



**DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y  
MECÁNICA**

**CARRERA DE INGENIERÍA MECÁNICA**

**TRABAJO DE TITULACIÓN PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO  
DE INGENIERO MECÁNICO**

**TEMA: “ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE UN  
MATERIAL COMPUESTO HÍBRIDO DESARROLLADO CON FIBRAS  
CONVENCIONALES REFORZADO MEDIANTE FIBRAS  
ELECTROHILADAS.”**

**AUTORES: TNTE. TEC. AVC. MENA ARCINIEGA, CARLOS ALFREDO  
SUBT. TEC. AVC. NAVARRETE CORRALES, FREDDY STEEVEN**

**DIRECTOR: ING. NARVÁEZ MUÑOZ, CHRISTIAN PATRICIO MPHIL.**

**SANGOLQUÍ**

**2020**



## DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA

### CARRERA DE INGENIERÍA MECÁNICA

#### CERTIFICACIÓN

Certifico que el trabajo de titulación ***“ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE UN MATERIAL COMPUESTO HÍBRIDO DESARROLLADO CON FIBRAS CONVENCIONALES REFORZADAS MEDIANTE FIBRAS ELECTROHILADAS.”***, fue realizado por los señores ***Mena Arciniega, Carlos Alfredo*** y ***Navarrete Corrales, Freddy Steeven***, el mismo que ha sido revisado en su totalidad, analizado por la herramienta de verificación de similitud de contenido; por lo tanto cumple con los requisitos teóricos, científicos, metodológicos y legales establecidos por la Universidad de Fuerzas Armadas ESPE, razón por la cual me permito acreditar y autorizar para que lo sustente públicamente.

Sangolquí, 17 de Enero de 2020.

Director del trabajo de titulación

Ing. Christian Patricio Narváez Muñoz MPhil.

C.C. 1720037165



**DEPARTAMENTO DE ENERGÍA Y MECÁNICA**  
**CARRERA DE INGENIERÍA MECÁNICA**

**AUTORÍA DE RESPONSABILIDAD**

Nosotros, *Mena Arciniega, Carlos Alfredo* y *Navarrete Corrales, Freddy Steeven*, declaramos que el contenido, ideas y criterios del trabajo de titulación: ***“ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE UN MATERIAL COMPUESTO HÍBRIDO DESARROLLADO CON FIBRAS CONVENCIONALES REFORZADAS MEDIANTE FIBRAS ELECTROHILADAS.”***, son de nuestra autoría y responsabilidad, cumpliendo con los requisitos teóricos, científicos, técnicos, metodológicos y legales establecidos por la Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE, respetando los derechos intelectuales de terceros y referenciando las citas bibliográficas. Consecuentemente el contenido de la investigación mencionada es veraz.

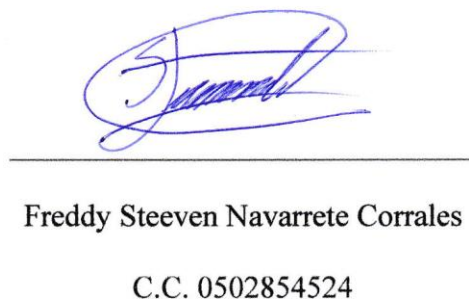
Sangolquí, 17 de Enero de 2020.

Autores



---

Carlos Alfredo Mena Arciniega  
C.C. 1003378062



---

Freddy Steeven Navarrete Corrales  
C.C. 0502854524



**DEPARTAMENTO DE ENERGÍA Y MECÁNICA**

**CARRERA DE INGENIERÍA MECÁNICA**

**AUTORIZACIÓN**

Nosotros, *Mena Arciniega, Carlos Alfredo* y *Navarrete Corrales, Freddy Steeven*, autorizamos a la Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE publicar el trabajo de titulación: ***“ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE UN MATERIAL COMPUESTO HÍBRIDO DESARROLLADO CON FIBRAS CONVENCIONALES REFORZADAS MEDIANTE FIBRAS ELECTROHILADAS.”***, en el Repositorio Institucional, cuyo contenido, ideas y criterios son de nuestra responsabilidad.


Sangolquí, 17 de Enero de 2020.

Autores



---

Carlos Alfredo Mena Arciniega  
C.C. 1003378062



---

Freddy Steeven Navarrete Corrales  
C.C. 0502854524

### **Dedicatoria**

La presente investigación parte de nuestro trabajo de titulación lo dedicamos principalmente a Dios, por darnos la vida, la inspiración y la guía necesaria durante el tiempo de estudio en la carrera para poder obtener nuestro título de Ingeniero Mecánico.

A nuestros queridos padres y hermanos, por su amor, sacrificio y apoyo en todos estos años, sin ustedes no estaríamos logrando convertirnos en lo que somos.

A nuestras familias por su compañía constante en cada pilar que hemos culminado durante la carrera ya que sin su ayuda no hubiésemos podido alcanzar esta meta, han sido un soporte permanente para llegar al objetivo de convertirnos en Ingenieros Mecánicos.

## **Agradecimientos**

Un profundo agradecimiento a nuestras familias, soporte primordial proporcionado de inicio a fin en este camino y quienes son sinónimo del esfuerzo realizado.

A nuestro tutor y docentes del DECEM por la ayuda y las enseñanzas brindadas durante la carrera y la culminación exitosa de la investigación.

A la Fuerza Aérea Ecuatoriana por la confianza al entregarnos la ayuda y oportunidad de especializarnos en estudios y por las facilidades proporcionada durante toda la carrera.

A los integrantes del grupo de investigación DIOPMA y a la Universitat de Barcelona por la ayuda y calidad humana brindada durante la estancia de investigación del presente trabajo de titulación.

A todos los amigos que nos han apoyado durante toda la carrera y han hecho que la permanencia en la Universidad de las Fuerzas Armadas sea con gran éxito, en especial a aquellos que nos brindaron un consejo y compartieron sus conocimientos.

## Índice de Contenidos

CERTIFICACIÓN .....	i
AUTORÍA DE RESPONSABILIDAD.....	ii
AUTORIZACIÓN.....	iii
Dedicatoria .....	iv
Agradecimientos.....	v
Índice de Contenidos.....	vi
Índice de Tablas.....	x
Índice de figuras .....	xi
Capítulo1 .....	1
Generalidades .....	1
1.1 Introducción .....	1
1.2 Antecedentes .....	2
1.3 Hipótesis.....	4
1.4 Objetivos .....	5
1.4.1 Objetivo General .....	5
1.4.2 Objetivos Específicos.....	5
1.5 Justificación e Importancia.....	5
1.6 Alcance.....	8
Capítulo 2 .....	10
Revisión Bibliográfica.....	10

2.1 Evolución de Materiales compuestos y la Industria Aeronáutica .....	10
2.2 Materiales compuestos híbridos .....	13
2.3 Técnica de Electrospinning .....	14
2.4 Reforzamiento de fibras .....	15
2.4.1 Poliacrilonitrilo (PAN) .....	16
2.4.2 Nanotubos de carbono .....	17
2.5 Norma para la obtención de propiedades mecánicas en materiales compuestos .....	19
2.5.1 Ensayo de esfuerzo último a la tensión .....	19
2.5.2 Acabado superficial .....	19
Capítulo 3 .....	21
Elaboración y caracterización del material compuesto híbrido .....	21
3.1 Metodología empleada. ....	21
3.2 Determinación de la técnica de decisión estadística adecuada .....	22
3.3 Aplicación del Diseño Experimental (DOE) .....	22
3.3.1 Parámetros analizados .....	25
3.3.2 Aplicación del Diseño de Experimentos. ....	26
3.4 Materiales y equipos .....	27
3.4.1 Materiales .....	27
3.4.2 Equipos .....	28
3.5 Protocolo de fabricación .....	29
3.6 Preparación de las soluciones .....	30
3.7 Aplicación de la técnica de electrospinning. ....	32
3.8 Ensayos de tensión a fibras electrohiladas. ....	33



3.9 Micrografía en SEM de fibras electrohiladas.....	35
3.10 Adición de los nanotubos de carbono.....	37
3.11 Aplicación de electrospinning con PAN y nanotubos de carbono. ....	39
3.12 Ensayos de tensión de las fibras electrohiladas con nanotubos de carbono.....	40
3.13 Implementación de fibras electrohiladas a fibras convencionales. ....	41
3.14 Elaboración del material compuesto final. ....	41
3.15 Aplicación de ensayo mecánico según norma.....	45
3.16 Medición de rugosidad en los materiales compuestos híbridos. ....	47
Capítulo 4.....	48
Análisis de resultados.....	48
4.1 Resultados de fibras electrohiladas a diferentes porcentajes.....	48
4.1.1 Análisis de estructura con micrografía SEM.....	48
4.1.2 Resultados ensayos de tensión .....	52
4.1.3 Selección de fibra de PAN con método de Taguchi.....	54
4.2 Análisis de fibras de PAN con MWNTC .....	56
4.2.1 Comparación de la rotura de fibras de PAN con y sin MWNTC.....	56
4.2.2 Resultados ensayos de tensión .....	57
4.3 Resultados del material compuesto híbrido final. ....	59
4.3.1 Resultados ensayos de tensión .....	59
4.3.2 Medición de rugosidad.....	62
Capítulo 5 .....	65
Conclusiones y recomendaciones.....	65
5.1 Conclusiones .....	65

5.2 Recomendaciones.....66

Referencias .....68

ANEXOS.....70

ANEXOS A.....70

ANEXOS B.....70

ANEXOS C.....70

## Índice de Tablas

<i>Tabla 3.1 Matriz de comparación para la selección del DOE más adecuado .....</i>	<i>22</i>
<i>Tabla 3.2 Tabla de parámetros escogidos .....</i>	<i>26</i>
<i>Tabla 4.1 Características y parámetros de las diferentes fibras.....</i>	<i>48</i>
<i>Tabla 4.2 Tabla Resumen de densidad de fibras .....</i>	<i>50</i>
<i>Tabla 4.3 Resumen de resultados finales de ensayos de tensión de fibras de PAN.....</i>	<i>52</i>
<i>Tabla 4.4 Resumen de resultados finales de ensayos de tensión de fibras de PAN reforzadas con MWNTC .....</i>	<i>57</i>
<i>Tabla 4.5 Resumen de resultados finales de ensayos de tensión de material compuesto.....</i>	<i>60</i>
<i>Tabla 4.6 Resumen de resultados de rugosidad y acabado superficial.....</i>	<i>62</i>

## Índice de figuras

<b>Figura 2.1</b> Evolución de materiales compuestos en la industria aeronáutica Fuente:	
<i>Plataforma aeroespacial española, 2010</i> .....	10
<b>Figura 2.2</b> Distribución de materiales extremos en un avión de combate Fuente: Plataforma	
<i>aeroespacial española, 2010</i> .....	11
<b>Figura 2.3</b> Vela para embarcaciones de tejido laminado de Kevlar y fibra de carbono Fuente:	
<i>Estudio de materiales compuestos, 2010</i> .....	14
<b>Figura 2.4</b> Proceso de electrospinning Fuente: Revista Iberoamericana de Polímeros .....	15
<b>Figura 2.5</b> Poliacrilonitrilo en polvo Fuente: Sigma Aldrich .....	16
<b>Figura 2.6</b> Tabla de comparación de desviación media aritmética Ra y número de grados de	
<i>rugosidad Fuente: Tabla C.1 de Norma ISO 1302:1992</i> .....	19
<b>Figura 2.7</b> Velocidad máxima en función de la rugosidad de la superficie alar Fuente:	
<i><a href="http://www.rkka.es/Manuales/001_manuales_vuelo/Manual_Yak-X/3002.htm">http://www.rkka.es/Manuales/001_manuales_vuelo/Manual_Yak-X/3002.htm</a></i> .....	20
<b>Figura 2.8</b> Coatings and Composites Fuente: SIA abrasivos.....	20
<b>Figura 3.1</b> Diagrama de flujo de las etapas a realizar en el presente trabajo de investigación ..	21
<b>Figura 3.2</b> Esquema de aplicación de Taguchi .....	23
<b>Figura 3.3</b> Número de ensayos que se realizarán según el Método de Taguchi .....	27
<b>Figura 3.4</b> Esquema de fabricación de las fibras electrohiladas y material compuesto .....	30
<b>Figura 3.5</b> Forma de añadir el PAN en el DMF .....	30
<b>Figura 3.6</b> Mezcla de PAN 6% (1,8gr) con DMF (28,2gr) .....	31
<b>Figura 3.7</b> Soluciones terminadas con los diferentes porcentajes de PAN.....	32
<b>Figura 3.8</b> Proceso con PAN al 8%, con flujo de 0,5ml/h y distancia de 16,5cm.....	32

<b>Figura 3.9</b> <i>Fibras en el colector con PAN al 10%, con flujo de 2ml/h y una distancia de 16,5cm</i> .....	33
<b>Figura 3.10</b> <i>Fabricación de probetas para ensayo de tensión</i> .....	34
<b>Figura 3.11</b> <i>Máquina de ensayos universales ZWICK ROEL</i> .....	34
<b>Figura 3.12</b> <i>Proceso del ensayo: A) Medición del espesor de las fibras; B) Colocación de las fibras en las mordazas y corte del papel; C) Aplicación del ensayo de tensión</i> .....	35
<b>Figura 3.13</b> <i>Proceso para muestras en SEM: A) Elementos para hacer las muestras; B) Colocación de las fibras en los steps; C) Ubicación de las muestras en la máquina de vacío; D) Adición de una capa de oro en las muestras</i> .....	36
<b>Figura 3.14</b> <i>Ubicación de las muestras en la recámara del SEM</i> .....	36
<b>Figura 3.15</b> <i>A) Nanotubos de carbono dispersos en DMF; B) Nanotubos de carbono sólido</i> .....	37
<b>Figura 3.16</b> <i>Mezcla de la solución con el primer procedimiento</i> .....	38
<b>Figura 3.17</b> <i>A) Adición de CNT en la solución; B) Ultrasonido con baño de hielo</i> .....	38
<b>Figura 3.18</b> <i>Proceso de PAN al 12% con MWNT al 0,1%</i> .....	39
<b>Figura 3.19</b> <i>Proceso con PAN al 12%; MWCNT al 0,2%; con flujo de 1ml/h y distancia de 18cm</i> .....	39
<b>Figura 3.20</b> <i>Fabricación de probetas</i> .....	40
<b>Figura 3.21</b> <i>Aplicación de ensayos de tensión</i> .....	40
<b>Figura 3.22</b> <i>Proceso de electrospinning sobre la fibra de vidrio</i> .....	41
<b>Figura 3.23</b> <i>Ubicación del plástico en la zona de trabajo</i> .....	42
<b>Figura 3.24</b> <i>Corte del Peel Ply y el Breather</i> .....	42
<b>Figura 3.25</b> <i>Determinación de peso de la fibra de vidrio y la resina</i> .....	43
<b>Figura 3.26</b> <i>Adición y dispersión de la resina por la fibra de vidrio</i> .....	44

<b>Figura 3.27</b> Verificación de fugas al realizar el vacío .....	44
<b>Figura 3.28</b> Extracción del material compuesto .....	45
<b>Figura 3.29</b> Proceso de elaboración de probetas .....	45
<b>Figura 3.30</b> Máquina de ensayos universal SHIMADZU con una celda de carga de 5 toneladas .....	46
<b>Figura 3.31</b> Proceso ensayo de tensión en material compuesto híbrido.....	46
<b>Figura 3.32</b> Procedimiento de medición en el rugosímetro .....	47
<b>Figura 4.1</b> Matriz de comparación de micrografía de fibras de PAN con los siguientes resultados .....	49
<b>Figura 4.2</b> Comparación de densidad de fibras .....	51
<b>Figura 4.3</b> Gráficas de los ensayos de tensión de las fibras de PAN a diferentes concentraciones.....	53
<b>Figura 4.4</b> Gráfica Esfuerzo vs. Deformación de fibras a diferentes concentraciones .....	54
<b>Figura 4.5</b> Gráfica de categorización de los parámetros que se utilizaron.....	55
<b>Figura 4.6</b> Comparación de la micrografía de las fibras en las secciones de rotura de las fibras de PAN .....	56
<b>Figura 4.7</b> Gráficas de los ensayos de tensión de las fibras de PAN reforzadas con MWNTC en diferentes concentraciones .....	58
<b>Figura 4.8</b> Gráfica Esfuerzo vs. Deformación de fibras de PAN reforzadas con MWNTC en diferentes concentraciones .....	59
<b>Figura 4.9</b> Gráficas de los ensayos de tensión de materiales compuestos.....	60
<b>Figura 4.10</b> Gráfica Esfuerzo vs. Deformación de materiales compuestos .....	61
<b>Figura 4.11</b> Gráfica de comparación de acabado superficial .....	62

## Capítulo1

### Generalidades

#### **1.1 Introducción**

Los materiales compuestos y sus aplicaciones son un nuevo campo en la aviación, por ende las mejoras en su rendimiento están en desarrollo, la idea del mando es lograr la fabricación de este tipo de material, por esta razón el presente trabajo de investigación se basa en el desarrollo de material compuesto híbrido con fibras convencionales y reforzado con fibras electrohiladas fabricadas con Poliacrilonitrilo (PAN) y Nanotubos de carbono multipared (MWNTC), para así determinar las propiedades mecánicas que se puede obtener de las mismas.

El enfoque experimental de la investigación se llevará a cabo de manera planificada, estructurada y estandarizada, en base a los resultados obtenidos y análisis estadístico, siguiendo las siguientes etapas:

- Definir los parámetros a utilizar en el proceso de electrospinning mediante un diseño de experimentos.
- Reforzamiento del material compuesto híbrido con los parámetros definidos.
- Observar la microestructura de las fibras verificando su correcta formación y dispersión.
- Fabricar el material compuesto con las fibras reforzadas.
- Análisis de Normas Estándar para la realización de ensayos.
- Realizar ensayos mecánicos: tensión y análisis superficial; en diferentes probetas.

- Comparar con los valores obtenidos en los ensayos de material compuesto sin reforzamiento.
- Validación de los resultados obtenidos con la teoría.
- Redacción del documento científico.
- Establecer conclusiones y recomendaciones.

## **1.2 Antecedentes**

El mercado mundial de materiales compuestos (MC) ha crecido desde 1994 hasta el año 2000 en el 5,7% anual en cantidad. Por otra parte en el año 2000 se produjeron, a escala mundial, siete millones de toneladas, correspondiendo más del 95% a compuestos de gran difusión (Béguin, 2002).

Son varios los campos de aplicación de los MC en la sociedad. Los principales se indican a continuación:

- Electrónica
- Construcción
- Medicina
- Transporte
- Aeronáutica
- Ocio
- Embalajes
- Otras Aplicaciones



**Algunos ejemplos recientes y más concretos de aplicaciones de los materiales compuestos en el mundo de la industria en general (García, 2002) se listan a continuación:**

- El Avión de Combate Europeo EFA tiene un 40% de su estructura y el 70% de la superficie exterior en fibra de carbono.
- En el avión F-22 el 39% es titanio, el 24% son materiales compuestos y el 16% aluminio. Los materiales compuestos se utilizan para fuselaje, puertas, alas y numerosos paneles sándwich.
- El avión A-380 incorporó componentes de fuselaje fabricados en “Glare” (aluminio reforzado con fibra de vidrio).
- El X-37 es una lanzadera reutilizable diseñada para vuelos en órbita y en fases de reentrada (NASA, Boeing). Viajará a velocidades 25 veces superiores a la del sonido. El fuselaje está fabricado en carbono/bismaleimida, ya que debe soportar temperaturas superiores a 232°C.
- El Visby-Class Corvette (barco de la marina sueca), hace uso extensivo de la fibra de carbono. De hecho el casco está fabricado de sándwich con un núcleo de PVC y pieles de fibra de carbono y resina de viniléster.
- El bastidor del Mercedes SLR está fabricado en fibra de carbono/epoxi.
- El bastidor y la carrocería del Cadillac 100 están fabricados en fibra de carbono/epoxi mediante la tecnología del pre-preg.
- Las palas de aerogeneradores están experimentando importantes mejoras con la introducción de la fibra de carbono (permite llegar a 90 m de diámetro).

La Fuerza Aérea Ecuatoriana ha tenido la necesidad de afrontar esta nueva realidad al adquirir nuevas aeronaves como la avioneta DA-20 y el supertucano A-29, que son aeronaves fabricadas de aleaciones y materiales compuestos, por esta razón es necesario realizar una investigación en la fabricación y reforzamiento de este tipo de composites. Existe interés institucional por incursionar en la investigación enfocada en el área de materiales compuestos, por tal motivo la FAE en conjunto

con ESPE-INNOVATIVA ha planteado el proyecto: “Análisis del Estado Límite de Resistencia de Componentes de Aeronaves de Combate, reparados con Materiales Compuestos.”, mismo que pretende ampliar el tipo de reparaciones menores a otro tipo de reparaciones de mayor complejidad en estas aeronaves, por tal razón el Proyecto de Grado “Estudio de las propiedades mecánicas de un material compuesto híbrido desarrollado con fibras convencionales reforzadas con fibras electrohiladas”, será de utilidad como complemento del mismo, cuyos resultados contribuirán al proyecto interinstitucional de materiales compuestos.

Hasta el momento el macroproyecto se ha enfocado en el modelamiento de bordes de ataque y perfiles alares, en la caracterización del material compuesto del que se encuentran fabricadas las aeronaves antes mencionadas, cuáles han sido los daños estructurales más recurrentes y el generar parches de material compuesto que reemplacen los que estén afectados o que hayan sufrido algún daño; la idea de la institución es encontrar un material compuesto híbrido fabricado en el país que posea iguales o mejores propiedades mecánicas y sean utilizados como parches de reparación, de aquí nace la idea de esta investigación. Dentro de la Fuerza Aérea Ecuatoriana no se ha realizado una investigación previa, por ende, el mismo se enfoca en reforzar las fibras convencionales de las que están conformadas la piel de las aeronaves, sea tipo sandwich o matriz polimérica respectivamente.

### **1.3 Hipótesis**

La adhesión de nanotubos de carbono en fibras electrohiladas fabricadas a base de PAN mejoraran las propiedades mecánicas de un material compuesto híbrido desarrollado con fibras convencionales.

## **1.4 Objetivos**

### *1.4.1 Objetivo General*

Determinar las propiedades mecánicas de un material compuesto híbrido desarrollado con fibras convencionales reforzadas mediante fibras electrohiladas.

### *1.4.2 Objetivos Específicos*

- Buscar una técnica de decisión estadística a base de un diseño de experimentos (DOE).
- Establecer cuáles son los parámetros adecuados para la fabricación del material compuesto híbrido en lo relacionado a la técnica de electrospinning, mediante un DOE (Design of experiments).
- Fabricar el material compuesto híbrido con los parámetros determinados.
- Analizar los aspectos operativos que influyen en las propiedades mecánicas del material compuesto.
- Realizar ensayos mecánicos para comprobar qué porcentaje aumenta en sus propiedades mecánicas.

## **1.5 Justificación e Importancia**

Los costos en aviación tanto para materiales, repuestos, investigación y operación son sumamente elevados, por esta razón el presente trabajo de investigación tiene por objetivo mejorar las propiedades mecánicas de los materiales compuestos que son en la actualidad el material principal para la fabricación de aeronaves. La Fuerza Aérea Ecuatoriana ha desarrollado un

proyecto de investigación que busca en un futuro realizar la reparación de componentes principalmente de material compuesto en sus aeronaves.

La fabricación y el mejoramiento de las propiedades mecánicas de los materiales compuestos híbridos utilizando fibras multi-escala, es un tema relativamente nuevo. Donde se utiliza una matriz de epoxi reforzada con fibras convencionales, por ejemplo; fibras de carbono, fibras de vidrio, kevlar. A la superficie de estas fibras convencionales se les adhiere nanofibras electrohiladas fusionadas con estructuras 2D. En el trabajo desarrollado por Qi Chen (2012), indica que las nanofibras de copolímero (precursor) de PAN son electrohiladas directamente en tejidos de T300 CF (fibra de carbono) convencional; posteriormente, las nanofibras precursoras se convertirán en ECN (nanofibras de carbono electrohiladas) a través de tratamientos térmicos de estabilización en aire seguido de carbonización en argón. Finalmente, las fibras de ECN-CF preparadas se utilizarán como nuevos rellenos de refuerzo para la fabricación de compuestos híbridos de escala múltiple con resina epoxi SC-15 a través de la técnica VARTM. Las investigaciones previas a este trabajo solo se han desarrollado con CF como fibras convencionales (Chen et al., 2013).

Según de Mohannad T. y Nisrin R. Abdelal, una capa de nanofibras de nylon se hila directamente sobre la superficie de la tela de carbono que se usa posteriormente para producir los laminados.

Las fibras de nylon se caracterizaron mediante análisis SEM<sup>1</sup>, TGA<sup>2</sup> y DSC<sup>3</sup>. Los resultados mostraron una distribución homogénea del tamaño de las fibras y una excelente estabilidad térmica. El efecto de la capa de nanofibra de nylon sobre la resistencia a la fractura interlaminar de los materiales compuestos de fibra de carbono / epoxi se estudió utilizando la prueba DCB<sup>4</sup> (Aljarrah & Abdelal, 2019).

B. D. S. Deeraj et. al, 2018, indican que las nanofibras de copolímero de poli (estireno-co-butadieno) se fabricaron con éxito utilizando la técnica de electrospinning. Se encontró que la concentración óptima de polímero era 18% en peso a un potencial de voltaje aplicado de 10 KV. La morfología de las fibras preparadas se observó mediante microscopio de luz polarizada (PLS) y microscopio electrónico de transmisión (TEM). Los materiales compuestos reforzados con fibras cortas se fabricaron incorporando estas fibras electrohiladas fabricadas a diferentes porcentajes en peso en la matriz epoxi y, posteriormente, se analizaron las propiedades de estos materiales compuestos. La morfología de la superficie de epoxi fracturada se investigó mediante un microscopio electrónico de barrido para observar la propagación de grietas a través del sistema. La resistencia máxima a la tensión del compuesto las muestras mostraron una tendencia al alza con una mejora del 18% con una carga del 2,5% en peso. La tenacidad a la fractura de las muestras

---

<sup>1</sup> SEM: Microscopio electrónico de barrido es un emisor de electrones que posee una columna y diferentes lentes electromagnéticos que generan un haz de electrones para producir imágenes de alta resolución de una superficie.

<sup>2</sup> TGA: Análisis Termogravimétrico mide la masa de una muestra mientras se enfría o calienta en una atmósfera definida.

<sup>3</sup> DSC: Calorimetría diferencial de barrido es una técnica de análisis térmico para evaluar la capacidad calorífica de un material.

<sup>4</sup> DCB: Es un ensayo mecánico de fractura en modo I mediante doble viga en voladizo

analizadas mediante el ensayo de flexión de una sola muesca mostró una mejora notable con un aumento del 104% con una carga del 2,5% en peso. El mecanismo de endurecimiento se aclaró a partir de la morfología obtenida utilizando SEM (Deeraj, Saritha, & Joseph, 2019).

Según S.M.J. Razavi et. al, 2017, las nanofibras electrohiladas de poliacrilonitrilo (PAN) se incorporaron en una capa adhesiva a base de epoxi para mejorar el rendimiento mecánico de la junta adhesiva. El estudio morfológico de las nanofibras PAN reveló que las nanofibras fabricadas eran suaves, continuas y sin perlas. Se determinó que el diámetro promedio de las nanofibras era  $362 \pm 87$  nm. Se probaron las especificaciones de doble viga cantilever (DCB) y se determinaron las energías de fractura para los adhesivos reforzados y no reforzados.

S.M.J. Razavi et. al, 2018, indica el comportamiento de las fracturas de los compuestos de resina epoxi-fibras de carbono intercalados con nanofibras puras de poliacrilonitrilo (PAN) y nanofibras Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-PAN. En particular, el documento se centra en el efecto de agregar nanopartículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en nanofibras PAN, que se incorporaron en laminados unidireccionales (UD). La efectividad de agregar una película delgada hecha de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-PAN en el comportamiento de fractura del polímero reforzado con fibra de carbono (CFRP) se ha abordado comparando las tasas de liberación de energía (Razavi et al., 2018).

## **1.6 Alcance**

El proyecto tiene como objeto mejorar las propiedades mecánicas de materiales compuestos híbridos en lo referente a: límite de proporcionalidad, resistencia mecánica a la rotura y resistencia mecánica última; mediante el reforzamiento de las fibras convencionales como son: fibra de vidrio

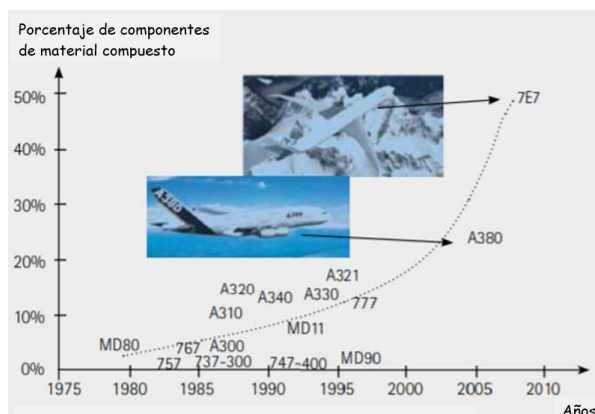
y fibra de carbono, las mismas que son esenciales en la aviación, con Poliacrilonitrilo (PAN) y nanotubos de carbono dobles, usando la técnica de electrospinning y comprobando con ensayos de tensión, verificando si su microestructura es uniforme y si se ha adherido a la fibra al fabricar el material compuesto.

Los ensayos de tensión a realizarse serán realizados según la norma ASTM D3039, el número de muestras va de la mano con lo que indica la misma, sea por dimensiones o por especímenes, mediante análisis estadístico lo que nos dará un valor estándar en las probetas sometidas; de igual manera se realizará un análisis de morfología mediante micrografía en SEM, para observar el diámetro y la densidad de cada una de las fibras obtenidas mediante la técnica de electrospinning.

## Capítulo 2

### Revisión Bibliográfica

#### 2.1 Evolución de Materiales compuestos y la Industria Aeronáutica



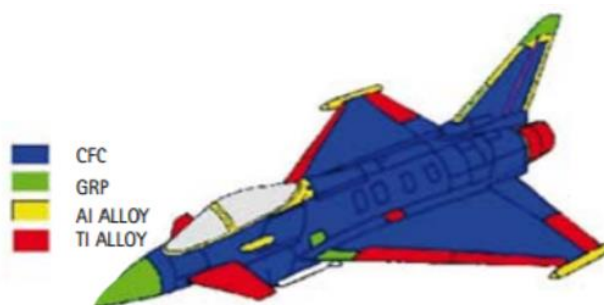
**Figura 2.1** Evolución de materiales compuestos en la industria aeronáutica

*Fuente: Plataforma aeroespacial española, 2010*

A lo largo de la historia para la industria aeronáutica se ha requerido de elementos que necesitan elevada resistencia y/o rigidez específica, la fabricación de estructuras con materiales compuestos ha permitido obtener elementos más ligeros, más resistentes a la corrosión, aerodinámicamente superiores y menos críticas frente a cargas cíclicas. Tomando en consideración los problemas que aún no se han podido resolver como reparación, inspección y mantenimiento, tolerancia al daño, conductividad térmica/eléctrica o comportamiento electromagnético; la característica más necesaria a mejorar es el peso, debido a que, con un ahorro de dicha característica se puede generar un menor consumo de combustible y con ello una disminución de costos de fabricación y mantenimiento. En la figura 2.1 se puede observar una evolución del uso de los materiales compuestos en la industria aeronáutica en los últimos años.



En la actualidad los materiales compuestos son el principal elemento de una aeronave como es el caso del avión Airbus A380 que su estructura usa materiales compuestos en un 25%, en el Boeing B787 llega a tener 50% y en el Airbus A350XWB con un 52% de toda la estructura. Los valores indicados tal vez no presenten un cambio significativo a menos de que se indiquen en términos volumétricos, en el caso del B-787 tiene aproximadamente un 80%, por este aspecto se han desarrollado de piezas de mayor responsabilidad como alas y fuselajes. En la aviación militar la fabricación de aeronave con materiales compuestos comenzó desde la década de los 70, en aviones de combate actualmente en servicio y de diseño reciente, el empleo de material compuesto oscila entre el 20% y el 40% en peso de estructura. En la figura 2.2 se puede observar los componentes fabricados con materiales compuestos en estas aeronaves. (Plataforma aeroespacial, 2010).



**Figura 2.2** Distribución de materiales extremos en un avión de combate  
Fuente: Plataforma aeroespacial española, 2010

Los primeros estudios empezaron en la década de los 90 (Srivatsan, Ibrahim, Mohamed, & Lavernia, 1991), propone técnicas de procesamiento para compuestos de matriz de aluminio y metal reforzado con partículas, buscando aumentar la resistencia, disminuir el peso y elevar la

rigidez de los materiales. Empezando a mencionar a los materiales compuestos híbridos, usando en la misma el proceso de fase líquida, infiltración de fusión, proceso de oxidación de fusión, etc. En el estudio de H. Mendoza-Nava, et. al, 2014, sobre la caracterización de materiales compuestos reforzados con fibras de carbono fabricadas por el método de infusión para aplicaciones aeronáuticas, determina que este material ha sido de gran funcionamiento para la evolución de materiales de aviación, por su aumento en resistencia y disminución en peso, así mismo la infusión de resina al material, permite reforzar la estructura en dirección del espesor, y evitar la delaminación que puede ser fatal en el mundo aeronáutico (Mendoza-Nava, Talavera-Ortega, Estrada-De los Santos, Mendoza-Facio, & Jiménez-Arévalo, 2014). En trabajos nacionales se cuenta con el estudio de Guerrero, et. al, 2013, se realiza la caracterización mecánica de materiales compuestos que han sido reforzados con fibras naturales y sintéticas, mediante estratificación manual, obteniendo propiedades mecánicas con ensayos de tensión, flexión e impacto. (Guerrero et al., 2013)

En trabajos más recientes Qi Chen, et. al, 2013, sobre la fabricación de composites híbridos con fibras electrohiladas, menciona el uso de la técnica de electrospinning para la fabricación de fibras de PAN, siendo este el primer trabajo de reforzamiento de fibras convencionales mediante fibras electrohiladas (Chen et al., 2013).

Uno de los objetivos del presente trabajo es “mejorar propiedades del material compuesto reforzado con fibras electrohildas” por esta razón se realizará fibras de PAN electrohiladas con Nanotubos de Carbono y este material añadido a fibras convencionales como es la fibra de vidrio para reforzarlo. Con este antecedente la investigación de Christophe Pirlot, et. al, 2003, indica las

diferentes formas de dispersar nanotubos en matrices poliméricas, siendo estas la mezcla directa pero esta no da resultados homogéneos, la activación ultrasónica que obtiene una dispersión satisfactoria y los surfactantes que modifican la superficie de tensión para la interacción con los nanotubos que a la final se realiza una superficie funcionalizada (Zhang, Shen, & Phang, 2004).

## **2.2 Materiales compuestos híbridos**

Son aquellos compuestos por materiales de distinta naturaleza, orgánica e inorgánica (figura 2.3), donde las propiedades que presentan son superiores a las de sus componentes por separados, de la misma manera pueden estar compuestos por un material base, conocido como matriz, donde se añaden distintos tipos de fibras, por tal motivo, la matriz proporciona estabilidad a las fibras, otorgando solidez al conjunto y las fibras aportan mayor flexibilidad. En la morfología de los materiales híbridos la fase dispersa tiene tamaños inferiores al micrómetro, y su distribución es carente de orden a grandes distancias, dando lugar a materiales con una estructura jerárquica a escala molecular. Existen 2 tipos de materiales clase 1 en el cual la fase que se dispersa es de bajo peso molecular los cuales serían nuestro caso, y clase 2 que la fase se dispersa en de manera macro molecular (López Walle, Reyes Melo, & López Cuéllar, 2011).



*Figura 2.3 Vela para embarcaciones de tejido laminado de Kevlar y fibra de carbono  
Fuente: Estudio de materiales compuestos, 2010*

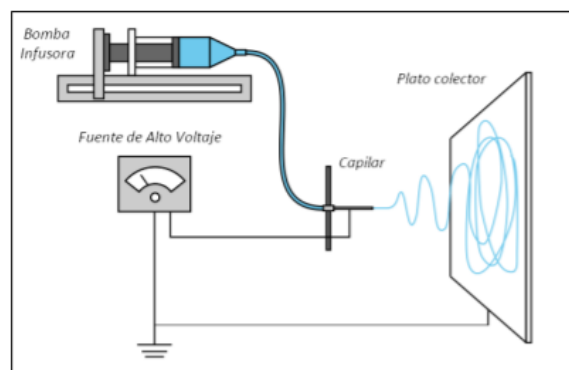
### **2.3 Técnica de Electrospinning**

Para realizar el reforzamiento de las fibras convencionales existen diferentes procesos pero el que se va a utilizar en esta investigación la técnica de electrospinning un nuevo enfoque en el cual nos permite crear fibras en escala micro y nanométrica útiles para diferentes aplicaciones, se obtiene fibras por medio de estiramiento coaxial de una solución viscoelástica, esta técnica consiste en hacer girar soluciones de polímero a través de altos campos eléctricos, la idea principal es aplicar la suficiente fuerza eléctrica para que supere la fuerza de la tensión superficial en la solución del polímero cargado, a un determinado voltaje, se expulsa un fino chorro de solución desde el capilar hacia el colector de esta manera el chorro se mueve en dirección del campo eléctrico formando un cono de Taylor<sup>5</sup>. El disolvente se evapora y los segmentos de fibras son depositados al azar en un

---

<sup>5</sup> Cono de Taylor: se refiere al cono observado en electrospinning, electrospraying y procesos de pulverización hidrodinámicas de la cual un chorro de partículas cargadas emana encima de una tensión umbral.

sustrato (Sánchez, Rodríguez, & López, 2013). En la figura 2.4 se puede observar los componentes necesarios para un proceso de electrospinning.



**Figura 2.4** Proceso de electrospinning  
Fuente: Revista Iberoamericana de Polímeros

Durante muchos años el electrospinning se ha reconocido como una técnica de fabricación ideal para crear nanofibras de polímeros, las propiedades de interés que se han reconocido son el comportamiento mecánico y biológico pero para esta investigación solo se tomará en cuenta las propiedades mecánicas, químicas y morfológicas, ya que no existe ninguna información sistemática sobre una relación de estas propiedades en las nanofibras hiladas (por ejemplo, de su resistencia máxima a la tensión) con parámetros de electrospinning como intensidad de campo eléctrico, calidad del solvente y tensión superficial, así como el peso molecular del polímero, concentración y polidispersidad (Huang, Zhang, Kotaki, & Ramakrishna, 2003).

## 2.4 Reforzamiento de fibras

La delaminación es un problema, el cual es particularmente peligroso debido a que aparece y crece debajo de la superficie (fallas que no se pueden observar ni encontrar hasta que su ruptura),

un laminado puede perder hasta el 60% de su resistencia a la compresión y rigidez residual y aún permanecer visiblemente sin cambios. Por esta razón se creó el reforzamiento disminuyendo así el problema planteado anteriormente, existen diferentes técnicas de reforzamiento pero para esta investigación se utilizará fibras electrohiladas debido a sus mejoras en su presentación mecánica y sus diversidad de aplicaciones (Palazzetti & Zucchelli, 2017).

Para el reforzamiento de fibras convencionales en esta investigación se utilizará PAN es un copolímero predominante en la fabricación de materiales compuestos, y nanotubos de carbonos (CNT) que se dispersan muy bien en el PAN dando como resultado un módulo a de fibra compuesta de PAN/CNT, en donde se puede ver una alta orientación de los nanotubos en el PAN (Francisco, 2013).

#### *2.4.1 Poliacrilonitrilo (PAN)*



*Figura 2.5 Poliacrilonitrilo en polvo*  
*Fuente: Sigma Aldrich*

Es un polímero vinílico, un derivado de la familia de los acrilatos, que resiste a los disolventes y químicos en su gran mayoría, puede quemarse lentamente y su permeabilidad en relación a los gases es baja (como se puede ver en la figura 2.5 se puede ver el PAN sintetizado en polvo); se aplica para refuerzo en aplicaciones industriales como materiales compuestos, adhesivos, filtros, etc; en la actualidad este copolímero es su utiliza para la fabricación de tejidos y productos a la intemperie como carpa y hasta piezas para vehículos. Como propiedades generales tiene: gran resistencia química, resistencia a la fatiga, alta dureza y rigidez, resistencia a la fusión, termoplástico, no alergénico, etc.

#### *2.4.2 Nanotubos de carbono*

La nanotecnología se caracteriza por ser un campo esencialmente multidisciplinario, y cohesionado, es clave saber que las propiedades físicas y químicas de la materia cambian a escala nanométrica, lo cual se debe a efectos cuánticos. La conductividad eléctrica, el calor, la resistencia, la elasticidad, la reactividad entre otras propiedades, se comportan de manera diferente que en los mismos elementos a mayor escala. Las nuevas estructuras con precisión atómica, tales como nanotubos de carbono o pequeños instrumentos para el interior del cuerpo humano pueden introducirnos en una nueva era, tal como señala (Maubert, Soto S., León, & Flores, 2009). Los nanotubos de carbono (NTC) fueron descubiertos en 1991 por Sumio Iijima, quien trabajando en un microscopio electrónico, observó la existencia de moléculas tubulares en el hollín formado a partir de las descargas de arco eléctrico, empleando grafito. Precursor de los NTC es el fullereno, estos son una forma alotrópica del carbono. Descubiertos accidentalmente por los grupos de Smalley y Kroto en 1985. El intento de producir fullerenos o estructuras poliédricas de carbono dopados con metales resultó en el descubrimiento de los nanotubos, que fueron inicialmente

denominados Buckytubes. Los nanotubos obtenidos eran cilindros cerrados en los extremos por un casquete esférico con la estructura de un fullereno. Estos nanotubos presentaban diferentes estructuras en función de la orientación de los hexágonos del grafeno respecto del eje. 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 et al., 2009). Este material es utilizado para reforzar debido a sus sorprendentes propiedades mecánicas, la estabilidad y robustez de los enlaces de carbono proporcionan la capacidad de ser una fibra muy resistente y conservar su rango elástico.

Un método comúnmente utilizado para preparar compuestos de nanotubos / polímeros ha consistido en mezclar dispersiones de nanotubos con soluciones del polímero y luego evaporar los solventes de manera controlada. Simplemente mezclando una de estas dispersiones acuosas de nanotubos con una solución acuosa del polímero y luego fundiendo las mezclas como películas y evaporando el agua. Los métodos basados en soluciones también se han utilizado para producir compuestos de nanotubos / poliestireno. Por lo tanto, se logra solubilizado tanto en nanotubos de carbono de pared simple (SWNTC) como en nanotubos de pared múltiple (MWNTC) con un copolímero de poliestireno. Se demostró que los nanotubos de carbono modificados con polímero eran solubles en solventes orgánicos comunes (Harris, 2004).



## 2.5 Norma para la obtención de propiedades mecánicas en materiales compuestos

### 2.5.1 Ensayo de esfuerzo último a la tensión

La aplicación de este ensayo da una serie de parámetros fundamentales como: tensión, esfuerzo último, módulo de Young, campo elástico; este ensayo consiste de una muestra en forma de viga que se separa de los dos extremos verificando el comportamiento de tensión-deformación (Palazzetti & Zucchelli, 2017), para la aplicación de este ensayo se tomó la norma ASTM D3039.

### 2.5.2 Acabado superficial

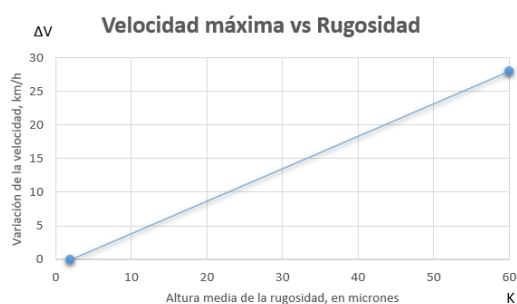
EL acabado superficial en la aviación permite generar una menor resistencia del aire manteniendo un flujo laminar y no turbulento en sus principales componentes como es: fuselaje, alas y empenaje. El criterio principal de rugosidad se indica mediante los valores de la clase de rugosidad según la norma ISO 1302, a fin de evitar el error de interpretación esta en micras y micropulgadas; en la figura 2.6 se puede observar la tabla de comparación de acabado superficial.

Valor de rugosidad $R_a$		Número de grado de rugosidad
um	uin	ISO 1302
50	2000	N12
25	1000	N11
12,5	500	N10
6,3	250	N9
3,2	125	N8
1,6	63	N7
0,8	32	N6
0,4	16	N5
0,2	8	N4
0,1	4	N3
0,05	2	N2
0,025	1	N1

**Figura 2.6** Tabla de comparación de desviación media aritmética  $R_a$  y número de grados de rugosidad

Fuente: Tabla C.1 de Norma ISO 1302:1992

Gracias al estudio de LII MAP en su publicación de 2009, presenta una relación lineal con el objetivo de estudiar el efecto causado por las rugosidades de las alas sobre la velocidad máxima del avión, que se presenta en la siguiente figura 2.7 (Sovietica, 2009).



**Figura 2.7** Velocidad máxima en función de la rugosidad de la superficie alar  
Fuente: [http://www.rkka.es/Manuales/001\\_manuales\\_vuelo/Manual\\_Yak-X/3002.htm](http://www.rkka.es/Manuales/001_manuales_vuelo/Manual_Yak-X/3002.htm)

De esta manera, el incremento de la rugosidad del ala solamente en 1  $\mu\text{m}$  reduce la velocidad máxima en 0.6 km/h como se muestra en la figura 2.7. De la misma manera en aviación se realiza un acabado superficial rectificado con el uso de partículas abrasivas para modificar los exteriores que están compuestos con masillas y rellenos como se muestra en la figura a continuación, con este acabado se obtiene de 1 a 2 micras en lo referente al valor de rugosidad (figura 2.8).



**Figura 2.8** Coatings and Composites  
Fuente: SIA abrasivos

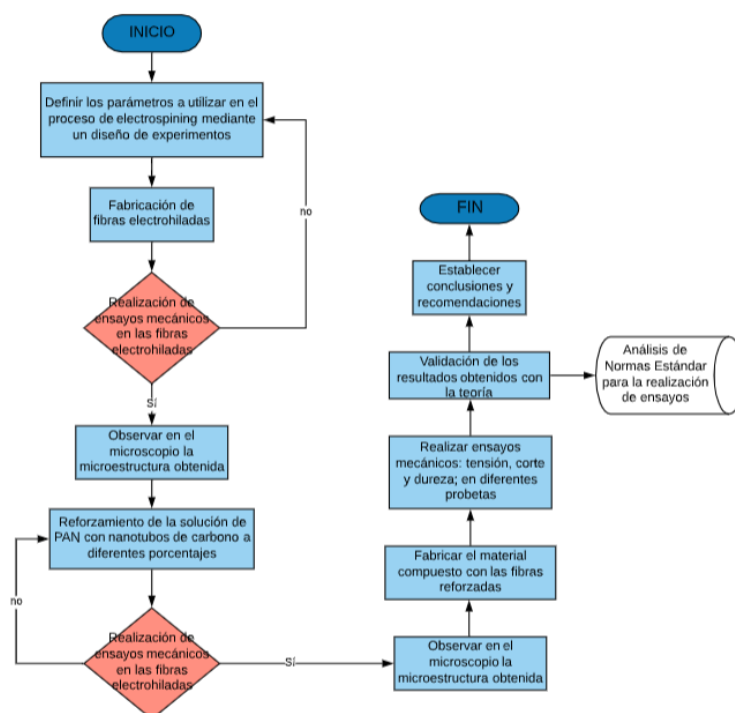
## Capítulo 3

### Elaboración y caracterización del material compuesto híbrido

#### 3.1 Metodología empleada.

La presente investigación se centra en una metodología experimental, ya que la principal idea es buscar un método adecuado de fabricación de material compuesto híbrido que esté alineado a la industria aeronáutica; y comparativa ya que mediante ensayos destructivos se busca mejorar las propiedades mecánicas con las que vienen estos materiales.

El enfoque experimental de la investigación se llevará a cabo de manera planificada, estructurada y estandarizada, en base a los resultados obtenidos y análisis estadístico, siguiendo el diagrama de flujo de la figura 3.1, en donde se indica cada una de las etapas a realizarse.



*Figura 3.1 Diagrama de flujo de las etapas a realizar en el presente trabajo de investigación*

### 3.2 Determinación de la técnica de decisión estadística adecuada.

Se entiende como DOE a la metodología que permite aplicar estadística al proceso de experimentación, ya que consiste en pruebas que inducen cambios en sus entradas y por ende se reflejan en sus salidas o productos, es efectivo en los procesos que tienen muchos factores, el mismo que es nuestro caso en particular (Tanco, Viles, & Pozueta, 2009).

Para la selección del DOE se realizó una matriz de decisión analizando los diferentes puntos que se tomaron a consideración para escoger el más útil para esta investigación.

**Tabla 3.1**

*Matriz de comparación para la selección del DOE más adecuado*

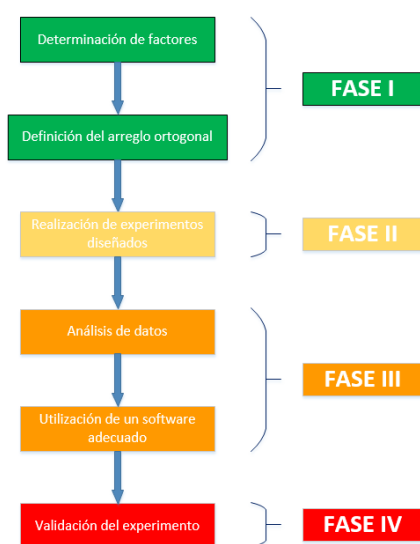
MÉTODOS DE DISEÑO DE EXPERIMENTO (DOE)				
	CLÁSICO	FACTORIAL	TAGUCHI	RSM
Interacción de factores.	2	2	4	3
Menor número de experimentos.	1	1	4	4
Entendimiento del método.	4	4	3	1
Evaluación de diferentes resultados.	2	3	4	3
TOTAL	9	10	15	11

De acuerdo a la tabla 3.1 la decisión tomada se ha basado en la mayor suma que se obtuvo dando valores a las opciones en un rango del 1 al 4 (1 representa malo y 4 representa excelente), de los cuatro métodos que se han analizado se ha escogido el método de Taguchi, debido a que se apega mucho más a nuestro tipo de investigación y para el número de parámetros que se tiene para realizar los análisis, ya que nos simplifica la cantidad de ensayos y muestras a realizarse.

### 3.3 Aplicación del Diseño Experimental (DOE).

Como se mencionó anteriormente el DOE que se utilizará en esta investigación es el método de Taguchi, el uso fundamental del Diseño de Experimentos viene fundamentado en el Quality

Engineering, que intenta evitar el diseño convencional que consta de las siguientes partes de manera general: diseño de un producto, pruebas del mismo y cambio de diseño, donde las ultimas 2 se repiten y repiten hasta lograr el producto ideal, convirtiéndose esto en un “whack a mole”<sup>6</sup> como indica Taguchi en su handbook, así que el uso objetivo y real de este método con arreglo ortogonales es poder chequear la reproducibilidad (Cano, Cordova, Narvaez, Segura, & Carrion, 2019).



**Figura 3.2** Esquema de aplicación de Taguchi

Como se ver en la figura 3.2 se conforma de fases identificadas de la siguiente manera: en la fase I, el método se dedica específicamente a la definición de factores y a escoger el arreglo ortogonal más adecuado en función de los mismos; en la fase II se realiza cada uno de los experimentos definidos en el array; en la fase III se basa en el análisis de la información y los

---

<sup>6</sup> Whack a mole: Repetir constantemente el mismo proceso

resultados obtenidos a través de un software; y finalmente en la fase IV se valida toda la experimentación realizado y de esta manera predecir un modelo ideal.

Se basa en un conjunto pequeño de matrices de diseño ortogonales, denotando niveles alto, medio o bajo, Taguchi nos brinda estas matrices reducidas, es decir, fraccionarlas, así otorga una mayor vialidad en la investigación, prácticamente es un catálogo con estos arreglos ortogonales, pero tampoco es motivo como para generar un diseño robusto, y dentro de la señal ruido (S/N) se considera al valor más elevado tomando en cuenta que se mide el esfuerzo último a la tensión para dar una respuesta y mientras más elevado es mejor (Kupczyk, Castro, Segura, Castellanos, & Lino Alves, 2017).

En este método se puede colocar los factores en columnas de acuerdo al número de interacciones que el investigador asume que deben ir o no en el proceso a desarrollarse, se considera este DOE para personas que poseen algo de experiencia en la producción o en la experimentación. A partir del uso de arreglos ortogonales en experimentos de pequeña escala en laboratorio se puede decir que son reproducibles en la manufactura e industria a gran escala, la razón de usar estos arreglos no es reducir costos, es ser más eficientes en la experimentación, y se logra los mismos resultados que usando una experimentación factorial en menos tiempo. Los arreglos ortogonales vienen diseñados en tablas, es recomendable el uso de arrays L12, L16, L18 y L36, ya que las interacciones son distribuidas en las columnas y no hay problemas de confusión, la relación señal ruido utilizada en esta experimentación es “Mayor es mejor”, q es lo que nos interesa al medir las propiedades mecánicas de las fibras electrohiladas e híbridas (Taguchi, Chowdhury, & Wu, 2007).

**Ecuación Señal Ruido Mayor es mejor (S/N)**

$$S/N = -10 \log\left[\frac{1}{n} \sum \frac{1}{y^2}\right] \quad (1)$$

Mediante el software se realiza una predicción del modelo, donde se puede observar la convexidad y la correlación positiva entre los factores analizados, y tomar una decisión para la experimentación.

### *3.3.1 Parámetros analizados*

El proceso de electrospinning tiene muchos parámetros que pueden influir con el resultado final, por esta razón se requiere tomar a consideración los parámetros más influyentes y con los cuales se trate de asegurar un proceso lo más estable posible, estos parámetros se consideraron de investigación previas.

- Distancia al colector

La distancia que existe entre el capilar y el colector es un parámetro muy importante debido a que así la fibra tiene el tiempo adecuado para que el disolvente se evapore y llegue al colector y no aparezca ningún tipo de falla como fibras planas o hecho cinta, también pueden surgir el problema de beads (formación de un tipo de perlas o abultamiento en las fibras), una distancia mínima es requerida para que dichas fallas no aparezcan; el rango de distancias que se usaran en esta investigación se las ha tomado de trabajos previos.

- Caudal

El flujo de salida o caudal adecuado genera un tiempo ideal al disolvente para que se evapore y las fibras no presenten la formación de defectos, el flujo de salida nos da la cantidad de solución utilizable para el proceso; el rango de flujo de salida o caudal se tomó de investigaciones previas.

- Concentración de poliacrilonitrilo (PAN)

El parámetro de concentración es el principal para determinar la morfología y el tamaño de las fibras, también se presenta la viscosidad con la cual dependiendo si es muy baja las fibras se rompen en gotas antes de depositarse en el colector, en cambio si está muy alta las fibras no se formaran ya que no van a poder pasar por el capilar; el rango de concentraciones se tomó de investigaciones previas.

- Voltaje

El parámetro de voltaje como se considera en muchas investigaciones es un parámetro muy importante, para esta investigación se consideró al voltaje como un parámetro dependiente de los otros parámetros, se considerara un voltaje adecuado cuando el proceso se encuentre lo más estable posible y no se genere ningún tipo de goteo, formándose un cono de Taylor estable.

En la tabla 3.2 se puede observar los diferentes rangos de los parámetros para esta investigación que fueron sacados de investigaciones previamente mencionadas como la tesis con el tema “Electrospun de fibras submicrométricas de poliacrilonitrilo (PAN) para filtración de agua”.

**Tabla 3.2**

*Tabla de parámetros escogidos*

PARÁMETROS	RANGOS			
Distancia	15cm	16,5cm	18cm	20cm
Flujo de salida	0,5ml/h	1ml/h	1,5ml/h	2ml/h
Concentración	6%	8%	10%	12%
Voltaje	Depende de la estabilidad del proceso			

### 3.3.2 Aplicación del Diseño de Experimentos.

Se puede observar en la figura 3.3 la matriz o array en este caso sirve para las diferentes mezclas y fabricación de fibras electrohiladas y a continuación someterlas a ensayos mecánicos para verificar sus propiedades y aplicarlas en fibras convencionales (fibra de vidrio).



	Distancia	Caudal	% PAN
1	15cm	0,5ml/h	6%
2	15cm	1ml/h	8%
3	15cm	1,5ml/h	10%
4	15cm	2ml/h	12%
5	16,5cm	0,5ml/h	8%
6	16,5cm	1ml/h	6%
7	16,5cm	1,5ml/h	12%
8	16,5cm	2ml/h	10%
9	18cm	0,5ml/h	10%
10	18cm	1ml/h	12%
11	18cm	1,5ml/h	6%
12	18cm	2ml/h	8%
13	20cm	0,5ml/h	12%
14	20cm	1ml/h	10%
15	20cm	1,5ml/h	8%
16	20cm	2ml/h	6%

*Figura 3.3 Número de ensayos que se realizarán según el Método de Taguchi*

### 3.4 Materiales y equipos

#### 3.4.1 Materiales

En la presente investigación se utilizaron los siguientes materiales:

- Poliacrilonitrilo (PAN), de peso molecular medio de 150000 que fue adquirido de la empresa LookChem – China
- Dimetilformamida (DMF) de pureza 99,9% de la empresa FISHER CHEMICAL
- Nanotubos de Carbono Multipared funcionalizados (MWNTC) de la Universidad YACHAY

- Fibras de vidrio otorgadas por el proyecto de investigación análisis del estado límite de resistencia de componentes de aeronaves de combate, reparados con materiales compuestos de la Fuerza Aérea Ecuatoriana:
  - 800 Roving
  - 600 Roving
  - Fibra 3M-499 (Canadiense)
  - Fibra 231953
  - Francesa P/N: S/N
- Resina Aeropoxy PR2032 – PH3660 otorgadas por el proyecto de investigación análisis del estado límite de resistencia de componentes de aeronaves de combate, reparados con materiales compuestos de la Fuerza Aérea Ecuatoriana.
- Peel Ply P/N: 1582 otorgadas por el proyecto de investigación análisis del estado límite de resistencia de componentes de aeronaves de combate, reparados con materiales compuestos de la Fuerza Aérea Ecuatoriana.
- Breather and Bleeder P/N: 579 otorgadas por el proyecto de investigación análisis del estado límite de resistencia de componentes de aeronaves de combate, reparados con materiales compuestos de la Fuerza Aérea Ecuatoriana.
- Nylon Bagging Film P/N: 1785 otorgadas por el proyecto de investigación análisis del estado límite de resistencia de componentes de aeronaves de combate, reparados con materiales compuestos de la Fuerza Aérea Ecuatoriana.

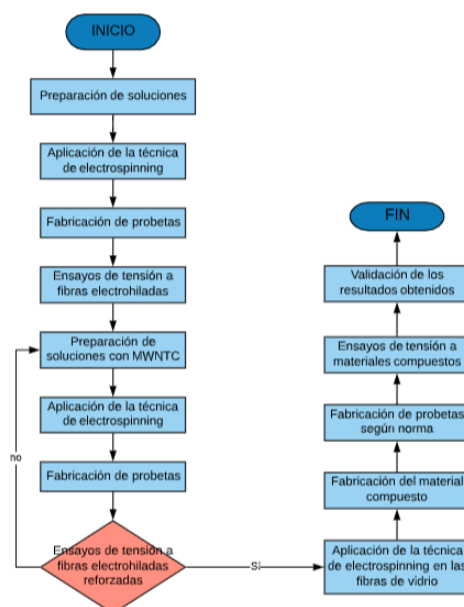
#### *3.4.2 Equipos*

En la presente investigación se utilizaron los siguientes equipos:

- Agitador Magnetico Biocron de la Universitat de Barcelona
- Balanza Uni Bloc de la Universitat de Barcelona
- Professional Electrospinning Machine Yflow de la Universitat de Barcelona
- Equipo de Electrospinning Home Made de la Universidad de las Fuerzas Armadas-ESPE
- Troquel y prensa hidráulica de la Universitat de Barcelona
- Máquina de Ensayos Universal ZWICK ROELL de la Universitat de Barcelona
- Máquina de Ensayos Universal SHIMADZU de la Universidad de las Fuerzas Armadas-ESPE
- Micrómetro MITUTOYO de la Universidad de las Fuerzas Armadas-ESPE
- Centaurus SEM de la Universitat de Barcelona
- Máquina de ultrasonido SONICS Vibra Cell de la Universitat de Barcelona
- Bomba de vacío del proyecto de investigación de la Fuerza Aérea Ecuatoriana
- Horno con pistola de calor del proyecto de investigación de la Fuerza Aérea Ecuatoriana

### **3.5 Protocolo de fabricación.**

La figura 3.4 indica el proceso de fabricación de las fibras electrohiladas en la presente investigación:



*Figura 3.4 Esquema de fabricación de las fibras electrohiladas y material compuesto*

### 3.6 Preparación de las soluciones.



*Figura 3.5 Forma de añadir el PAN en el DMF*

Como primera etapa se realizaron varias soluciones de PAN con DMF variando la concentración de PAN, en base a la revisión de previas investigaciones se determinó un rango de

6% a 12% de concentración de PAN determinando así un rango idóneo para que se creen las nanofibras y puedan ser medidas mecánicamente.

Teniendo en cuenta el rango adecuado, se procede a preparar las mezclas con el equipamiento de seguridad en una campana de extracción de gases, se debe pesar la cantidad requerida de DMF en un vaso de precipitación, se coloca el agitador magnético y se lo deja a una velocidad adecuado (400-1000rpm, dependiendo del porcentaje de PAN), lentamente se va agregando el PAN (como se puede ver en la figura 3.5) para que no se generen grumos en la mezcla hasta que tenga una tonalidad uniforme y no existan partículas sin diluirse como se puede observar en la figura 3.6. Este proceso se realizará para las diferentes concentraciones de PAN.



**Figura 3.6** Mezcla de PAN 6% (1,8gr) con DMF (28,2gr)

### 3.7 Aplicación de la técnica de electrospinning.

Completada las soluciones con los diferentes porcentajes de PAN como se ve le la figura 3.7, se procede a realizar la técnica de electrospinning utilizando los diferentes parámetros que se entregaron en el software utilizado con el método de Taguchi.



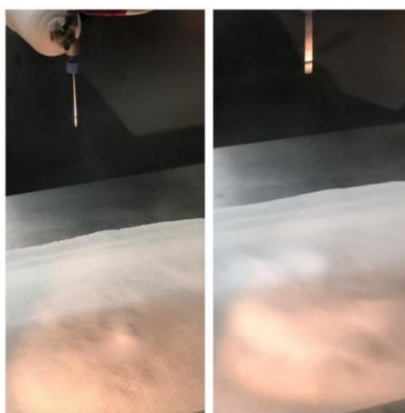
*Figura 3.7 Soluciones terminadas con los diferentes porcentajes de PAN*

Para empezar el proceso de electrospinning se debe poner papel vegetal para hornear lo cual permite que las fibras no se queden pegadas en la pared colectora y especificar los parámetros en la máquina tomando en consideración que se debe tomar el voltaje dependiente de uno de los parámetros y de esta manera ir regulando hasta el flujo de salida trate de permanecer constante y estable formándose un cono de Taylor como se puede ver en la Figura 3.8.



*Figura 3.8 Proceso con PAN al 8%, con flujo de 0,5ml/h y distancia de 16,5cm*

Para regular el proceso con el voltaje se debe tapar el colector debido a que la máquina es de forma vertical, lo cual da un problema si en las fibras cayera gotas de la solución, teniendo el proceso estable se puede retirar la protección y de se debe dejar que el proceso siga hasta que se genere fibras visibles y que se puedan medir, para ello se ha tomado un tiempo de 3 horas para cada uno de los ensayos que se van a realizar para la creación de los fibras como se ve en la figura 3.9.



**Figura 3.9** Fibras en el colector con PAN al 10%, con flujo de 2ml/h y una distancia de 16,5cm

### **3.8 Ensayos de tensión a fibras electrohiladas.**

Para realizar los ensayos de tensión se tomó en consideración muchos aspectos pero el más importante fue como manipular, debido que al extraer las fibras del papel estas tienden a contraerse ya que están cargadas estáticamente, se pensó hacer probetas de forma cilíndrica pero al medir su espesor no se podría verificar correctamente debido a espacios que se generan al enrollar las fibras, por esta razón se utilizó un troquel con la forma de una probeta normalizada y de esta manera cortar en una prensa como se indica en la figura 3.10.



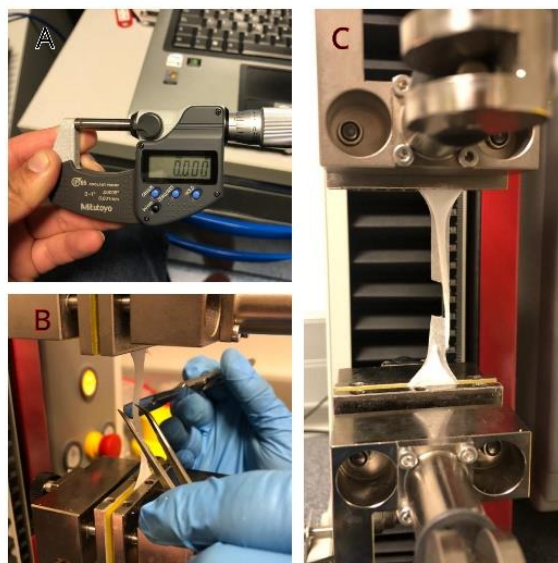
***Figura 3.10*** Fabricación de probetas para ensayo de tensión

Con las probetas ya fabricadas se realiza el ensayo de tensión por medio de una máquina de ensayo universal ZWICK ROEL (Figura 3.11) con una célula de carga de 10 N, para lo cual primero se midió los espesores de las fibras con un micrómetro de 3 decimales incluyendo el papel en el cual están puestos para después restar el espesor de dicho papel, como segundo paso es colocar cuidadosamente las probetas en las mordazas, para realizarlo se hace un corte en la mitad del papel donde están depositadas las fibras para que no influya en los resultados y finalmente se realiza el ensayo de tensión indicando las medidas de las probetas, en la Figura 3.12 se puede observar el proceso del ensayo.



***Figura 3.11*** Máquina de ensayos universales ZWICK ROEL

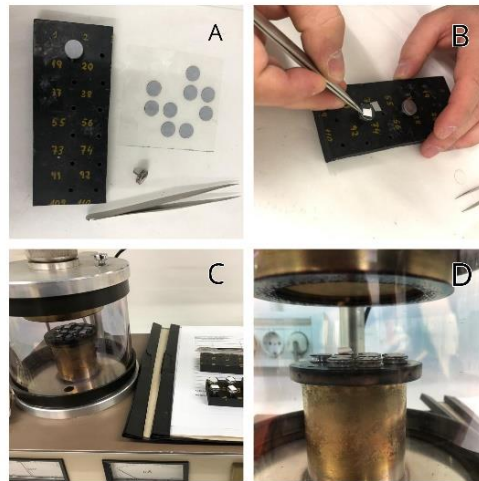




*Figura 3.12* Proceso del ensayo: A) Medición del espesor de las fibras; B) Colocación de las fibras en las mordazas y corte del papel; C) Aplicación del ensayo de tensión

### 3.9 Micrografía en SEM de fibras electrohiladas.

Para realizar la micrografía en SEM (Scanning Electron Microscope) las muestras se las debe cortar en un pequeños pedazos para que puedan ser puestos en steps, a los cuales se debía hacer un recubrimiento de una fina capa de oro ya que las muestras son polímeros que no presentan conductividad, este recubrimiento se le debe hacer al vacío para que no exista ningún tipo de partícula extraña a la muestra a revisar, en la figura 3.13 se puede observar cómo se realizaron las muestras para el microscopio.



**Figura 3.13** *Proceso para muestras en SEM: A) Elementos para hacer las muestras; B) Colocación de las fibras en los steps; C) Ubicación de las muestras en la máquina de vacío; D) Adición de una capa de oro en las muestras.*

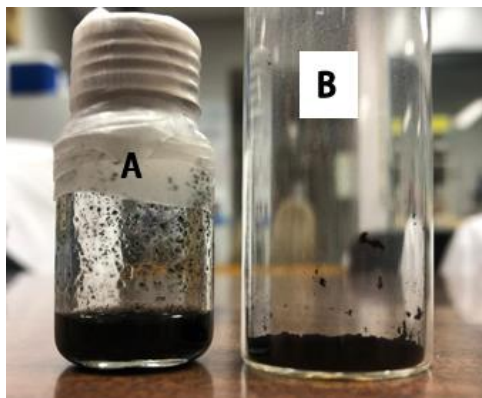
Finalmente se deben colocar las muestras en la recámara en donde se debe de hacer un vacío verificando si la puerta está correctamente cerrada, en el plato de observación se pueden colocar 6 muestras tomando en cuenta la posición para que no exista confusión al ver la micrografía de cada una como se ve en la figura 3.14.



**Figura 3.14** *Ubicación de las muestras en la recámara del SEM*

### 3.10 Adición de los nanotubos de carbono.

Para esta parte de la investigación se utilizaron Nanotubos de Carbono de pared múltiple (MWNTC), que fueron entregados en dos formas: sólidos y la otra de manera dispersada en DMF (Figura 3.15).



*Figura 3.15 A) Nanotubos de carbono dispersos en DMF; B) Nanotubos de carbono sólido*

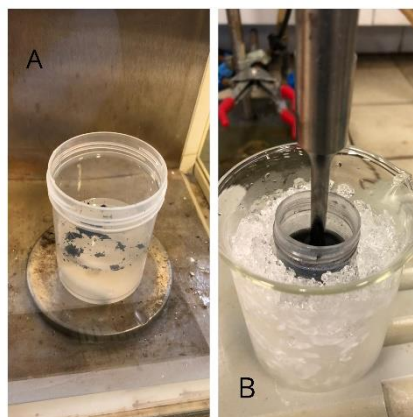
Encontrados los resultados de los ensayos de tensión y verificadas las micrografías se obtuvo, a través del método de Taguchi, la mejor solución con sus parámetros respectivos. A partir de este resultado se inició la preparación de las soluciones con diferentes concentraciones de NTC: 4%wt del sólido; 0,2%; 0,1%; 0,05% y 0,02%. Para ello se utilizó dos procedimientos diferentes para comparar resultados:

En el primer procedimiento se incorporó el DMF junto con los nanotubos a un vaso de precipitado y se agitaron con un agitador magnético hasta alcanzar una homogeneidad visual. Una vez obtenida la mezcla de nanotubos con DMF se incorporó el PAN lentamente como se mencionó anteriormente para evitar la formación de grumos como se puede ver en la figura 3.16, dejando que se mezcle totalmente la solución.



**Figura 3.16** Mezcla de la solución con el primer procedimiento

En el segundo procedimiento en un vaso precipitado se colocó DMF y en un agitador magnético se fue añadiendo lentamente PAN hasta que se haya mezclado homogéneamente y no exista ningún tipo de grumo, después se añadió CNT previamente pesado en la solución hasta que se genere una tonalidad uniforme en todo el recipiente, finalmente se aplicó ultrasonido en la solución con un baño de hielo para que no afecte el calor generado en la mezcla (Figura 3.17).



**Figura 3.17** A) Adición de CNT en la solución; B) Ultrasonido con baño de hielo

### 3.11 Aplicación de electrospinning con PAN y nanotubos de carbono.

Para esta aplicación con nanotubos de carbono se debe realizar el mismo procedimiento detallado anteriormente en el subcapítulo 3.6, tomando en cuenta que la solución obtenida es más viscosa que las anteriores y su tonalidad es oscura (Figura 3.18); por esta razón se debe tener cuidado al pasar la solución por la aguja, debido a que se puede tapar.



**Figura 3.18** Proceso de PAN al 12% con MWNT al 0,1%

El proceso debe estar constantemente vigilado, ya que al estabilizarlo puede variar en función del tiempo, los mismos que generan gotas que pueden caer en la fibra y así afectar sus propiedades mecánicas. Finalmente se puede observar que se genera una fibra semejante a las anteriores, con el único cambio de que al ponerla a contra luz se puede observar una tonalidad oscura, debido a los nanotubos incluidos en la solución que se colocan dentro de las fibras de PAN como muestra la figura 3.19.



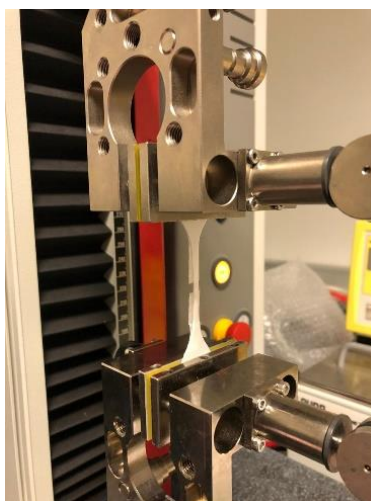
**Figura 3.19** Proceso con PAN al 12%; MWCNT al 0,2%; con flujo de 1ml/h y distancia de 18cm

### 3.12 Ensayos de tensión de las fibras electrohiladas con nanotubos de carbono.

El proceso para la fabricación de probetas y realización de ensayos de tensión es el mismo como se indica en el subcapítulo 3.8, en el cual se utilizó una prensa y un troquel para hacer las probetas que puedan sujetarse en la máquina de ensayos universal (Figura 3.20). La máquina utilizada fue una ZWICK ROEL con una celda de carga de 10N (Figura 3.21).



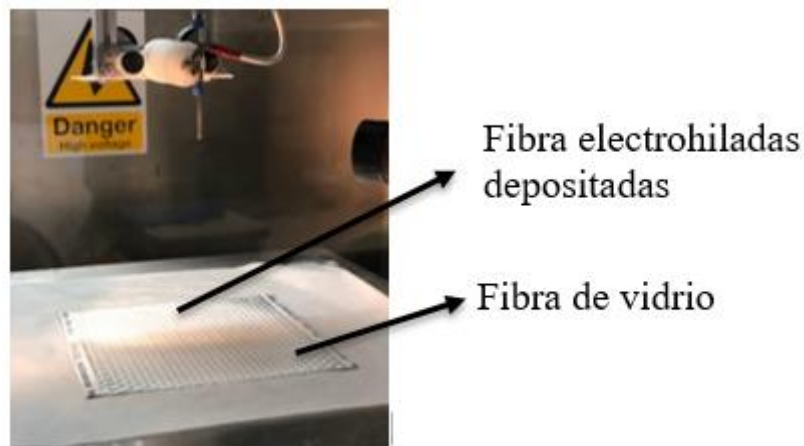
*Figura 3.20* Fabricación de probetas



*Figura 3.21* Aplicación de ensayos de tensión

### 3.13 Implementación de fibras electrohiladas a fibras convencionales.

Con los resultados obtenidos anteriormente de la aplicación de CNT en la solución de PAN, se procede a la adición de las fibras electrohiladas a las fibras de vidrio, utilizando el proceso de electrospinning se colocó el papel de horno en el colector y posterior se ubicó la fibra de vidrio en el centro del papel para que la fibras electrohiladas se depositen sobre dicha fibra como se presenta en la figura 3.22.



*Figura 3.22* Proceso de electrospinning sobre la fibra de vidrio

### 3.14 Elaboración del material compuesto final.

En la fabricación del material compuesto se consideró realizar una solo capa como matriz polimérica y comparar entre el material final con reforzamiento y sin reforzamiento. Para la fabricación de dicho material se debe preparar la zona de trabajo eliminando todas las impurezas que se encuentren en la superficie en donde se va a colocar el material, como siguiente punto se debe colocar primero plástico para que la resina no se pegue a la zona de trabajo y se coloca la cinta de enmascarar como indica la figura 3.23.



**Figura 3.23** Ubicación del plástico en la zona de trabajo

Con el plástico ubicado en la zona de trabajo se corta el Peel Ply que se coloca en la parte superior de la resina, el cual sirve para quitar los excesos de resina y se forme un material homogéneo con un mejor acabado; y se corta el Breather que se coloca en la parte superior del Peel Ply, ya que sirve para realizar un vacío uniforme en todo el material como muestra la figura 3.24.



**Figura 3.24** Corte del Peel Ply y el Breather



Con todos los elementos ya listos se procede a realizar el cálculo de la cantidad de resina que se va a utilizar, para lo cual se debe conocer el peso total de la fibra de vidrio que se va a utilizar (Figura 3.25) y se hace la relación 60-40, en donde el 40% representa la fibra de vidrio y el 60% representa la cantidad de resina recomendada por el fabricante, para que no exista desperdicio; conociendo la misma se procede a mezclar con el catalizador por cada 10 gr de resina se debe añadir 2 gotas de MEC.

### Ley de Mezclas

$$\text{Peso}_{\text{Fibra}} = 88\text{gr}$$

$$88\text{gr} \rightarrow 40\%$$

$$X \rightarrow 60\%$$

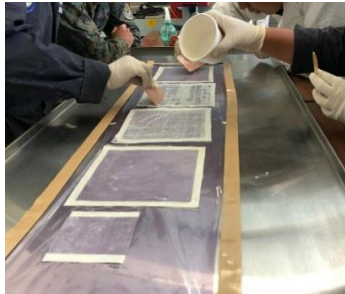
$$X = \frac{88\text{gr} * 60\%}{40\%} = 132\text{gr}$$



**Figura 3.25** Determinación de peso de la fibra de vidrio y la resina

Con la resina mezclada uniformemente con el catalizador se procede a esparcirla en toda la fibra de vidrio con ayuda de una espátula para que ingrese en la fibra en su totalidad, se puede confirmar que la resina ha ingresado en su totalidad al visualizar que la fibra tiene una tonalidad

oscura como si estuviera mojada (figura 3.26). En el caso de la fibra reforzada se tomó en consideración colocar la parte del reforzamiento en la superficie en contacto con el plástico.



*Figura 3.26 Adición y dispersión de la resina por la fibra de vidrio*

Una vez esparcida completamente la resina se coloca el Peel Ply y sobre este el Breather, después se colocó plástico en la parte superior hasta la cinta de enmascarar para realizar el vacío, en este punto se debe comprobar que no tenga pérdidas como se observa en la figura 3.27 y finalmente se realiza el curado en horno a una temperatura de 80° C con un tiempo de 1 hora.



*Figura 3.27 Verificación de fugas al realizar el vacío*

Finalizado el tiempo de curado se procede a extraer el material compuesto con la ayuda de un escape, se recomienda retirar este material con precaución para evitar el desprendimiento del mismo (figura 3.28).



*Figura 3.28 Extracción del material compuesto*

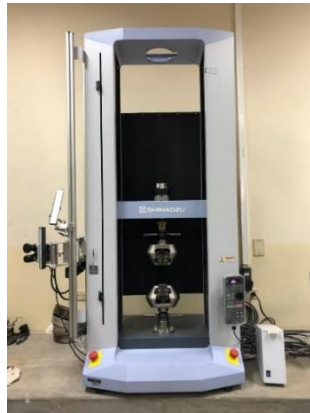
### **3.15 Aplicación de ensayo mecánico según norma.**

La elaboración de las probetas se realiza según las normas ASTM D3039 para tensión y ASTM D7264 para flexión en las cuales indica las medidas necesarias para cada probeta. En la figura 3.29 se puede observar el proceso de elaboración de probetas en donde primero se mide, se corta los excesos y con una sierra se corta cada una de las probetas, finalmente se coloca para un mejor agarre tabs que son hechos de resina epoxy de secado rápido.

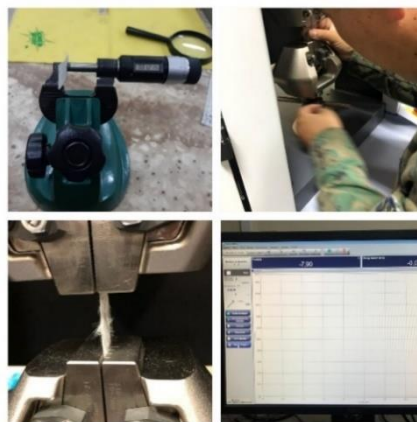


*Figura 3.29 Proceso de elaboración de probetas*

Para realizar los ensayos de tensión del material compuesto híbrido se utilizó una máquina de ensayos universal SHIMADZU con una celda de carga de 5 toneladas (figura 3.30), en este punto se debe continuar con el procedimiento indicado en los anteriores capítulos; primero se midió los espesores de las fibras, como segundo paso es colocar las probetas en las mordazas tomando en consideración la sección de trabajo, y finalmente se realiza el ensayo de tensión indicando en el software que controla el equipo todas las especificaciones de la probeta, en la figura 3.31 se puede observar el proceso del ensayo.



*Figura 3.30 Máquina de ensayos universal SHIMADZU con una celda de carga de 5 toneladas*



*Figura 3.31 Proceso ensayo de tensión en material compuesto híbrido*

### 3.16 Medición de rugosidad en los materiales compuestos híbridos.

Para tomar las mediciones de rugosidad se utilizó un rugosímetro SURFTEST MITUTOYO, como primer paso se debe sujetar la fibra a medir en una superficie recta con algún tipo de fijación en este caso fue cinta adhesiva, como segundo paso se debe armar y calibrar la máquina y poner la fibra sujeta en el palpador, verificando que el patín de avance este paralelo a la fibra; y finalmente se aplica la medición poniendo una velocidad de 2mm/min y se verifica la medida en la pantalla, la proceso se lo puedo observar en la figura 3.32.



*Figura 3.32 Procedimiento de medición en el rugosímetro*

## Capítulo 4

### Análisis de resultados.

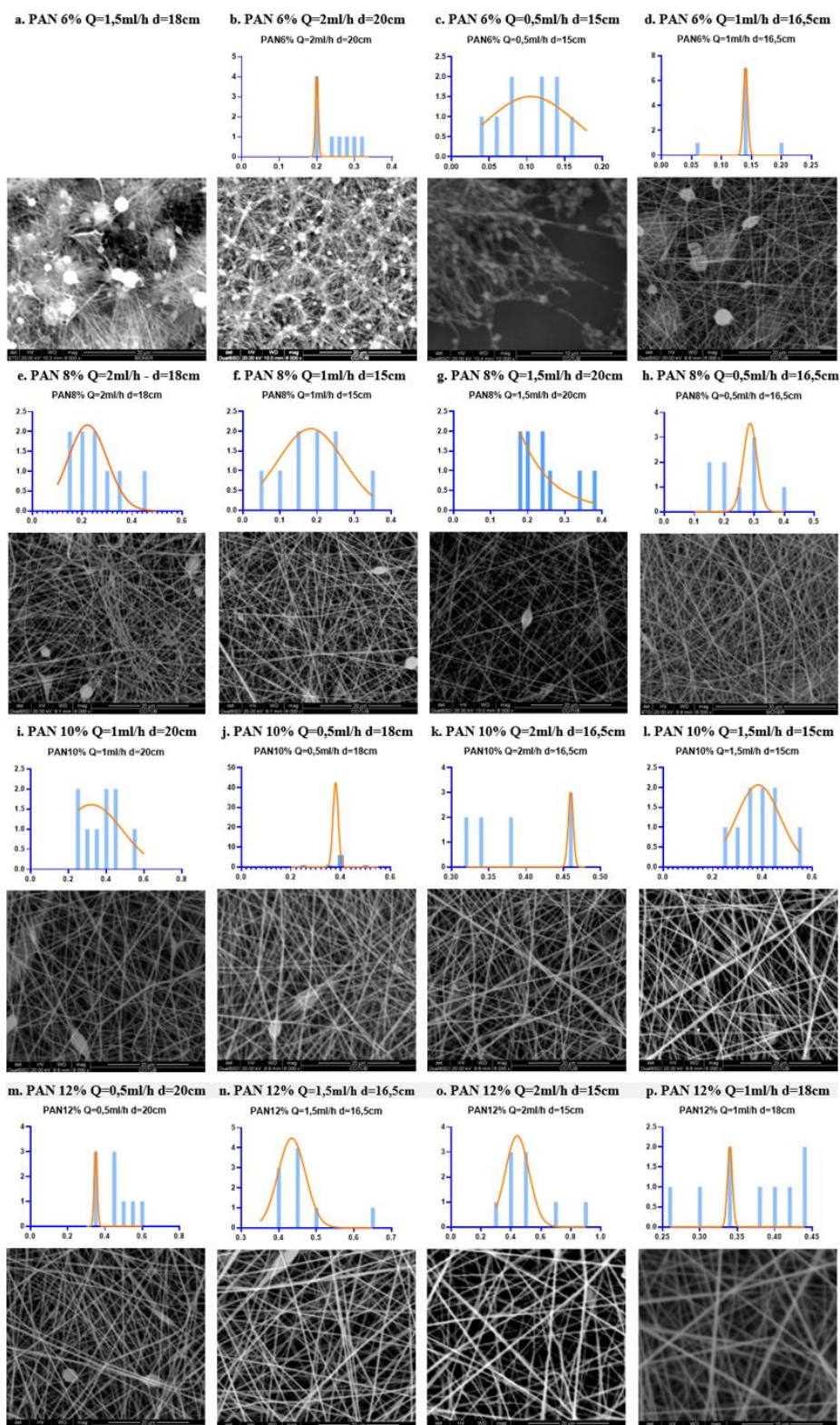
#### 4.1 Resultados de fibras electrohiladas a diferentes porcentajes

##### 4.1.1 Análisis de estructura con micrografía SEM

Una vez realizada la micrografía en el microscopio de barrido electrónico y un análisis del diámetro de las fibras depositadas y su dispersión, se presenta una tabla resumen para una mejor comprensión, adicional toda la micrografía se encuentra en el anexo A.

**Tabla 4.1**  
*Características y parámetros de las diferentes fibras*

Concentración	Caudal	Distancia	Voltaje	Diametro fibra	Desviacion estándar
	ml/h	cm	KV	um	um
<b>a. PAN 6%</b>	1,5	18	20,1	0	0
<b>b. PAN 6%</b>	2	20	19,7	0,236	0,046
<b>c. PAN 6%</b>	0,5	15	12,4	0,117	0,041
<b>d. PAN 6%</b>	1	16,5	18,7	0,13	0,033
<b>e. PAN 8%</b>	2	18	20,7	0,236	0,109
<b>f. PAN 8%</b>	1	15	12,4	0,205	0,087
<b>g. PAN 8%</b>	1,5	20	17,2	0,233	0,071
<b>h. PAN 8%</b>	0,5	16,5	11,5	0,267	0,093
<b>i. PAN 10%</b>	1	20	15	0,411	0,105
<b>j. PAN 10%</b>	0,5	18	11,1	0,382	0,072
<b>k. PAN 10%</b>	2	16,5	20,2	0,388	0,062
<b>l. PAN 10%</b>	1,5	15	16,2	0,381	0,090
<b>m. PAN 12%</b>	0,5	20	11,4	0,461	0,085
<b>n. PAN 12%</b>	1,5	16,5	15	0,453	0,078
<b>o. PAN 12%</b>	2	15	15,5	0,462	0,170
<b>p. PAN 12%</b>	1	18	15,3	0,371	0,061



**Figura 4.1** Matriz de comparación de micrografía de fibras de PAN con los siguientes resultados

Observando la matriz de resumen de micrografías obtenidas de la figura 4.1 se puede verificar que las mejores fibras se generan cuando existe mayor porcentaje de PAN (10 y 12%), de igual manera los diámetros de las fibras son afectados por dicho parámetro con un rango que va entre ( $\phi=0,371\mu\text{m}$  -  $\phi=0,462\mu\text{m}$ ); ante este análisis la mejor fibra se forma cuando se usan los siguientes parámetros: PAN al 12%;  $Q=1\text{ml/h}$ ;  $d=18\text{cm}$ ;  $V=15,3\text{KV}$  (figura 4.1 p.) y se obtienen fibras de  $\phi=0,371\mu\text{m}$  con una desviación estándar  $\delta=0,061\mu\text{m}$  y al contrario cuando se usan los parámetros: PAN 6%;  $Q=1,5\text{ml/h}$ ;  $d=18\text{cm}$ ;  $V=20,1\text{KV}$  (figura 4.1 a.) las cuales no se puede medir las fibras.

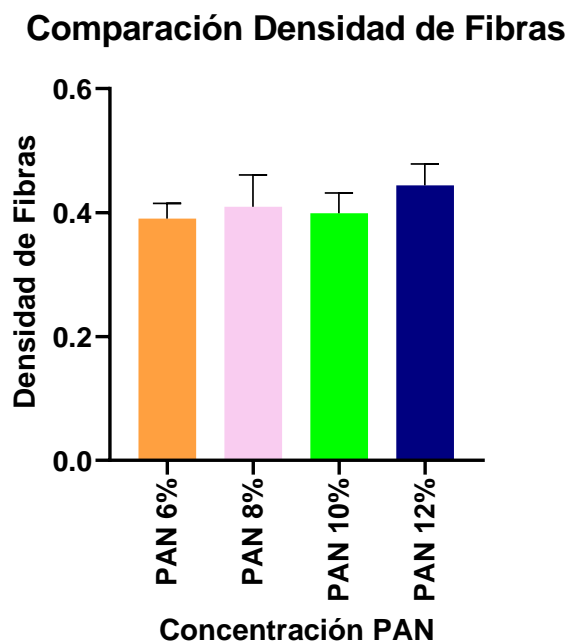
### Densidad de fibras por imágenes

**Tabla 4.2**

*Tabla Resumen de densidad de fibras*

	Parámetros	Parte Fibras	Parte Vacía	Total	Densidad de fibras
PAN6%	Q=2ml/h; d=20cm	394890	570742	965632	0,409
	Q=0,5ml/h; d=15cm	389541	576091	965632	0,403
	Q=1ml/h; d=15cm	385479	580153	965632	0,399
	Q=1,5ml/h; d=16,5cm	336446	629186	965632	0,348
	Q=1,5ml/h; d=18cm	379385	586247	965632	0,393
PAN8%	Q=0,5ml/h; d=16,5cm	478268	487364	965632	0,372
	Q=1ml/h; d=15cm	420418	545214	965632	0,435
	Q=1,5ml/h; d=20cm	348459	617173	965632	0,361
	Q=2ml/h; d=18cm	452555	513077	965632	0,469
PAN10%	Q=0,5ml/h; d=18cm	380081	585551	965632	0,394
	Q=1ml/h; d=20cm	410745	554887	965632	0,356
	Q=1,5ml/h; d=15cm	398016	567616	965632	0,412
	Q=2ml/h; d=16,5cm	418244	547388	965632	0,433
PAN12%	Q=0,5ml/h; d=20cm	417191	548441	965632	0,432
	Q=1,5ml/h; d=16,5cm	409040	556592	965632	0,424
	Q=2ml/h; d=15cm	343826	621806	965632	0,425
	Q=1ml/h; d=18cm	359039	606593	965632	0,495





*Figura 4.2 Comparación de densidad de fibras*

El estudio de densidad (resumen tabla 4.2) es un análisis que permite observar la cantidad de fibras depositadas en un plano y así saber la totalidad de espacios que quedan vacíos y ocupados a la vez, en la figura 4.2 se puede observar un valor de 49,5% de superficie en las fibras con concentración al 12%; realizando un análisis conjunto con la micrografía de la figura 4.1 se puede corroborar que mientras aumenta la concentración (10 y 12% PAN ) las fibras tienen mejor formación, en cambio que las de menor concentración de PAN (6 y 8%) se puede observar un gran número de bits, disminuyendo el número de fibras.

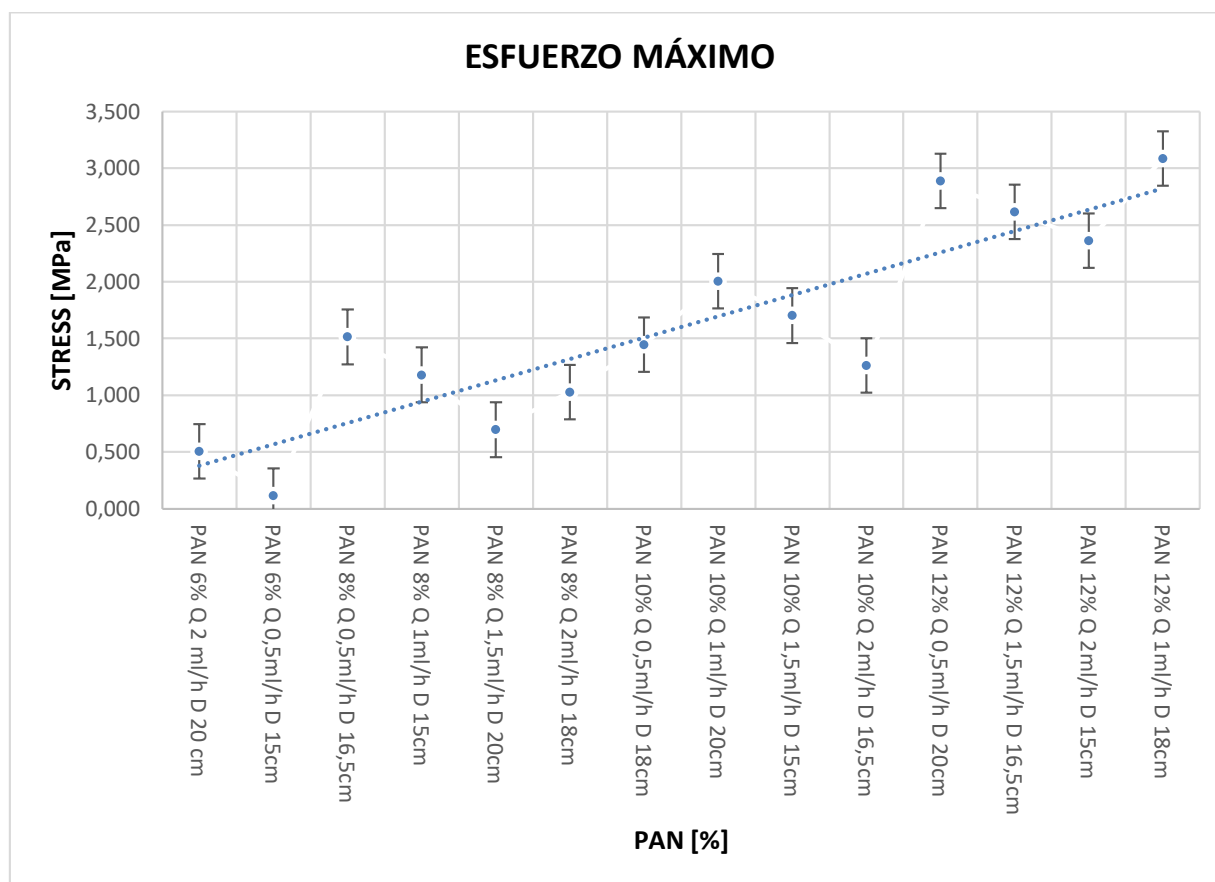
#### 4.1.2 Resultados ensayos de tensión

En la tabla 4.3 se presenta un resumen de los valores resultantes obtenidos en los diferentes ensayos de tensión que se hicieron para comparar las fibras de PAN a diferentes concentraciones, la tabla presenta un promedio del resultado final de cada una de las probetas que se hicieron en cada fibra para sacar el esfuerzo máximo a la tensión y porcentaje de deformación.

**Tabla 4.3**

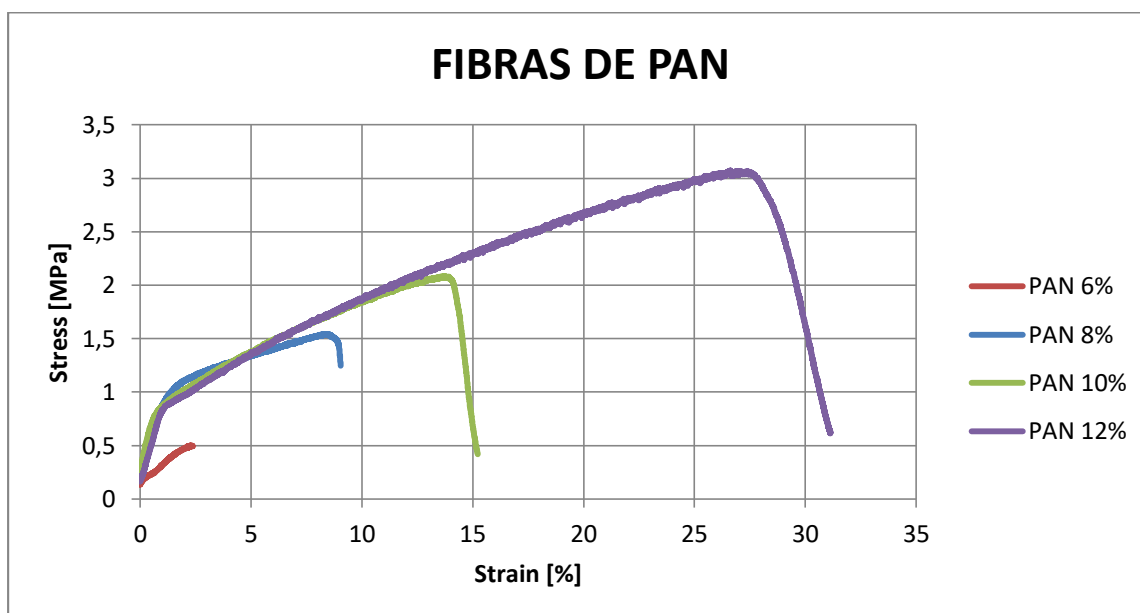
*Resumen de resultados finales de ensayos de tensión de fibras de PAN*

<b>RESUMEN ENSAYO DE TENSIÓN</b>				
<b>TIPO</b>	$\sigma_M$	$\delta\sigma$	<b>Prom. % break</b>	$\delta\%$
	<b>MPa</b>	<b>MPa</b>	<b>%</b>	<b>%</b>
<b>PAN 6% Q 2ml/h d 20cm</b>	0,506	0,010	2,154	0,294
<b>PAN 6% Q 0,5ml/h d 15cm</b>	0,115	0,001	2,275	0,465
<b>PAN 8% Q 0,5ml/h d 16,5cm</b>	1,514	0,052	8,416	0,426
<b>PAN 8% Q 1ml/h d 15cm</b>	1,180	0,020	8,503	0,937
<b>PAN 8% Q 1,5ml/h d 20cm</b>	0,696	0,007	5,898	1,691
<b>PAN 8% Q 2ml/h d 18cm</b>	1,027	0,051	5,490	1,831
<b>PAN 10% Q 0,5ml/h d 18cm</b>	1,445	0,013	28,076	2,582
<b>PAN 10% Q 1ml/h d 20cm</b>	2,005	0,168	28,076	2,582
<b>PAN 10% Q 1,5ml/h d 15cm</b>	1,703	0,049	23,625	2,737
<b>PAN 10% Q 2ml/h d 16,5cm</b>	1,261	0,199	16,633	4,371
<b>PAN 12% Q 0,5ml/h d 20cm</b>	2,888	0,092	31,379	2,360
<b>PAN 12% Q 1,5ml/h d 16,5cm</b>	2,615	0,113	30,315	1,406
<b>PAN 12% Q 2ml/h d 15cm</b>	2,362	0,020	31,858	2,019
<b>PAN 12% Q 1ml/h d 18cm</b>	3,087	0,028	27,677	3,328



**Figura 4.3** Gráficas de los ensayos de tensión de las fibras de PAN a diferentes concentraciones

En la figura 4.3 se representa el promedio del esfuerzo máximo a la tensión y la desviación estándar de cada una de las fibras realizadas con diferentes parámetros, en la cual se representa como han ido mejorando, llegando a la conclusión que la fibra fabricada con PAN al 12% con un caudal de 1ml/h y a una distancia del colector de 18cm, alcanza un valor promedio de 3,087MPa, debido a que las fibras con una concentración más elevada presentan una mejor dispersión y un diámetro promedio mayor que ha sido analizado en la micrografía.

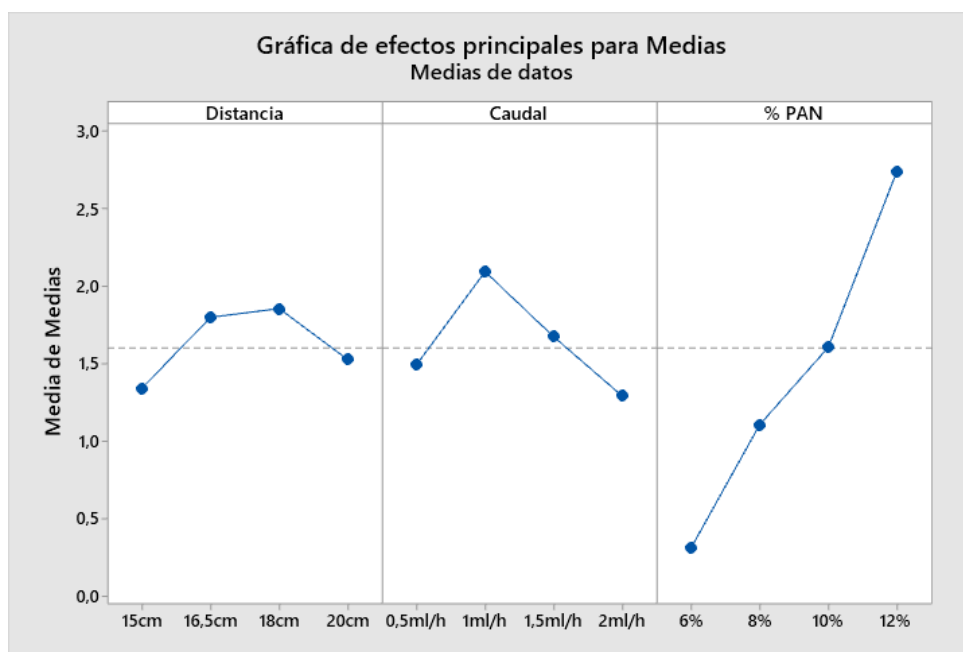


**Figura 4.4** Gráfica Esfuerzo vs. Deformación de fibras a diferentes concentraciones

La figura 4.4 es una comparación del promedio de las curvas esfuerzo vs. Deformación de las fibras a diferentes porcentajes de PAN, observando que la curva de la concentración al 12% presenta mejores propiedades tanto en el esfuerzo máximo a la tensión y en el porcentaje de deformación, corroborando así, lo que se presenta en la figura 4.3 en búsqueda de los mejores parámetros para la elaboración de fibras de PAN.

#### 4.1.3 Selección de fibra de PAN con método de Taguchi

A continuación, se muestra el análisis del método Taguchi ingresado los valores del esfuerzo máximo a la tensión:

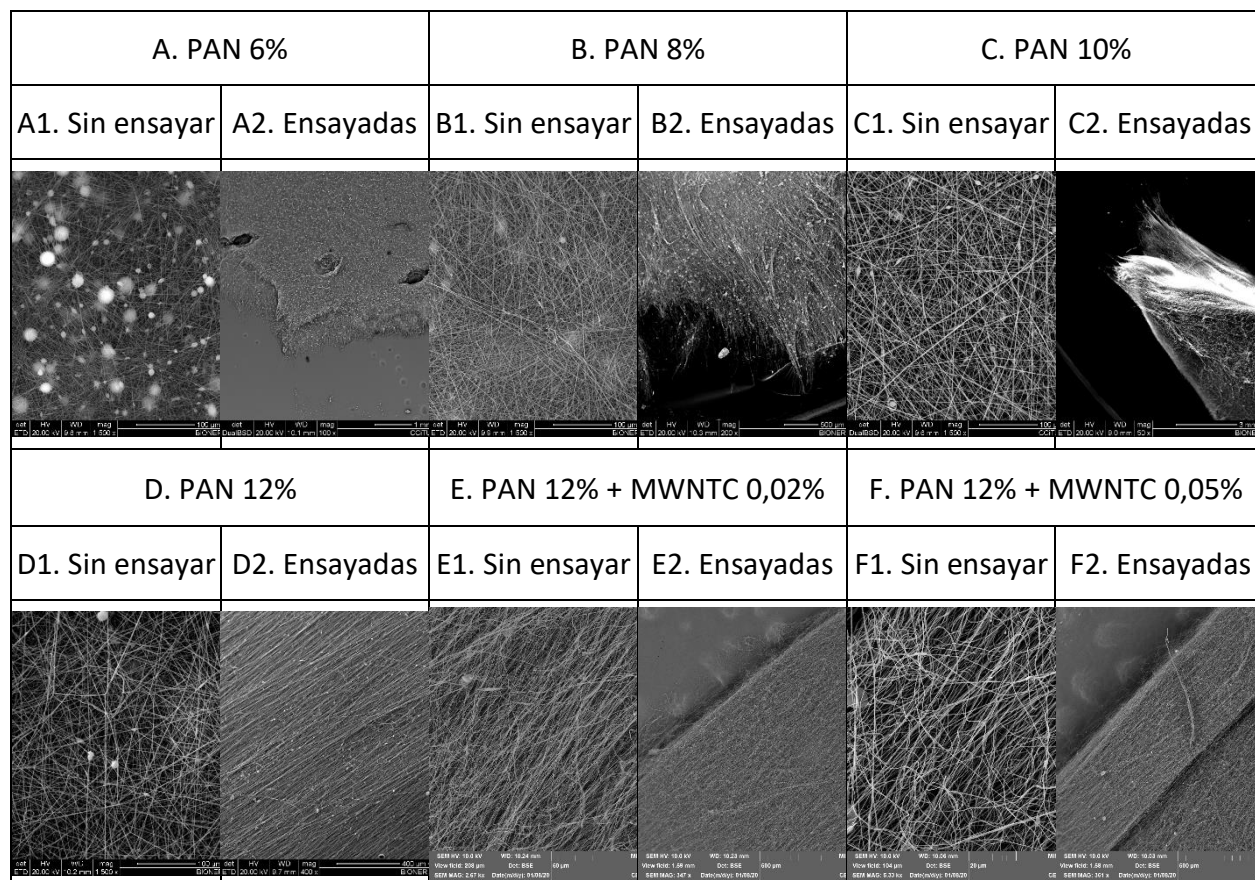


**Figura 4.5** Gráfica de categorización de los parámetros que se utilizaron

Analizando estos resultados con el método de Taguchi, al usar una señal de ruido “mayor es mejor”, basados en el esfuerzo máximo nos arroja los resultados presentados en la figura 4.5, indicando el nivel de importancia según la verticalidad que presentan, dando como resultado que el parámetro más importante es la concentración de PAN, seguido del caudal y en tercer lugar la distancia al colector; siendo estos PAN 12%,  $Q=1\text{ml/h}$  y  $d=18\text{cm}$  los valores óptimos, coincidiendo en lo indicado en el array L16 en el lugar L10.

## 4.2 Análisis de fibras de PAN con MWNTC

### 4.2.1 Comparación de la rotura de fibras de PAN con y sin MWNTC



**Figura 4.6** Comparación de la micrografía de las fibras en las secciones de rotura de las fibras de PAN

De acuerdo a la figura 4.6 donde se puede observar la micrografía de las fibras ensayadas y sin ensayar, la forma en que al realizar ensayos de tensión se alinean sus fibras, la rotura y el porcentaje de deformación, obteniendo que cuando la concentración de PAN se encuentra al 6% y 8% tiene una rotura frágil y sus fibras no llegan a alinearse ya que la deformación no supera el 2% y 8% respectivamente; al contrario que con las fibras de mayor concentración de PAN al 10% y 12% las fibras presentan una mejor alineación y alcanzan deformaciones superiores al 20%, cabe

recaltar que las fibras reforzadas con MWNTC al momento de realizar el ensayo no sufrieron una rotura visible y quedaron completamente alineadas las fibras, alcanzando una deformación de casi 40%.

#### 4.2.2 Resultados ensayos de tensión

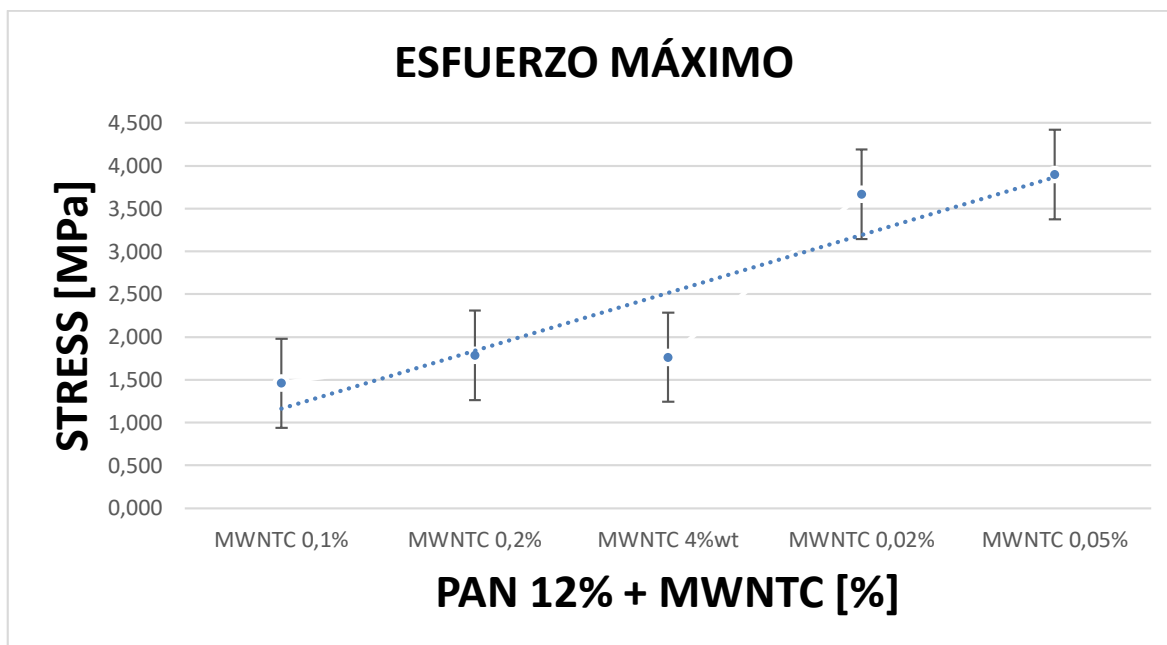
**Tabla 4.4**

*Resumen de resultados finales de ensayos de tensión de fibras de PAN reforzadas con MWNTC*

<b>RESUMEN ENSAYO DE TENSIÓN NANOTUBOS</b>				
<b>TIPO</b>	$\sigma_M$	$\delta\sigma$	<b>Prom % break</b>	$\delta\%$
	<b>MPa</b>	<b>MPa</b>	<b>%</b>	<b>%</b>
<b>MWNTC 4%wt</b>	1,763	0,080	11,820	2,047
<b>MWNTC 0,1%</b>	1,460	0,199	12,825	1,143
<b>MWNTC 0,2%</b>	1,786	0,276	18,421	3,994
<b>MWNTC 0%</b>	3,087	0,028	27,677	3,328
<b>MWNTC 0,02%</b>	3,666	0,149	31,569	1,623
<b>MWNTC 0,05%</b>	3,896	0,309	37,467	2,903

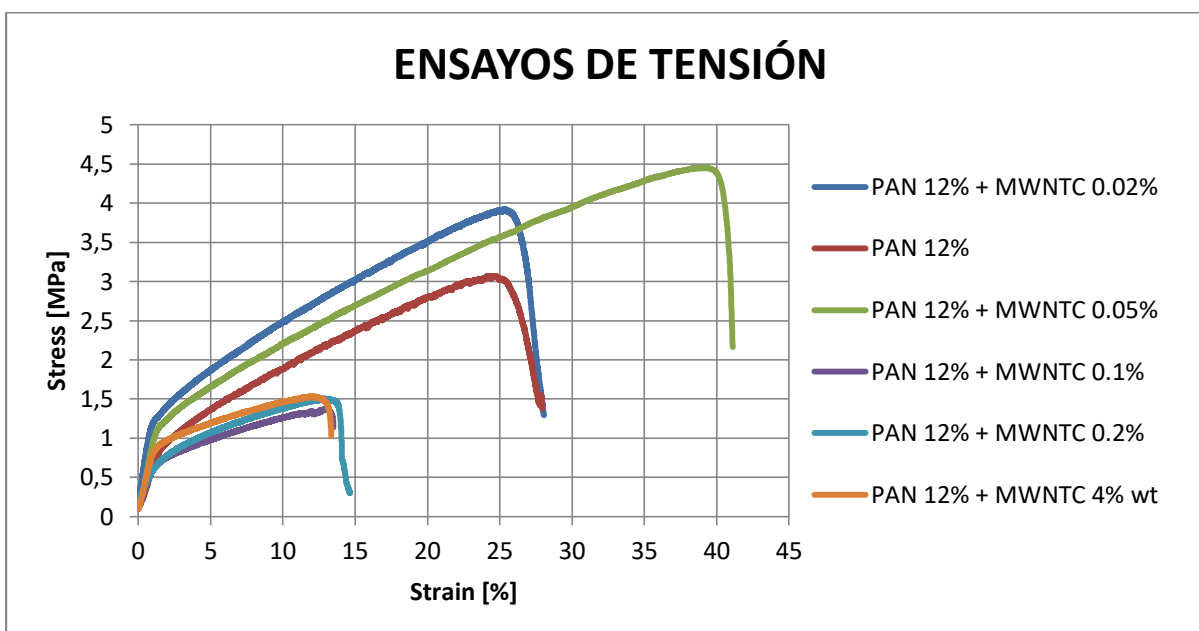
La tabla 4.4 muestra un resumen de los valores resultantes obtenidos en los diferentes ensayos de tensión que se hicieron en fibras de PAN reforzadas con a diferentes porcentajes de MWNTC, con su respectiva desviación y el promedio de deformación que tienen las probetas, a su vez la figura 4.7 muestra el promedio del esfuerzo máximo a la tensión y la desviación estándar de cada una de las fibras reforzadas, observando la tendencia es disminuir el valor del esfuerzo máximo cuando más se incrementa la concentración de nanotubos, y solo mejora en las concentraciones más bajas de 0,02 y 0,05%; de igual manera en la figura 4.8 se compara las curvas esfuerzo vs deformación, demostrando que la mejor concentración de MWNTC es al 0,05% obteniendo un esfuerzo máximo a la tensión de 3,895MPa y su porcentaje de deformación alcanza

el 37,46%; esto se da por el campo eléctrico que se genera en la técnica de electrospinning ya que provoca que los nanotubos queden alineados en las fibras (Benedico Lozano, 2015).



*Figura 4.7 Gráficas de los ensayos de tensión de las fibras de PAN reforzadas con MWNTC en diferentes concentraciones*





*Figura 4.8 Gráfica Esfuerzo vs. Deformación de fibras de PAN reforzadas con MWNTC en diferentes concentraciones*

### 4.3 Resultados del material compuesto híbrido final.

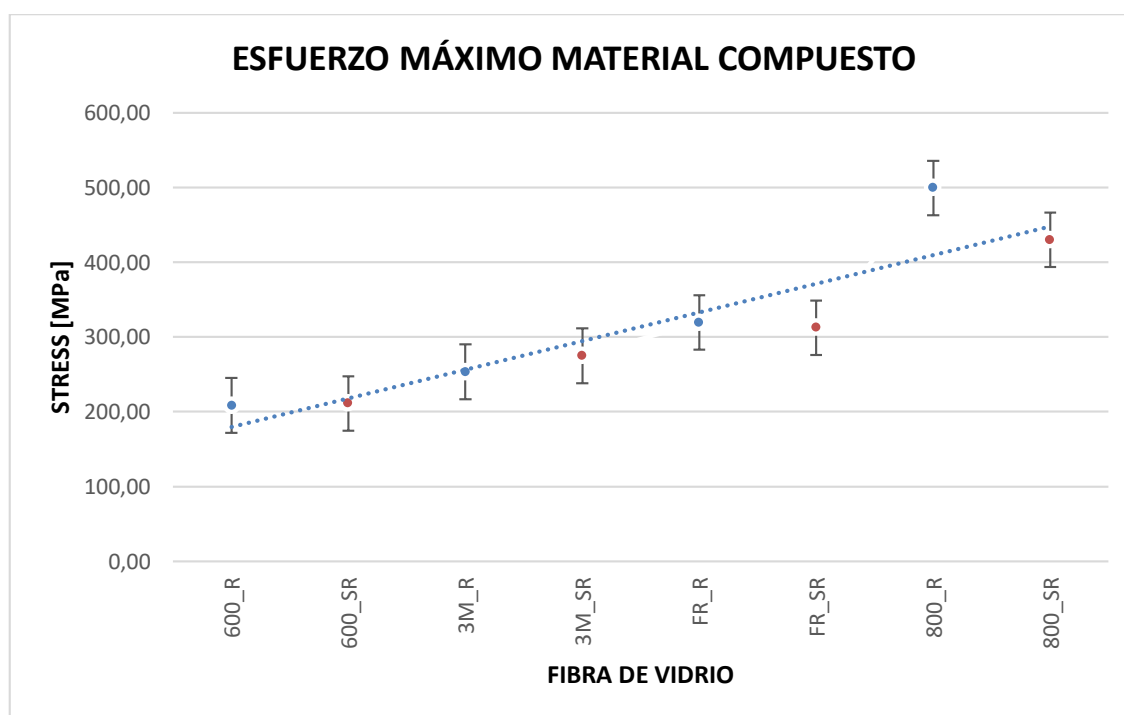
#### 4.3.1 Resultados ensayos de tensión

A continuación, se presentan los resultados obtenidos en los ensayos de tensión realizados con el material compuesto híbrido en diferentes tipos de fibras de vidrio y las que se ha denominado como: *\_R* para las que están reforzadas con PAN y MWNTC, y *\_SR* para las de composición normal.

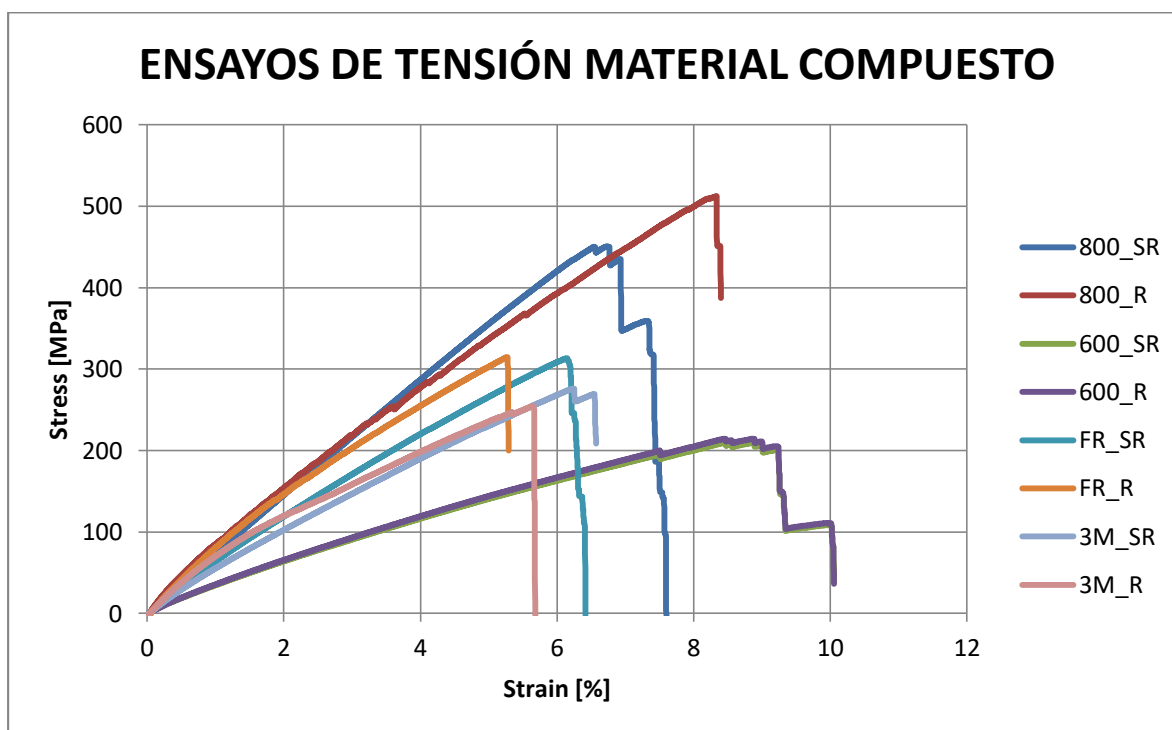
**Tabla 4.5**

Resumen de resultados finales de ensayos de tensión de material compuesto

RESUMEN ENSAYOS DE TENSIÓN MATERIAL COMPUESTO					
TIPO	Espesor	Ancho	Área	$\sigma_M$	Strain%
	mm	mm	mm <sup>2</sup>	Mpa	%
600_R	1,05	15,00	15,73	208,47	8,30
600_SR	0,90	17,96	16,08	211,13	9,01
3M_R	0,30	15,00	4,54	253,41	5,70
3M_SR	0,29	16,68	4,91	275,05	6,19
FR_SR	0,35	16,87	5,86	312,58	6,89
FR_R	0,36	15,29	5,57	319,37	6,72
800_SR	0,61	16,11	9,89	430,04	7,61
800_R	0,67	15,09	10,13	499,61	9,45



**Figura 4.9** Gráficas de los ensayos de tensión de materiales compuestos



**Figura 4.10** Gráfica Esfuerzo vs. Deformación de materiales compuestos

La tabla 4.5 muestra un resumen de los valores resultantes obtenidos en los diferentes ensayos de tensión referentes a las dimensiones de la sección transversal de la probeta, el esfuerzo último a la tensión y el porcentaje de deformación que alcanzaron los materiales compuestos fabricados con diferentes tipos de fibras de vidrio y reforzados con PAN y MWNTC, a su vez la figura 4.9 muestra el promedio del esfuerzo máximo a la tensión y la desviación estándar de cada una de los materiales compuestos, demostrando una tendencia a incrementarse dependiendo si son hiladas o microhiladas; como complemento en la figura 4.10 se compara las curvas esfuerzo vs deformación de los materiales compuestos con y sin reforzamiento, identificando que en los composites fabricados con fibra de vidrio francesa y 800 roving se aprecia que el valor del esfuerzo máximo es mayor en la fibra reforzada, por otro lado en las fibras 3M y 600 roving el valor de su

esfuerzo máximo es similar, esto se debe a que al reforzar las fibras de PAN con MWNTC y aplicar sobre la fibra vidrio se combinan propiedades de resistencia, rigidez y alta flexibilidad debido al acoplamiento entre las fibras y la matriz.

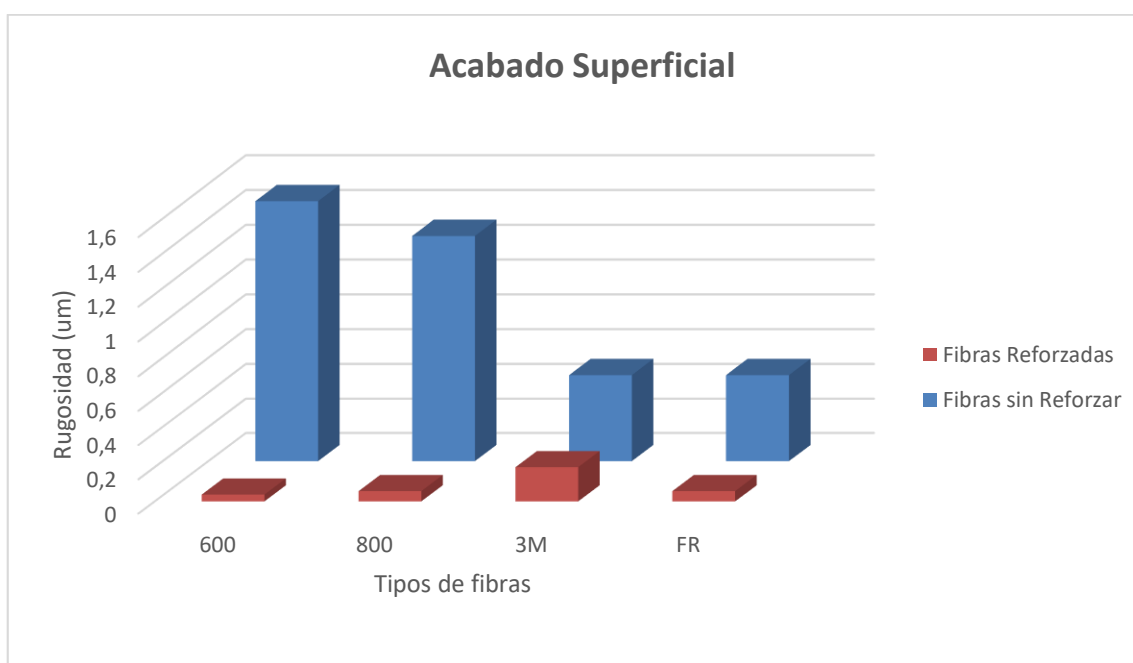
#### 4.3.2 Medición de rugosidad

Una vez realizadas las mediciones de rugosidad superficial se arrojaron los siguientes resultados:

**Tabla 4.6**

*Resumen de resultados de rugosidad y acabado superficial*

MEDIDAS DE RUGOSIDAD								
Fibras	600-SR	600-R	800-SR	800-R	3M-SR	EM-R	FR-SR	FR-R
Medidas (um)	1,5	0,04	1,3	0,06	0,5	0,2	0,5	0,06
ISO 1302	N7	N2	N7	N3	N6	N4	N6	N3



**Figura 4.11** Gráfica de comparación de acabado superficial

En la tabla 4.7 se muestra un resumen de las medidas obtenidas en el rugosímetro de los materiales compuestos y con estos valores se determinó el acabado superficial según la ISO 1302, para comparación se utilizó la figura 4.11 donde se muestra la comparación de materiales compuestos con y sin reforzamiento, alcanzando una mayor diferencia en el composite fabricado con fibra de vidrio 600 roving reforzada, teniendo un acabado superficial que varía de N7 a N2. Al comparar la altura de la subcapa laminar<sup>7</sup> con la altura de la rugosidad se puede determinar si una superficie es rugosa o no, en este caso todos los materiales compuestos reforzados al mejorar su acabado superficial quedan dentro del rango laminar que va hasta 1um; en materiales de aviación que han sido sometidos a diferentes tratamientos para mejorar su acabado superficial en investigaciones recientes como indica (Terpilowski, Rymuszka, Hołysz, & Ilnicki, 2017) en su estudio sobre propiedades superficiales con tratamiento de plasma en aleaciones metálicas obteniendo como menor valor 0,107um, mientras que las obtenidas en estos materiales compuestos híbridos desarrollados en este trabajo van desde 40nm a 200nm y (Babitsky, Kalashnikov, Meadows, & Wijesundara, 2003) realiza un torneado ultrasónico en materiales de aviación obteniendo como valor mínimo de rugosidad 0,165um.

Observando los resultados obtenidos y comparando con el estudio de afectación de la rugosidad en la superficie alar en relación a la velocidad máxima alcanzada por una aeronave, esta no se vería afectada si se utiliza el material reforzado con fibras electrohiladas, ya que los valores

---

<sup>7</sup> Subcapa laminar: Es una capa de muy pequeño espesor donde su gradiente la línea de velocidad no permite la formación de remolinos permaneciendo siempre laminar (Bogotá & De, 2010).

de rugosidad oscilan en un rango de 0.04 a 0.20 micras, y la afectación a la velocidad se da a partir de 1 micra. Es decir, la velocidad máxima alcanzada no sufriría afectación alguna, esto permitiría mantener la capa límite dentro de la zona laminar.

## Capítulo 5

### Conclusiones y recomendaciones

#### **5.1 Conclusiones**

- ⊕ Se desarrolló como diseño de experimentos (DOE) el método Taguchi, ya que reduce significativamente el número de experimentaciones al contrario de utilizar un diseño factorial, disminuyendo de 64 a 16 tipos diferentes de fabricación de fibras electrohiladas, de la misma manera en la técnica de electrospinning se necesitan diferentes factores con varios niveles, en esta investigación 3 factores (Caudal, porcentaje de PAN y distancia al colector) a 4 niveles, y con la aplicación de la señal/ruido “mayor es mejor” en base a el valor del esfuerzo máximo, se determinaron los parámetros óptimos para fabricación, organizando los mismos por importancia porcentaje de PAN, Caudal y distancia al colector con 12%, 1ml/h y 18cm respectivamente.
  
- ⊕ Una vez fabricadas las fibras electrohiladas a diferentes concentraciones de Poliacrilonitrilo, caudal y campo eléctrico, se realizó probetas para ensayos de tensión donde se obtuvo como mayor valor en el esfuerzo máximo 3,087MPa, con los siguientes parámetros: PAN 12%, Q=1ml/h, d=18cm y V=15,3KV, y con el análisis de micrografía en el microscopio de barrido electrónico se pudo comprobar que las mejores fibras se generan cuando existe mayor porcentaje de PAN, así mismo los diámetros de las fibras tienen una mejor dispersión, caso contrario con las de menor concentración que forman partículas y bits mas no fibras.

- ⊕ A partir de los parámetros encontrados, se realizó la adición de nanotubos en diferentes porcentajes, obteniendo mejores resultados con una concentración de MWNTC al 0,05% alcanzando un esfuerzo máximo de tensión de 3,896MPa, dando así un incremento del 27%; también se observa una mejora del 10% en la deformación; al contrario, al aumentar la concentración de MWNTC al 0.1%, 0.2% y 4% wt, las fibras tuvieron un comportamiento frágil.
  
- ⊕ Al realizar ensayos de tensión sobre el material compuesto híbrido se obtiene mejoras en el esfuerzo máximo de tensión en los realizados con fibras 800 roving en un aumento del 16,17%, en la fibra francesa un aumento de 2,17% y en la fibra 800 roving un valor similar; de la misma manera en el acabado superficial se obtuvo que en la fibra 800 roving de N7 a N3, en la 600 roving de N7 a N2, en la 3M va de N6 a N4 y en la fibra francesa de N6 a N3, lo que permite que la superficie permanezca en un rango laminar logrando así que la aeronave alcance su velocidad máxima ya que la rugosidad no alcanzaría el valor de 1 micra para empezar a verse afectado, por ende una reducción en el consumo de combustible; por otro lado también el acabado que se da en una superficie rectificada a masillas y rellenos cuando son reparadas en aviación va de 1 a 2 micras y el obtenido con el reforzamiento varía entre 0.04 um - 0.20 um.

## **5.2 Recomendaciones**

- ⊕ Realizar una investigación referente a la creación de perfiles alares con los materiales compuestos híbridos desarrollados en la presente investigación, para observar los cambios



que este material reforzado puede provocar, tanto en coeficientes de arrastre, resistencia del viento y en la generación de flujos laminares y turbulentos.

- ⊕ Con los resultados obtenidos desarrollar el protocolo necesario para la implementación de los parches de materiales compuestos para reparación de aeronaves.
- ⊕ Se recomienda continuar con el presente estudio para realizar una caracterización completa del material; impacto, absorción de agua, porosidad y wetting.
- ⊕ Como futuros trabajos se recomienda hacer el mismo procedimiento con fibras convencionales de kevlar y analizar el comportamiento de este material con ensayos de impacto de alta velocidad.

## Referencias

- Aljarrah, M. T., & Abdelal, N. R. (2019). Improvement of the mode I interlaminar fracture toughness of carbon fiber composite reinforced with electrospun nylon nanofiber. *Composites Part B: Engineering*, *165*, 379–385. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.01.065>
- Babitsky, V. I., Kalashnikov, A. N., Meadows, A., & Wijesundara, A. A. H. P. (2003). Ultrasonically assisted turning of aviation materials. *Journal of Materials Processing Technology*, *132*(1–3), 157–167. [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(02\)00844-0](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(02)00844-0)
- Béguin, J.-M. (2002). Los materiales compuestos: Dinamismo e innovación. *Sessi*, *158*(recuadro 2), 4.
- Benedico Lozano, J. A. (2015). Tesis CNT: Fibras multifuncionales de nanotubos de carbono: caracterización químico-física y aplicaciones. *Universidad de Zaragoza*.
- Bogotá, D. C., & De, J. (2010). *Universidad de los Andes Facultad de Ingeniería Departamento de Ingeniería Civil y Ambiental Crecimiento de biopelículas en redes de distribución de agua potable y su relación con la subcapa laminar viscosa*.
- Cano, J. S., Cordova, G. D., Narvaez, C., Segura, L., & Carrion, L. (2019). Experimental study of the incidence of changing a synthetic jet orifice in heat transfer using a taguchi method approach. *Journal of Thermal Science and Engineering Applications*, *11*(3). <https://doi.org/10.1115/1.4042351>
- Chen, Q., Zhao, Y., Zhou, Z., Rahman, A., Wu, X. F., Wu, W., ... Fong, H. (2013). Fabrication and mechanical properties of hybrid multi-scale epoxy composites reinforced with conventional carbon fiber fabrics surface-attached with electrospun carbon nanofiber mats. *Composites Part B: Engineering*, *44*(1), 1–7. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.09.005>
- Deeraj, B. D. S., Saritha, A., & Joseph, K. (2019). Electrospun styrene-butadiene copolymer fibers as potential reinforcement in epoxy composites: Modeling of rheological and visco elastic data. *Composites Part B: Engineering*, *160*, 384–393. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.12.102>
- Francisco, A. R. L. (2013). *Journal of Chemical Information and Modeling*, *53*(9), 1689–1699. <https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>
- Guerrero, V., Pontón, P., Tamayo, A., Villacís, H., Delgado, F., & Galeas, S. (2013). Materiales compuestos de matriz poliéster reforzados con fibras naturales y sintéticas. *Congreso de Ciencia y Tecnología ESPE*, *8*(1), 70–74. Retrieved from <http://journal.espe.edu.ec/index.php/cienciaytecnologia/article/view/112/110>
- Harris, P. J. F. (2004). Carbon nanotube composites. *International Materials Reviews*, *49*(1), 31–43. <https://doi.org/10.1179/095066004225010505>
- Huang, Z. M., Zhang, Y. Z., Kotaki, M., & Ramakrishna, S. (2003). A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites. *Composites Science and Technology*, *63*(15), 2223–2253. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(03\)00178-7](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(03)00178-7)
- Kupczyk, M. J., Castro, K., Segura, L. J., Castellanos, S. D., & Lino Alves, J. (2017). Materials Design and Applications. *Advanced Structured Materials*, *65*, 49–63. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-50784-2>
- López Walle, B., Reyes Melo, M., & López Cuéllar, E. (2011). Los materiales híbridos en el desarrollo de sistemas mecatrónicos. *Ingenierías*, *14*(53), 35–43.
- Maubert, M., Soto S., L., León, A., & Flores, J. (2009). Nanoturbo de carbono: La era de la

- nanotecnología. *Razón y Palabra*, (68), 17.
- Mendoza-Nava, H., Talavera-Ortega, M., Estrada-De los Santos, F., Mendoza-Facio, S., & Jiménez-Arévalo, O. (2014). Caracterización de materiales compuestos reforzados con fibra de carbono fabricados por el método de infusión para aplicaciones aeronáuticas. *Memorias Del XX Congreso Internacional Anual De La SOMIM*, (September), 383–845. <https://doi.org/10.13140/2.1.3692.2889>
- Palazzetti, R., & Zucchelli, A. (2017). Electrospun nanofibers as reinforcement for composite laminates materials – A review. *Composite Structures*, 182, 711–727. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.09.021>
- Razavi, S. M. J., Neisiany, R. E., Ayatollahi, M. R., Ramakrishna, S., Khorasani, S. N., & Berto, F. (2018). Fracture assessment of polyacrylonitrile nanofiber-reinforced epoxy adhesive. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 97, 448–453. <https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2017.07.023>
- Sánchez, L., Rodríguez, L., & López, M. (2013). Electrospinning: la era de las nanofibras. *Revista Iberoamericana de Polímeros*, 14(1), 10–27.
- Srivatsan, T. S., Ibrahim, I. A., Mohamed, F. A., & Lavernia, E. J. (1991). Processing techniques for particulate-reinforced metal aluminium matrix composites. *Journal of Materials Science*, 26(22), 5965–5978. <https://doi.org/10.1007/BF01113872>
- Taguchi, G., Chowdhury, S., & Wu, Y. (2007). Taguchi's Quality Engineering Handbook. In *Taguchi's Quality Engineering Handbook*. <https://doi.org/10.1002/9780470258354>
- Tanco, M., Viles, E., & Pozueta, L. (2009). Diferentes enfoques del diseño de experimentos (DOE). *Memoria de Trabajos de Difusión Científica y Técnica*, (7), 29–37.
- Terpilowski, K., Rymuszka, D., Hołysz, L., & Ilnicki, M. (2017). Surface properties of metal alloys used in aviation after plasma treatment. *Surface and Interface Analysis*, 49(7), 647–653. <https://doi.org/10.1002/sia.6204>
- Vigilancia, G. De. (2010). Armonización de las Actividades en Materiales Compuestos para Aeronáutica y Espacio en España Grupo de Vigilancia Índice. *Aeroespacial Española*, 1005, 34.
- Zhang, W. De, Shen, L., & Phang, I. Y. (2004). <http://www.paper.edu.cn> 256. 256–259.

**ANEXOS**

**ANEXOS A**

**ANEXOS B**

**ANEXOS C**