

ESTUDIO DE LA FRACTURA DE UNA RESINA EPOXÍDICA MODIFICADA MEDIANTE TÉCNICAS DE EMISIÓN ACÚSTICA

Valea, A.; Martínez, J.; Mondragón, I.; González, M.L

**Departamento de Ingeniería Química y del Medio Ambiente
Universidad del País Vasco, Euskal Herriko Unibertsitatea**

EUITI de Bilbao Plaza la Casilla nº 3; 48012-Bilbao

Resumen: El daño sufrido en componentes, como materiales compuestos con fibra, puede ser detectado tanto cualitativa como cuantitativamente con la ayuda de la técnica de emisión acústica. Se introducen nuevos métodos de selección para transitorios en la emisión acústica. Los métodos mostrados se aplican a diferentes materiales modelo produciendo fuentes o mecanismos bien definidos en ensayos de tracción con matrices epoxídicas puras y en ensayos de fractura de fibras simples con composites epoxi / Fibra de vidrio y epoxi /Fibra de Carbono. La EA así excitada se identifica con el algoritmo y los resultados se interpretan como patrones de E.A de referencia. Los métodos son aplicables a materiales compuestos con fibras tales como PP/FV y PA/FV en ensayos de tracción. La variación de la temperatura en composites PP/FV hace aumentar la frecuencia de los cambios en los mecanismos implicados. Se puede dar una diferencia entre estados de daños críticos y no críticos en los ensayos de tracción en componentes PA/FV de pequeño tamaño. Además el análisis energético de los mecanismos fuente permite la identificación de la tenacidad a fractura de composites con fibras unidireccionales.

Abstract: Material damages in components, e.g in fiber composite materials, should be detectable as well as be qualitatively and quantitatively interpretable by help of acoustic emission technique. New selection methods for transient single acoustic emission are introduced. The shown methods are applied to different model materials producing well defined source mechanisms in tensile test with pure epoxy matrix and in single fiber fracture test with glass-fiber/epoxy and carbon-fiber/epoxy. The so excited acoustic emission are identified by the algorithm and they are interpretable as acoustic emission reference pattern. Methods are translated to fiber composites like glass-fiber / PP and glass-fiber / PA in tensile test and double cantilever beam test. Temperature variations in glass-fiber/PP give rise to frequency changes in source mechanism involved. Differentiation between uncritical and critical damage states is given in tensile test. Beyond this, the analysis of energy parts of source mechanism serves the interpretation of fracture toughness of unidirectional fiber composite materials.

1. INTRODUCCIÓN

Las formas de onda disponibles en los sistemas comerciales frecuentemente contienen un elevado número de señales de emisión acústica que, aunque son útiles, suelen ser irregulares e incluyen además ruido parasitario. Todas estas emisiones se registran con umbrales más o menos fijos y a intervalos fijos de tiempo.

Se puede introducir una característica nueva :

$$[C(i)]_{i=1}^N$$

De longitud N, para cortar la emisión acústica a partir de un conjunto de datos medidos. La característica se calcula bajo la base de la desviación estándar de las series de ondas dependientes del tiempo. La transformación de series temporales:

$$|u(i)|_{i=1}^N$$

En series de desviación estándar:

$$|s(i)|_{i=1}^N$$

Se hace calculando “s” en el intervalo (i – R, i+R) y sustituyendo el resultado en el centro del intervalo “i”.

$$s(i) = \sqrt{\frac{S_{i-R,i+R}^2}{2R}} \quad (1)$$

Siendo:

$$S_{i_2,i_1}^2 = \sum_{i=i_1}^{i_2} (u(i) - \bar{u}_{i_1,i_2})^2 \quad (2)$$

Y el promedio móvil:

$$\bar{u}_{i_1,i_2} = \frac{1}{i_2 - i_1 + 1} \sum_{i=i_1}^{i_2} u(i) \quad (3)$$

R está limitado al comienzo y final de las series temporales de tal forma que el intervalo de los índices no supera los límites:

$$i \leq i - R \leq i + R \leq N \quad (4)$$

Para cada punto de las series temporales “s” mide la dispersión de las señales dentro del intervalo que rodea cada punto. Por esto, debe definirse una distancia de amortiguamiento para el nivel de ruido. Sin embargo, el cálculo de los promedios móviles

y desviaciones estándar para las series temporales de longitud N son numéricamente muy extensos. Por esto, se ha desarrollado un algoritmo de iteración (10) que emplea sólo una serie de datos. Es prácticamente imposible tratar promedios móviles y desviaciones estándar de grandes cantidades de datos sin un procedimiento iterativo.

$$S_{i_1, i_2}^2$$

Puede calcularse sucesivamente

\forall_{i_1, i_2} con $1 \leq i_1 \leq i_2 \leq N$ como:

$$S_{i_1, i_2}^2 = S_{i_1-1, i_2-1}^2 + [u(i) - \bar{u}_{i_1-1; i_2-1}] - [u(i_2) - \bar{u}_{i_1-1, i_2}] - [u(i_1-1) - \bar{u}_{i_1, i_2}] \cdot [u(i_1-1) - \bar{u}_{i_1-1, i_2}] \quad (5)$$

$$\text{con } S_{0,0}^2 = 0$$

Los promedios móviles (3) pueden calcularse por pasos con:

$$\bar{u}_{i_1, i_2} = \bar{u}_{i_1-1, i_2-1} + \frac{u(i_2) - u(i_1-1)}{i_2 - i_1 + 1} \quad (6)$$

$$\text{con } \bar{u}_{0,0} = 0$$

La desviación estándar móvil (s) puede calcularse con la ec.(5) y (6) en vez de con las ec. (2) y (3). Una nueva aproximación puede hacerse con promedios móviles de desviación estándar de radio R .

$$v(i) = \bar{S}_{i-R, i+R} \quad (7)$$

Esto conduce a mejores resultados para emisiones largas, la característica:

$$[C(i)]_{i=1}^N$$

Viene definida finalmente por el logaritmo de la desviación estandar móvil:

$$C(i) = \log_{10} |v(i)| \quad (8)$$

A partir de ella se pueden evaluar mejor las emisiones acústicas pequeñas y escalas pequeñas.

La característica $C(i)$ sirve para seleccionar transitorios de emisiones acústicas. Para esto pueden introducirse parámetros de umbral, número y pendiente de cruces del umbral sucesivos, etc. Con ellos, se puede fijar numéricamente el comienzo y final de una emisión dentro de una serie temporal. Esta $C(i)$ es independiente de las amplitudes, duración, rise-time, energía y nivel de ruido de las ondas.

2. MECANISMOS DE DAÑO EN LOS MATERIALES

El propósito es clasificar los mecanismos fuente de emisión seleccionados. Los experimentos considerados se restringen a placas delgadas donde la longitud de onda es grande comparativamente con el espesor "h" de la placa. Los mecanismos fuente excitan vibraciones de crack superficial que producen ondas acústicas con velocidades de fase de acuerdo con las constantes elásticas del material. A partir de la teoría de placas isotrópicas [1,2] las velocidades de fase para ondas longitudinales vienen dadas por:

$$c_e = \sqrt{\frac{E}{\rho(1-\mu^2)}} \quad (10)$$

Siendo ρ = densidad; E = cte elasticidad; μ = relación de Poisson para el material.

Las velocidades de fase para ondas de flexión viene dado por:

$$c_f = \sqrt{2\pi f h} \sqrt{\frac{E}{3\rho(1-\mu^2)}} \quad (11)$$

Siendo f = frecuencia; c_f = dispersión ($\approx (f)^{1/2}$) y depende del espesor "h" de la placa. Hay resultados similares [2] para placas anisotrópicas con fibras paralelas a la superficie, pero las ondas de flexión dependen del espesor. Las ondas longitudinales tanto en placas isotrópicas como en las anisotrópicas son mayores que las de flexión (para muchos materiales $c_e \cong 2c_f$). Así las ondas longitudinales deben tener significativamente mayores frecuencias que las de flexión.

Las emisiones acústicas tienen excitaciones más o menos estocásticas debido a heterogeneidades a escala microscópica y debido a procesos no correlativos. Esto es por lo que las ondas excitadas no tienen frecuencias exactas sino la totalidad de intervalos de frecuencias. Para clasificar la emisión acústica a partir de placas delgadas de composite con fibra es necesario mirar intervalos significativos de frecuencias. Desafortunadamente, los mecanismos fuente excitan movimientos longitudinales y de flexión. Sin embargo, algunas clases de mecanismos fuente excitan uno de ellos preferentemente. La rotura de fibras paralelas a la geometría de la placa excitan preferentemente ondas longitudinales conteniendo altas frecuencias de las mencionadas anteriormente. Los cracks de la matriz cerca de la superficie excitan preferentemente ondas de flexión conteniendo bajas frecuencias. Los procesos interfaciales deben mostrar ambos tipos debido a las vibraciones de las fibras junto con los cracks interfaciales.

El análisis de una emisión simple no es útil para caracterizar fuentes, debido a la aleatoriedad de las fuerzas de excitación que, frecuentemente, da diferentes resultados. Muchas emisiones, a partir de la misma clase de mecanismos fuente deben, sin embargo, dar un patrón de valores promedio de las emisiones simples que suelen ser útiles.

Las formas de onda son menos interpretables debido a los efectos de propagación de onda, así como, a la dispersión y atenuación. El mejor camino es calcular la cantidad de frecuencias que hay en la totalidad de la forma de la onda. Esto es debido a que, el espectro de las emisiones simples se promedia suponiendo que todas proceden del mismo mecanismo fuente.

3.- ENSAYOS SOBRE LOS COMPOSITOS REFORZADOS CON FIBRA

Las emisiones acústicas han sido registradas con una frecuencia de muestreo 4/5 MHz con transductor PAC WD de banda ancha, preamplificador PAC/220 A (ganancia 40/60 dB; 20/100 λ Hz – 1,2 MHz).

Los materiales modelo han sido preparados a partir de una matriz epoxídica Bakelite VE 4660 curada con anhídrido VE-4660B y fibra simple en la matriz (de vidrio E y de carbono) con mecanismos fuente bien definidos con geometría de placa simple (90 mm x 20 mm x 3 mm) bajo una sollicitación de tracción definida 80,2 mm/min) de forma que se pueden crear patrones definidos de referencia para la emisión acústica.

Se han seleccionado 64 emisiones, muchas de las cuales tienen baja energía. La amplitud mínima $u_1 > 0,5$ v da 24 emisiones para el cálculo. El espectro de potencia promediado indica que el 66% de la potencia espectral cae dentro del intervalo de onda transversal en flexión.

Durante los ensayos de rotura de fibra sencilla los cracks de la matriz eran visibles. Aprox. 30 emisiones procedentes del mismo mecanismo fuente se pudieron clasificar por análisis espectral. No se utilizaron filtros de amplitud.

Se han llevado a cabo ensayos en tracción y ensayos en doble cantilever (DCB) sobre PP reforzado con FV unidireccional continua con 22% en volumen de fibra de 20 μ m de diámetro. Composites idénticos de la misma geometría plana (longitud libre 130 mm, anchura 20 mm y 3,6 mm de espesor) se les sometió (a 2 mm/min) a diferentes clases de mecanismo de dañado.

Se seleccionaron 1840 emisiones sin filtro de amplitudes. El aspecto de potencia promediado da 37% de potencia en el primer intervalo (ondas de flexión) y 62% en el segundo intervalo (ondas longitudinales) indicando una relativamente alta rotura de fibras.

También se seleccionan 366 emisiones acústicas en el primer ensayo DCB durante la evolución de la rotura. El espectro promediado de potencia da 57% de potencia acorde con ondas de flexión y 40% de potencia procedente de ondas longitudinales. Parece que en este caso hay predominio de cracks en la matriz en conjunción con procesos de interfase.

Además la excitación por diferentes ensayos es posible estimular clases de mecanismos de E.A por variaciones en la tenacidad alcanzada por varias modificaciones interfaciales [7]. En un segundo ensayo DCB con un PP modificado con FV se han seleccionado 82 E.A para calcular el espectro medio de potencia se observa que 78% de la potencia se encuentra en el intervalo de flexión y 21% está en el intervalo de ondas longitudinales. Ambos ensayos DCB muestran el predominio de cracks en la matriz, contrariamente a los ensayos de tracción. La menor adhesión y los cracks provocan menores energías de delaminación, lo que conduce a una menor parte de ondas longitudinales en el espectro.

4. VARIACIONES DE LA TEMPERATURA Y MECANISMOS FUENTE

Las variaciones de la temperatura influyen en la conducta en fractura de las matrices poliméricas. Composites de PP con mat de fibra de vidrio (GMT) con 40% en peso de fibra y fibras de 12 μ m con geometrías en forma de placa (longitud 110 mm x 25 mm de anchura 4 mm de espesor) se ensayaron en tracción a velocidad de carga de 2 mm/min.

Se seleccionaron 3 temperaturas con conductas relajacionales definidas para la matriz de PP. A 100°C la matriz es flexible con alta tenacidad y baja rigidez. A temperatura ambiente (23°C) es un estado de transición con buena tenacidad y rigidez. Finalmente a -30°C está por debajo de la T_g (=0°C) por lo que la matriz es rígida y frágil pero con alta resistencia. A cada temperatura se lleva a cabo la medida en tres etapas. La etapa 1 desde el comienzo hasta 50%; la etapa 2 desde 50% al 90% y la etapa 3 por encima del 90% de la resistencia en tracción en todos los casos.

El resultado es que parecen dominar la rotura de fibras en conjunción con los procesos de interfase, lo cual está de acuerdo con la morfología de fibras orientadas al azar en el mat empleado.

La cedencia en cizalla macroscópica ocurre a 100°C. Surgen condiciones similares para los cracks y las fibras a partir de la extensa deformación plástica de la matriz. Esto conduce a frecuencias similares dentro de un intervalo de frecuencias estrecho. A -30°C y a 23°C la rotura de fibras y los cracks en la matriz surgen sin casi deformación plástica macroscópica. Tensiones locales diferentes dan cracks de varios tamaños, orientaciones y frecuencias naturales que originan diferentes picos de intensidad en el espectro de potencia. Esto origina los primeros cracks en la matriz. Solo hay un pequeño movimiento entre fibra y matriz.

En las etapas 1 y 2 (a 100°C y 23°C) puede verse un aumento en onda longitudinal. Esto corresponde a mas roturas de fibras bajo tensiones elevadas. Con el inicio de rotura de fibras se inducen mas procesos de daño en la matriz, de forma que desde la etapa 2 a la 3 crece la parte de onda correspondiente a la matriz .

La parte de rotura de fibras a -30°C muestra solo menos tendencia a crecer debido a la alta rigidez de la matriz. La propagación de rotura de fibras se reduce bajo estas condiciones.

Se han moldeado por inyección muestras pequeñas en PA/FV corta que se han soldado ultrasónicamente. A veces las uniones soldadas tienen defectos que crecen al aplicarles una carga. La diferencia entre cargas no críticas y críticas es del mayor interés. Mecanismos esperables son procesos en la matriz a bajos niveles de tensión y procesos de interfase con arranque de fibra bajo tensiones.

Los ensayos en tracción se han llevado a cabo a una velocidad de 2 mm/min. Se ha utilizado un filtro de amplitud $u_1 = 2$ mV (72 dB) durante la medida de emisión acústica. La actividad comienza inmediatamente incluso a baja fuerza aplicada. Baja actividad comienza inmediatamente incluso a baja fuerza aplicada. Baja actividad se muestra hasta 45 s para fuerzas de $F=0,11$ kN hasta 4,0 kN. Las amplitudes varían fuertemente en esta etapa, la energía acumulada de emisión acústica aumenta de forma casi lineal y las intensidades de emisión también tienen grandes variaciones. La energía de emisión acústica acumulada crece rápidamente con el tiempo $t= 45s....65s$ ($F=4,0$ kN....6,0 kN). La actividad también crece por encima de la proporcionalidad. Los defectos crecientes dan mas emisión con menor amplitud y energías. Estos parámetros, no obstante, son insuficientes para diferenciar entre estados de daño crítico y no crítico. Adicionalmente el espectro promedio de potencia cambia desde la conducta de la matriz pura hasta mecanismos interfaciales en la matriz.

La observación macroscópica de la superficie de fractura después de un fallo macroscópico indica fractura con mecanismos de pull-out.

CONCLUSIONES

Se trata un método de trabajo para transitorios de emisión acústica con ayuda de las desviaciones estandar móviles, independientes de las amplitudes, de la duración, energías, niveles de ruido y formas de onda. El método simplifica los parámetros de forma de onda registrando y reduciendo el ruido de los archivos de forma de onda. La selección puede ayudar a guardar registros de emisiones a los que se les han fijado parámetros de valores de umbral, tiempo de registro, etc.

La clasificación de emisiones seleccionadas de composites reforzados con fibra en cracks de matrices, rotura de fibras y procesos de interfase se hace promediando el espectro de potencias en combinación con filtros de amplitud. Diferentes mecanismos fuente excitan preferentemente clases de ondas conteniendo frecuencias especiales.

Los cracks de la matriz cercanos a la superficie excitan principalmente ondas de flexión que contienen bajas frecuencias. Esto se confirma con resultados de tracción sobre materiales de matriz pura y por selección de cracks de la matriz de varias fibras simples dentro de la matriz.

La rotura de fibras principalmente excita ondas longitudinales que contienen altas frecuencias. Esto se muestra a través de la selección de las roturas de fibras simples introducidas en la matriz cuando se rompe..

Procesos de interfase pueden mostrar ambas conductas debido a la vibración de la fibra conjuntamente con cracks en la interfase.

Se pueden identificar diferentes mecanismos en composites con fibra a través del espectro medio de potencia.

Variaciones de diseño experimental desde los ensayos de tracción a los de doble cantilever (DCB) dan cambios en los mecanismos fuente esperables.

La resiliencia en los ensayos DCB de composites unidireccionales continuos muestran cambios en el mecanismo implicado. Cuanto mayores son las fuerzas para crecimiento de la delaminación mayores son los efectos inducidos en la interfase.

Ensayos en tracción con variaciones de temperatura partiendo de alta tenacidad y baja rigidez en la matriz hasta matrices rígidas y frágiles de mat de fibra de vidrio muestran en el espectro de potencia transiciones desde intervalos estrechos y suaves a espectros anchos y con muchos picos.

La selección y clasificación es aplicable a piezas pequeñas inyectadas. La evolución del daño en ensayos de tracción de composites con fibras cortas muestra cambios en los mecanismos implicados desde el mecanismo de cracks en la matriz a una combinación de procesos de la matriz y de interfase con fibras arrancadas (pull-out). Estos mecanismos indican la transición desde el estado no crítico al crítico con iniciación del crecimiento de defectos en las uniones, por lo que se puede utilizar la técnica de emisión acústica para detectarlos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Universidad del País Vasco-E.H.U y al Gobierno Vasco la ayuda para la realización del trabajo.

REFERENCIAS

- 1.- Gorman, M.R.; "Plate wave acoustic emission". *J. Acoust. Soc. Am.* 90, 358 (1991)
- 2.- Gorman, M.R.; Ziola, S.M.; "Plate waves produced by transverse matrix cracking" *Ultrasonics*, 29, 245 (1991)
- 3.- Prosser, W.H.; "Advanced Acoustic Emission techniques in composite materials research" *J. Acoustic Emission*, 14, S1 (1996).

4.- Krietsch, T.; Bohse, J.; Schwarz, J.; "Klassifikation von Schädigungsmechanismen in faserverbundwerkstoffen mittels Schallemission" in *Tagungsband der DGZfP*, 11. Kolloquium Schallemission Jena, March 6-7 (1997)

5.- Krietsch, T.; Bohse, J.; "Classification of damage mechanisms in fibre composites by acoustic emission," *Proceedings of the 23rd European Conference on Acoustic Emission*, TÜV, Vienna May 6-8 (1998)

6.- Bohse, J.; Krietsch, T.; "Interpretation of fracture toughness in unidirectional glass-fibre / polypropylene composites by acoustic emission analysis of damage mechanisms" in *Proceedings of the International Acoustic Emission Conference*, August 9-14, Hawaii, USA (1998)

7.- Krietsch, T.; "Signalanalyse transienter Schallemissionen aus polymeren Faserverbunden und Stahl bei der Material und Bauteilprüfung" *Federal Institute for materials Research and Testing* (1998)

8.- Guo, D.; Ajit, M.; Ono, K.; "Wave theory of acoustic emission in composite". *J. Acoustic Emission*, 14, S19, (1996).