la cual los parámetros a considerar son: número de capas, maximización de la absorción, ángulo de incidencia de microondas y banda de frecuencias. El diseño y la optimización del absorbedor se llevan a cabo utilizando un Algoritmo Genético (GA) basado en los valores reales de los parámetros eléctricos, el cual ha sido desarrollado por el equipo de investigadores. Todos los materiales dieléctricos (basados en carbono) adoptados en el GA fueron caracterizados en función de la frecuencia previa y de sus impedancias características insertadas en una base de datos (BD), para que estuviesen disponibles durante la fase de diseño. Los materiales empleados consisten en resina epoxi reforzada con tres tipos diferentes de carbono especie: grafito granular de tamaño micro (SigmaAldrich, tamaño granular $< 20 \mu\text{m}$), nanotubos carbono de pared simple nanotubos (SWCNT) (Carbolex SWCNT, diámetro alrededor de 1-2 nm, longitud 5-30 μm), y nanofibras de carbono (CNF) (SigmaAldrich CNF, diámetro alrededor de 75 nm, longitud 50-100 μm). La relación de peso de los materiales de carbono (wt%) con respecto al polímero (resina epoxi) fue de 1, 3 y 5 % del peso. La caracterización por microondas se realizó a través de mediciones de dispersión y extrayendo la permitividad eléctrica mediante algoritmos canónicos. La configuración de las mediciones consistió en un analizador de red vectorial (VNA) PNA L Agilent que trabaja hasta 20 GHz, un kit de calibración de guía de onda en la banda X (8.2 - 14 GHz) y un portamuestras que alojaba los materiales bajo prueba (MUT) de 9.77 mm de espesor. Es de notar que algunas capas fueron anuladas por el GA, en cuyos casos los materiales seleccionados no eran relevantes. De acuerdo a las 3 simulaciones llevadas a cabo por el autor, se pudo observar que el coeficiente medio de reflexión dB se situó en el intervalo -25, -50 dB.

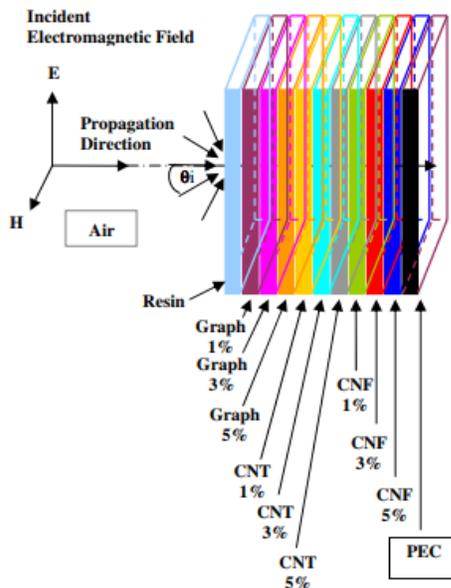


Figura 58. Estructura RAM multicapa propuesta mediante el uso del algoritmo genético GA. (D. Micheli et al., 2009)

El método de diseño RAM presentado por Micheli muestra que se pueden obtener resultados interesantes utilizando una estructura multicapa basada en nanomateriales compuestos de carbono y micrografito. En particular, el uso de nanorellenos como los CNFs, empuja los rendimientos de absorción sobre los absorbedores de grafito más convencionales, que generalmente requieren espesores más altos para obtener propiedades de absorción similares. Los resultados de su investigación demostraron la posibilidad de lograr una absorción de microondas casi perfecta mediante la aplicación conjunta de grafito y nanomateriales tradicionales. Sin embargo, dado que se trata de simulaciones numéricas, sus resultados deben de ser comprobados experimentalmente. (D. Micheli et al., 2009)

De hecho, en otra investigación de Micheli, se trabajó en la caracterización por microondas de varios materiales compuestos a base de carbono, los cuales consistían en resina epoxi reforzada con cinco especies de carbono diferentes: grafito granular de tamaño micro, fullerenos, nanofibras de carbono, nanotubos de carbono de pared simple y múltiple. Todos los cálculos se basaron en parámetros de dispersión de microondas medidos en la banda X (8.2/12.4 GHz) por el método de guía de ondas.

Los resultados obtenidos en su investigación mostraron que en la mayor parte de la anchura de banda, el coeficiente de reflexión tuvo un valor inferior a -20 dB, con dos picos por debajo de -35 dB. Este último seguramente representa un resultado interesante tanto para la baja RC del RAS propuesto en toda la banda X como para la delgadez de la estructura de cuatro capas. (D. Micheli, Apollo, Pastore, & Marchetti, 2010)

En una investigación posterior, Micheli intentó lograr la síntesis de materiales absorbentes de radar dentro de un rango de frecuencia de 2 18 Ghz, esta vez con el uso de nano polvos dispersos en resina. Debido a la dificultad de la dispersión, el autor limitó la cantidad máxima de MWCNT a 2.0 wt%, realizando dicha dispersión mediante sonicación a temperatura ambiente. En el estudio, el autor llegó a la conclusión de que el tamaño y la forma del relleno influenciaban el comportamiento dieléctrico del compuesto. Así mismo, se confirmó que los MWCNT y las CNF mostraban un mejor desempeño que las nanoplataformas de grafeno y la polianilina en términos de capacidades de absorción electromagnética. (Davide Micheli, Vricella, Pastore, & Marchetti, 2014)

Como se demostró en este apartado, en la literatura existe una amplia cantidad de información referente al tema de los nanotubos de carbono, sin embargo la información referente a la aplicación específica tratada en este trabajo es un tanto exigua. Diversos investigadores han llevado a cabo estudios relacionados al tema, sin embargo la mayoría de ellos suele tener enfoques distintos. En esta sección se presentó una recopilación de los estudios realizados por algunos investigadores, en la que se incluyó una descripción de las condiciones iniciales y de la metodología seguida durante los experimentos, así como un breve análisis de los resultados obtenidos por los investigadores.

Capítulo 4. Estudio Propuesto

4.1 MATERIALES

Como ya se ha mencionado, los nanotubos de carbón con múltiples capas poseen útiles capacidades de absorción de microondas, lo cual los convierte en una opción apropiada para ser utilizados como refuerzo en la creación de un material compuesto tipo RAM. Se ha decidido utilizar MWCNT de grado industrial, de modo que sus características sean estandarizadas. Se seleccionaron los nanotubos NC7000 fabricados por la empresa belga Nanocyl™, los cuales son producidos mediante el proceso de Depósito en Vapor Químico Catalítico (CCVD), y cuyas características son: diámetro promedio de 9.5 nm, longitud promedio de 1.5 μm, pureza de carbón de 90%, transición a óxido de metal menor al 1%, área de la superficie de 250-300 m²/g, y una resistividad de 10⁻⁴ Ω. Los parámetros de caracterización de los nanotubos de carbono, así como los métodos de medición utilizados por el fabricante para obtener dichos parámetros, han sido resumidos en la Tabla 14 para facilitar la lectura de los mismos.

Tabla 14. Caracterización específica de NC7000™. (Nanocyl, 2016)

Caracterización de los nanotubos NC7000™			
Propiedades	Unidad	Valor	Método de medición.
Diámetro promedio	10 ⁻⁹ m	9.5	Microscopía electrónica de transmisión (TEM)
Longitud promedio	μm	1.5	Microscopía electrónica de transmisión (TEM)
Pureza de carbón	%	90	Análisis termogravimétrico (TGA)
Oxido metálico de transición	%	< 1%	Espectrometría de masas por plasma acoplado inductivamente (ICP-MS)
Carbón amorfo	-	*	Microscopía electrónica de transmisión de alta resolución (HRTEM)
Área de la superficie	m ² /g	250-300	Análisis de superficie BET
Resistividad del volumen	Ω * cm	10 ⁻⁴	Método de prueba interno (resistividad en polvo)

De acuerdo a los datos de la hoja de especificaciones técnicas, la resistividad de volumen (ohm * cm) y la resistividad de la superficie (ohm * sq) de los nanotubos NC7000 disminuye de 10¹⁵ y 10¹³ a 10³ y 10², respectivamente, cuando el porcentaje de peso aumenta de 0% a 3%, como se muestra en la Figura 59.

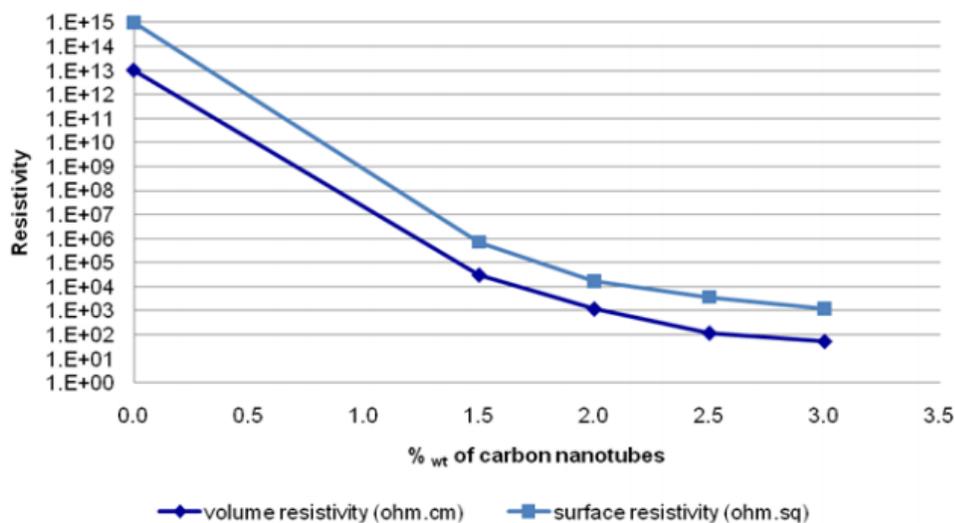


Figura 59. Curva de percolación eléctrica EJEMPLO: policarbonato (PC) – concentrado de NC7000™. Resistividad eléctrica. Medición según el método estándar de Nanocyl basado en muestras IZOD estándar moldeadas por inyección. (Nanocyl, 2016)

Para la funcionalización de los nanotubos de carbono es necesaria la utilización de algunos materiales extra, entre los cuales se encuentran algunas sustancias. La cantidad puede variar, pero en base a la información obtenida de los estudios analizados en el capítulo anterior, se recomienda que por cada 10 g de CNTs se utilicen:

- ❖ 500 ml de mezcla de ácidos sulfúrico y nítrico concentrado (3:1 por volumen)
- ❖ 10 gr de acetona

De igual manera un condensador de reflujo y una centrifugadora serán necesarios para la realización del proceso, así como un sonicador para realizar la mezcla. Para la elaboración de las muestras, se requerirá también de grasa antiadherente, la cual se le aplicará al molde.

La matriz del compuesto a utilizar será la resina epóxica bi-componente PRIME™ 20LV, la cual ha sido específicamente diseñada para su uso en una variedad de procesos de infusión de resina, incluyendo RTM, SCRIMP™ y RIFT. Tiene una viscosidad mixta muy baja y un largo tiempo de trabajo, lo que permite infundir con éxito en una sola operación piezas de gran tamaño con refuerzos complejos. Tiene una característica exotérmica excepcionalmente baja, que permite la fabricación de secciones gruesas sin riesgo de gelificación prematura debido a los aumentos de temperatura exotérmicos. La resina tiene una densidad de 1.123 g/cm³ y un endurecedor específico propio de 0.936 g/cm³, obtenidos en Gurit. (Lloyds, 2019)



Figura 60. PRIME™ 20 Sistema de infusión epoxi. (Lloyds, 2019)

4.2 FUNCIONALIZACIÓN DE LOS NANOTUBOS DE CARBONO

Los nanorellenos deben ser dispersados dentro de la resina epoxi en diferentes porcentajes de peso con un paso, los cuales suelen ir de 0.5 a 2.0 wt%. El punto crítico es lograr una dispersión de nanopartículas en la resina con una distribución homogénea e isotrópica, la cual sin embargo, se ve obstaculizada por las fuerzas de van der Waals que tienden a agregar las nanopartículas entre sí. Durante la preparación de los materiales, la dispersión de los polvos de carbono dentro de la matriz de polímeros se logrará por sonicación a temperatura ambiente.

La cantidad máxima de MWCNT suele ser limitada al 2.0 % de peso, debido a la dificultad de dispersar este tipo de nanopartículas en una matriz epoxi. Estos porcentajes de relleno representan una compensación entre las ventajas en términos de capacidad de absorción de EM y las desventajas debidas a las dificultades prácticas para lograr una dispersión homogénea con concentraciones más altas.

Como se mencionó en el capítulo anterior, la funcionalización facilita la distribución del refuerzo en la matriz, al tiempo que mejora las capacidades de absorción y reflexión del material RAM producido. Para la funcionalización de los CNT se utilizará el clásico sistema de oxidación compuesto por ácidos sulfúrico y nítrico. Se toman 10 g de CNTs y se añaden 500 ml de una mezcla de ácidos sulfúrico y nítrico concentrado (3:1 por volumen). La síntesis se puede realizar en un matraz de fondo redondo equipado con un condensador de reflujo a 90°C, con agitación continua. Los nanotubos deben ser extraídos de la mezcla después de 30 minutos de funcionalización, de manera que la relación de tamaño de los nanotubos sea

óptima. Los CNT funcionalizados deben ser lavados con agua por centrifugación repetida hasta que el agua de lavado muestre una reacción cualitativa negativa para los iones sulfato. Los CNT lavados se secan al vacío a 90°C durante 8 h.

La fracción de peso de los CNTs en el compuesto se puede variar del 2 al 6%, dado que la funcionalización permite aumentar el porcentaje de nanotubos sin que se generen aglomeraciones en la matriz. Se agrega acetona (10 g) a una porción pesada de CNTs, y la mezcla debe ser tratada ultrasónicamente con un dispersor sumergible de cuernos como el Q700 de QSonica Sonicators durante 5 minutos con agitación en un agitador magnético. A continuación, se añaden 10 g de resina epoxi y la mezcla se trata con ultrasonidos durante 10 minutos más, con agitación y enfriamiento simultáneos en agua corriente. La acetona se evapora en un horno a 60°C durante 6 h. Luego, la mezcla se calienta a 120°C y debe ser mantenida a esta temperatura durante 6 h adicionales. Se agrega el agente de curado y se mezclan bien los componentes.

4.3 MANUFACTURA DE LAS MUESTRAS

Una vez terminado el proceso mencionado anteriormente, la mezcla debe ser transferida a un molde de metal, recubierto con grasa antiadherente como la Nano Ceramic Mold Grease de Nanoplas. Se cierra con una tapa, y se coloca entre las placas de la prensa calentadas a 70°C, para ser comprimida a 30-40 kg/cm². La curación se interrumpe después del lapso de 1 h en el paso de formación de un material gomoso. Se toma la placa de tamaño 120 × 120 × 3 mm del molde, y se cortan discos de 50 mm de diámetro, los cuales se mantendrán un horno a 70°C durante 7 h para un curado completo.

4.4 PRUEBAS Y CARACTERIZACIÓN DIELECTRICA

El primer paso sería la fabricación de muestras de material compuesto que permitan calcular la permitividad relativa en función de la frecuencia del campo EM aplicado. Dichas muestras son cortadas con las dimensiones mencionadas en el apartado anterior.

La longitud de los nanotubos de carbono puede ser determinada a través de micrográficas obtenidas de un SEM, como el VEGA II LSH de TESCAN.

La recuperación de los parámetros dieléctricos se obtiene midiendo los parámetros de dispersión por microondas S_{ij} (S_{11} , S_{21} , S_{12} , S_{22}) mediante un analizador de red vectorial, como el equipo PNA-L N5235 de Keysight Technologies (Figura 61), y una línea de transmisión coaxial. De acuerdo al CENAM, se toman en cuenta las siguientes consideraciones para la aplicación de los parámetros de dispersión:

- ❖ $S_{11} = S_{22}$ Indica que el dispositivo es simétrico.
- ❖ $S_{21} = S_{12}$ Indica que el dispositivo es simétrico.
- ❖ Intervalo de frecuencia: C.C. hasta 18 GHz.
- ❖ Conector: SMA (m), SMA (f).

Con la medición del coeficiente de reflexión y los parámetros de dispersión, puede describirse el comportamiento eléctrico de los componentes y equipos de radiofrecuencia de uno o más puertos, evitando basarse en suposiciones. (Padilla & Garcia, 2009)

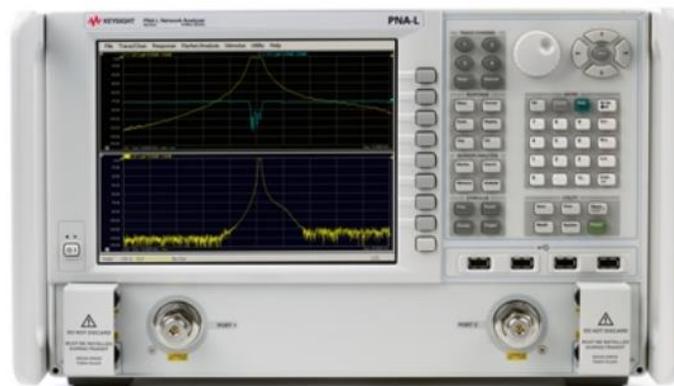


Figura 61. Analizador de red vectorial PNA-L N5235. (Technologies, n.d.)

Por lo tanto, los parámetros S obtenidos a través del analizador de red vectorial deben de ser convertidos para obtener los coeficientes de reflectancia y de absorbanza. Las mediciones podrían ser respaldadas con un software como el R&S EMC32-K48 (Software, n.d.), el cual es compatible con diversos equipos de medición.

Se elige el método de medición de espacio libre en arco del NRL (Naval Research Laboratory) para validar la eficiencia de absorción de la RAM.

En general, se utiliza un analizador de red en una configuración en arco NRL para, como se mencionó anteriormente, proporcionar tanto el estímulo como la medición. La calibración se realiza midiendo la potencia resultante reflejada en la placa metálica en un rango de frecuencia de placa. Esto se establece como el reflejo "perfecto" o nivel 0-dB. El MUT se coloca en la placa y la señal reflejada se mide en decibelios. La compuerta en el dominio del tiempo puede utilizarse para eliminar la interferencia de la antena y reducir el error introducido por las reflexiones de la sala. El tamaño del MUT y la distancia desde las antenas están determinados por el rango de frecuencia deseado de la prueba. Una configuración estándar para pruebas en el rango de frecuencia de 2-18 Ghz emplea un tamaño de material de 30 cm x 30 cm y una distancia entre la antena y la placa de 80-90 cm. (Sabu & Raju, 2017)

Un amplio rango dinámico es útil. En este momento, 100 decibelios es un límite práctico. Los materiales con capacidades de blindaje muy diferentes pueden dar resultados similares en caso de que los datos caigan por debajo del umbral de ruido. Por último, la interpretación de los datos de la SE debe tenerse cuidadosamente. Tanto el material intrínseco, como el propio sistema de medición, contribuyen a los datos resultantes de la SE. Explicar esta interacción es de gran ayuda para desarrollar modelos teóricos significativos de sistemas de medición siempre que sea posible. (Willson & Ma, 1986) En su libro, Wilson & Ma describen ampliamente todo lo relacionado con la medición de la eficacia del blindaje.

Capítulo 5. Análisis de Resultados

5.1 Resultados

Como se mencionó al inicio, el objetivo de esta investigación fue realizar un análisis bibliográfico del uso de materiales compuestos con propiedades de absorción de radar (RAM), para aplicaciones en la industria aeroespacial. Tras una extensa búsqueda y análisis de información referente al tema, fue posible presentar parte de la historia y del contexto en que estos materiales surgieron, así como sus características y el marco teórico que explica su funcionamiento.

Por lo tanto, se cumplió con el objetivo de dar a conocer el origen y las características que estos materiales poseen, así como lograr un mayor entendimiento del tema. Dado que no se contaba con los recursos necesarios para llevar a cabo la experimentación, el trabajo se limita a recopilar y analizar los estudios realizados por diversos investigadores, tras lo cual se presenta una propuesta para la elaboración de un material RAM. Con el fin de facilitar la lectura de y lograr una mejor comprensión, la Tabla 15 resume los principales parámetros de elaboración propuestos en el capítulo anterior de esta investigación.

Tabla 15. Resumen de los parámetros propuestos para la elaboración de un material tipo RAM.

PARÁMETROS PROPUESTOS	
Funcionalización	
Cantidad de CNTs a funcionalizar.	Depende de la cantidad de muestras que se vayan a realizar. Se propone 10 g
Ácido sulfúrico y ácido nítrico	500 ml (3:1 volumen)
Síntesis	En un matraz de fondo redondo con condensador de flujo a 90°C
Tiempo	Los nanotubos deben ser extraídos de la mezcla después de 30 minutos de funcionalización, de manera que la relación de tamaño de los nanotubos sea óptima.
Lavado	Por centrifugación repetida
Secado	Al vacío a 90°C durante 8 horas
Mezclado de la matriz y del refuerzo	
MWCNT (% wt)	Rango del 2 al 6%
Acetona	10 g, la mezcla debe ser tratada ultrasónicamente por 5 minutos en un agitador magnético
Resina epoxi	10 g, la mezcla debe ser tratada ultrasónicamente por 10 minutos o más, con agitación y enfriamiento simultáneos en agua corriente

Calentado	La acetona se evapora en un horno a 60°C durante 6 h. Luego, la mezcla se calienta a 120°C y debe ser mantenida a esta temperatura durante 6 h adicionales.
Curación	Se agrega el agente de curado y se mezclan bien los componentes
Manufactura de las muestras	
Antiadherente	El molde de metal debe ser recubierto con grasa antiadherente antes de transferirle la mezcla.
Compresión	Se cierra el molde con una tapa y se coloca entre las placas de una prensa calentadas a 70°C, para ser comprimida a 30-40 kg/cm ² .
Curación	La curación se interrumpe después del lapso de 1 hora en el paso de formación de un material gomoso.
Corte	Se toma la placa de tamaño 120 × 120 × 3 mm del molde, y se cortan discos de 50 mm de diámetro.
Horno	Los discos deben ser metidos al horno a 70° C durante 7 horas para un curado completo.

De tal manera, se establecieron los parámetros necesarios para obtener un material compuesto a base de resina epoxi reforzado con nanotubos de carbono (CNTs), el cual se espera que sea capaz de absorber al menos 10 dB. Si se consideran las distintas variables expuestas a lo largo de esta investigación, tales como los porcentajes de refuerzo (CNT) y de resina, así como los parámetros de funcionalización y los tiempos establecidos para cada parte del proceso, los cuales fueron mencionados en el capítulo anterior, es posible que el material obtenido posea las características de absorción y reflexión necesarias para ser utilizado en aplicaciones antirradar con enfoque aeroespacial. El estudio de materiales compuestos a base de nanotubos de carbón ha ido en ascenso, por lo que es de esperarse que los estudios que se realicen en el futuro aporten nuevas ideas para mejorar estos materiales, tales como aditivos o rellenos que permitan mejorar la eficacia de los mismos.

Se pretende retomar esta investigación en trabajos posteriores con el fin de dar continuidad al desarrollo de este tema. En dichos trabajos se podría experimentar con diversas variaciones en los porcentajes de matriz-refuerzo, el tiempo de funcionalización de los nanotubos o la inserción de otros refuerzos.

Capítulo 6. Conclusiones

6.1 Conclusión y comentarios finales

Esta investigación se enfocó en la recopilación y análisis de la información más relevante disponible en la literatura respecto al tema planteado al inicio, partiendo de lo general a lo particular. Se utilizaron tantas fuentes como fue posible, considerando las limitaciones de recursos, dado que, debido a la naturaleza del tema, los avances más recientes y de mayor alcance en el campo de la tecnología furtiva se mantienen clasificados, pues esta tecnología suele ser utilizada para aplicaciones militares. Lo anterior impide conocer la composición exacta de los materiales RAM empleados en las aeronaves furtivas de uso militar, ya que el limitado grupo de usuarios alrededor del mundo está conformado por un puñado de países que guardan celosamente los secretos de esta tecnología.

No obstante, de la información obtenida y expuesta en el Capítulo 3, se puede concluir que, para obtener mejores resultados, es necesario funcionalizar los nanotubos para facilitar la dispersión de los mismos en la matriz, así como para incrementar las características de absorción y reflexión del material compuesto obtenido. La mayoría de los estudios aquí presentados se encontraban en la gama de frecuencias de 2-18 GHz. Por otro lado, los materiales RAM desarrollados y estudiados por el autor Zakharychev se encontraban en la gama de frecuencias de 52 a 73 GHz, lo cual dificulta la comparación de los resultados con los de otros estudios. Zakharychev encontró que el nivel de la pérdida de reflexión es de 5.1 (para el material de 1 mm de espesor) a 9.5 dB (para el espesor de 10 mm) para los RAM más eficaces. De acuerdo al autor, normalmente, la pérdida de reflexión igual a 5-10 dB (desde una superficie plana) es suficiente para RAMs, aplicados para la producción de algunos elementos, lo que concuerda con los objetivos de pérdida mínima planteados por el investigador Botran Díaz en el espectro de 0 a 18 GHz. Por otro lado la investigadora Micheli proponía una estructura multipared con distintos refuerzos en cada capa, cuyo porcentaje de peso y espesor serían determinados por su algoritmo genético. *Sin embargo, en este trabajo se considera que a diferencia de lo que él proponía, lo mejor sería desarrollar un material compuesto formado por un solo refuerzo, el cual debe de ser funcionalizado para mejorar su desempeño y facilitar su distribución en la matriz.*

Otro dato importante que debe ser mencionado, es el hecho de que el tiempo de funcionalización también es un factor que altera la longitud de los nanotubos, y por ende, la

relación entre el diámetro y la longitud que el autor Virendra mencionaba, cambia, alterando las capacidades de absorbanza del material. El espesor de la muestra también debe ser considerado, pues influye en las capacidades de reflectancia.

Algunos trabajos futuros podrían enfocarse en sintetizar y funcionalizar nanotubos de carbono mediante el uso de parámetros alternativos (modificando por ejemplo el tiempo o las proporciones entre la matriz y los refuerzos), los cuales permitan mejorar el desempeño de los materiales RAM obtenidos.

GLOSARIO

Anisotrópico.- Es la propiedad general de la materia según la cual cualidades como elasticidad, temperatura, conductividad, velocidad de propagación de la luz, etc. varían según la dirección en que son examinadas

Apantallamiento electromagnético.- Se compone de las contribuciones a partir de la absorción y la reflexión, por lo que tanto la conductividad a lo largo del volumen del material protector como su espesor adquieren especial relevancia.

Apantallamiento EMI.- Teoría que se basa en los términos de reflectancia (R), transmitancia (T) y absorbancia (A), que se refieren respectivamente a la fracción de potencia incidente reflejada, transmitida y absorbida.

Bandas de frecuencia.- Son intervalos de frecuencias del espectro electromagnético asignados a diferentes usos dentro de las radiocomunicaciones.

Cámara anecoica.- es una sala diseñada para absorber en su totalidad las reflexiones producidas por ondas acústicas o electromagnéticas en cualquiera de las superficies que la conforman (suelo, techo y paredes laterales).

Catalizador.- Sustancia que acelera o retarda una reacción química sin participar en ella.

Clutter.- Ruido provocado por los ecos o reflexiones en elementos ajenos al sistema (montañas, superficie del mar, etc.), que evitan que la SNR sea la óptima.

Conductividad.- Es la medida de la capacidad de un material o sustancia para dejar pasar la corriente eléctrica a través de él.

Dieléctrico.- Material con una baja conductividad eléctrica ($\sigma \ll 1$); es decir, un aislante, el cual tiene la propiedad de formar dipolos eléctricos en su interior bajo la acción de un campo eléctrico. Así, todos los materiales dieléctricos son aislantes pero no todos los materiales aislantes son dieléctricos.

Frecuencia.- Es una magnitud que mide el número de repeticiones por unidad de tiempo de cualquier fenómeno o suceso periódico. Tiene una relación inversa con el concepto de longitud de onda, a mayor frecuencia menor longitud de onda y viceversa.

Funcionalización.- Modificación superficial, pretratamiento superficial, recubrimiento con plasma. Mediante funcionalización se consiguen diferentes propiedades físicas o químicas de la superficie tratada.

Ganancia.- Es la medida de la capacidad de un material o sustancia para dejar pasar la corriente eléctrica a través de él.

Impedancia.- Es una medida de oposición que presenta un circuito a una corriente cuando se aplica una tensión.

Isotrópico.- Se refiere al hecho de que ciertas magnitudes vectoriales conmensurables dan resultados idénticos independientemente de la dirección escogida para dicha medida.

Microondas.- El rango de las microondas está incluido en las bandas de radiofrecuencia, concretamente en las de UHF (*ultra-high frequency* - frecuencia ultra alta) 0.3-3 GHz, SHF (*super-high frequency* - frecuencia súper alta) 3-30 GHz y EHF (*extremely-high frequency* - frecuencia extremadamente alta) 30-300 GHz.

MWCNT.- Nanotubos de carbono de pared múltiple.

Pérdida.- Defecto en el aislamiento o conductividad de cualquier componente o mecanismo de un circuito eléctrico, que provoca la interrupción de la corriente.

Permeabilidad.- Capacidad de una sustancia o medio para atraer y hacer pasar a través de ella campos magnéticos, la cual está dada por la relación entre la inducción magnética existente y la intensidad de campo magnético que aparece en el interior de dicho material.

Permitividad.- También llamada también constante dieléctrica, es una constante física que describe cómo un campo eléctrico afecta y es afectado por un medio.

Pirolisis.- Es la descomposición química de materia orgánica y todo tipo de materiales, excepto metales y vidrios, causada por el calentamiento a altas temperaturas en ausencia de oxígeno (y de cualquier halógeno).

RAM.- Materiales absorbentes de radar.

Sonicación.- Es el acto de aplicación de la energía del sonido (generalmente ultrasonidos) para agitar las partículas de una muestra, con diversos fines científicos o industriales.

Sustrato.- Es típicamente la especie química que se observa en una reacción química, que reacciona con un reactivo para generar un producto. En química sintética y orgánica, el sustrato es el químico de interés que se está modificando.

SWCNT.- Nanotubos de carbono de pared simple.

Ultrasonido.- Son ondas acústicas cuya frecuencia está por encima de la capacidad de audición del oído humano (aproximadamente 20 000 Hz).

BIBLIOGRAFÍA

- 1) Andrade Guel, M. L., López López, L. I., & Sáenz Galindo, A. (2012). Nanotubos de carbono: funcionalización y aplicaciones biológicas. *Revista Mexicana de Ciencias Farmacéuticas*, 43, 9–18. Retrieved from http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1870-01952012000300002
- 2) Askeland, D. (1998). *Ciencia e ingeniería de los materiales*. (I. T. Editores, Ed.) (Tercera Ed). An International Thomson Publishing Company ITP. Retrieved from <http://archive.org/details/AskelandDonaldR.Ciencia>
- 3) Askeland, Donald R. (2001). *Ciencia e ingeniería de los materiales* (Cuarta Edición). Thomson. <https://doi.org/10:0-8400-5444-0>
- 4) Askeland, Donald R. (2012). *Ciencia e ingeniería de materiales* (6ta Ed.). Missouri: Cengage Learning. Retrieved from https://books.google.com.co/books/about/Ciencia_de_materiales_para_ingeniería.html?hl=es&id=Md2oAAAACAAJ&redir_esc=y
- 5) Azonano. (2018). Carbon Nanotube Synthesis. Retrieved from <https://www.azonano.com/article.aspx?ArticleID=4844>
- 6) Bonnamy, S., & Oberlin, A. (2016). *Transmission Electron Microscopy. Materials Science and Engineering of Carbon. Methods in Molecular Biology*. Butterworth-Heinemann. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-805256-3.00004-0>
- 7) Botran Díaz, Á. (2015). *Desarrollo de un material absorbente de radiaciones electromagnéticas en el espectro de [0-18GHz]*. Universidad Carlos III de Madrid.
- 8) Callister, W. D. (1997). *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*. Utah: Editorial Reverté, S.A. <https://doi.org/10.1016/j.bmcl.2006.07.029>
- 9) Eatemadi, A., Daraee, H., Karimkhanloo, H., Kouhi, M., Zarghami, N., Akbarzadeh, A., ... Joo, S. W. (2014). Carbon nanotubes: Properties, synthesis, purification, and medical applications. *Nanoscale Research Letters*, 9(1), 1–13. <https://doi.org/10.1186/1556-276X-9-393>
- 10) Elprocus. (2018). Radar - Basics, Types & Applications. Retrieved April 3, 2019, from <https://www.elprocus.com/radar-basics-types-and-applications/>
- 11) Franchitto, M., Faez, R., Orlando, A. J. F., Rezende, M. C., & Martin, I. M. (2002). Electromagnetic behavior of radar absorbing materials based on conducting polymers, (February), 137–140. <https://doi.org/10.1109/sbmomo.2001.1008736>

- 12) Garate, H. (2014). *Síntesis, caracterización y propiedades de materiales compuestos nanoestructurados reforzados con nanotubos de carbono*. “Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. <http://digital.bl.fcen.uba.ar>.”
- 13) Jones, R. M. (1999). *Mechanics of Composite Materials. My Curious and Jocular Heroes* (Second Ed.). Blacksburg, Virginia: Taylor & Francis. <https://doi.org/10.5406/j.ctt1v2xsbz.1>
- 14) Lederer, P. G. (1986). *An Introduction to Radar Absorbent Materials (RAM)*. Malvern.
- 15) Lee, T. (2015). Network Analyzer vs . Spectrum Analyzer : What is the difference ? Retrieved May 25, 2019, from <https://www.testandmeasurementtips.com/how-spectrum-analyzers-differ-from-network-analyzers/>
- 16) Lin, H., Zhu, H., Guo, H., & Yu, L. (2007). Investigation of the microwave-absorbing properties of Fe-filled carbon nanotubes. *Materials Letters*, 61(16), 3547–3550. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2007.01.077>
- 17) Lin, H., Zhu, H., Guo, H., & Yu, L. (2008). Microwave-absorbing properties of Co-filled carbon nanotubes. *Materials Research Bulletin*, 43(10), 2697–2702. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2007.10.016>
- 18) Lloyds, G. (2019). Laminating & Infusion Systems. Retrieved from <https://www.gurit.com/sitecore/content/Old-Product-Pages/Other-Products/Laminating-Infusion-Systems/PRIME-20LV>
- 19) Lockheed, M. (2019). F-117 Nighthawk. Retrieved March 6, 2019, from <https://www.lockheedmartin.com/en-us/news/features/history/f-117.html>
- 20) Lopez Jimenez, F. (2011). *Mechanics of thin carbon fiber composites with a silicone matrix*. California Institute of Technology. Retrieved from <http://resolver.caltech.edu/CaltechTHESIS:03152011-154253229>
- 21) M. Antigüedad, G. (2008). *Proceso y caracterización de materiales compuestos de matriz polimérica reforzados con nanofibras de carbono para aplicaciones tecnológicas*. Universidad Complutense de Madrid.
- 22) Maubert, M., Soto, L., León, A. M., & ... (2009). Nanoturbos de carbono: La era de la nanotecnología. *Razón y Palabra*. Reynosa, Tamaulipas: Universidad Autónoma Metropolitana. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2008.05.020>
- 23) Michael Chun-Yung Niu. (1992). *Composite Airframe Structures* (First Edit). Hong Kong: Conmilit Press LTD.
- 24) Micheli, D., Apollo, C., Pastore, R., & Marchetti, M. (2010). X-Band microwave characterization of carbon-based nanocomposite material, absorption capability comparison and RAS design simulation. *Composites Science and Technology*, 70(2), 400–409.

<https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2009.11.015>

- 25) Micheli, D., Pastore, R., Apollo, C., Marchetti, M., Gradoni, G., Moglie, F., & Primiani, V. M. (2009). Carbon based nanomaterial composites in RAM and microwave shielding applications. *2009 9th IEEE Conference on Nanotechnology (IEEE-NANO)*, 8(1), 978–981.
- 26) Micheli, Davide, Vricella, A., Pastore, R., & Marchetti, M. (2014). Synthesis and electromagnetic characterization of frequency selective radar absorbing materials using carbon nanopowders. *Carbon*, 77, 756–774. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2014.05.080>
- 27) Nanocyl. (2016). Technical Data Sheet: NCT7000. Nanocyl. Retrieved from <https://www.nanocyl.com/wp-content/uploads/2016/07/DM-TI-02-TDS-NC7000-V08.pdf>
- 28) Ocampo, C. G. (2005). *Determinación experimental de las propiedades en corte de una lámina fabricada en materiales compuestos*. Instituto Politécnico Nacional. <https://doi.org/dfgdfg>
- 29) Orfanidis, S. J. (2016). *Electromagnetic Waves and Antennas* (First Ed.). Rutgers University.
- 30) Padilla, S., & Garcia, I. (2009). Aplicación de los parámetros de dispersión en la caracterización de componentes y equipos de radiofrecuencia para la industria de telecomunicaciones. *Centro Nacional de Metrología*. México, D.F.: CENAM. Retrieved from http://www.cenam.mx/dme/pdf/PRE_E-Vie-7.pdf
- 31) Pasten Espinoza, R. (2017). *Obtención de los parámetros en la síntesis de blancos de Si – Al técnica de sputtering para aplicaciones aeroespaciales*. Universidad Autónoma de Baja California.
- 32) Sabu, T., & Raju, T. (2017). *Spectroscopy Methods for Nanomaterials Characterization*. Office (Vol. 2). Amsterdam: Elsevier. Retrieved from <http://biomedgerontology.oxfordjournals.org/content/68/11/1387.long>
- 33) Singh, H., & Jha, R. M. (2015). *Introduction to Radar Cross Section Reduction*. Active Radar Cross Section Reduction (First Ed.). Bangalore: Cambridge University Press. <https://doi.org/10.1017/cbo9781316136171.002>
- 34) Siqueiros Hernández, M. (2013). *Análisis comparativo de una sección estructural del fuselaje de una aeronave entre material compuesto ortogonal simétrico balanceado y aluminio Normalizado 6061 T6*. Universidad Autónoma de Baja California.
- 35) Skolnik, M. I. (1990). *Radar Handbook*. (B. E. Gonneau, Daniel A., Eckes, Ed.) (Second Ed.). Mc Graw Hill. <https://doi.org/10.3303/CET1653008>
- 36) Software, M. (n.d.). Shielding Effectiveness Measurement Application Note. Rohde & Schwarz.
- 37) Stimson, G. W., Endham, M., & Ersey, N. E. W. J. (1998). *Introduction to Airborne Radar*.

- Architecture* (Second Ed.). Mendham, New Jersey: SciTech Publishing Inc. Retrieved from http://twanclik.free.fr/electricity/electronic/pdfdone8/Introduction_to_Airborne_Radar.pdf
- 38) Tang, C. Y., & Yang, Z. (2017). *Transmission Electron Microscopy (TEM). Membrane Characterization*. Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63776-5.00008-5>
- 39) Technologies, K. (n.d.). Keysight 2-Port PNA-L Network Analyzer. Technologies, Keysight. Retrieved from <http://literature.cdn.keysight.com/litweb/pdf/N5235-90003.pdf>
- 40) Virendra, K. S., Sudeshna, B., Kamlesh, P., Surender, K. S., Navin, C. M., & Tandon, R. P. (2013). Polymers for Microelectronics. *Journal of Applied Polymer Science*, 4(Special Issue: Polymers for Microelectronics). <https://doi.org/10.1002/9783527631421.ch54>
- 41) Wang, R.-M., Zheng, S.-R., & Zheng, Y.-P. (2011). Introduction to polymer matrix composites. *Polymer Matrix Composites and Technology*, 1–548. <https://doi.org/10.1533/9780857092229.1>
- 42) Willson, P. F., & Ma, M. T. (1986). *A Study of Techniques for Measuring the Electromagnetic Shielding Effectiveness of Materials*. Washington: U.S. Department of Commerce / National Bureau of Standards.
- 43) Word press. (2019). Lidar and Radar information. Retrieved March 4, 2019, from <http://lidarradar.com/definition/different-types-of-radar-systems>
- 44) Yuzcelik, C. K. (2003). *Radar Absorbing Material Design. Applied Mechanics and Materials*. Naval Postgraduate School. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/amm.390.450>
- 45) Zachariah, A. (2009). *Stealth Technology*. Thiruvananthapuram.
- 46) Zakharychev, E. A., Kabina, M. A., Razov, E. N., Svetlakov, Y. A., & Istomin, L. A. (2015). Effect of functionalization of carbon nanotubes on the radar-absorbing properties of polymeric composites based on them. *Russian Journal of Applied Chemistry*, 88(2), 302–307. <https://doi.org/10.1134/s1070427215020184>
- 47) Zakharychev, E. A., Razov, E. N., Semchikov, Y. D., Zakharycheva, N. S., Kabina, M. A., Bakina, L. I., & Zefirov, V. L. (2016). Radar absorbing properties of carbon nanotubes/polymer composites in the V-band. *Bulletin of Materials Science*, 39(2), 451–456. <https://doi.org/10.1007/s12034-016-1168-0>