

MEDICIÓN DE MÓDULO DE ELASTICIDAD MEDIANTE EXCITACIÓN POR IMPULSO EN COMPUESTOS EPOXY

MEASUREMENTS OF ELASTICITY MODULUS BY IMPULSE EXCITATION ON EPOXY COMPOSITES

S. Tognana^{1,2}, W. Salgueiro¹, A. Somoza^{1,3}, O. Toscano¹

¹IFIMAT, Facultad de Ciencias Exactas, UNCentro, Pinto 399, B7000GHG Tandil, Argentina.

²Becario CONICET, Argentina.

³Comisión de Investigaciones Científicas- Provincia de Buenos Aires, Calle 526 entre 10 y 11, (1900) La Plata, Argentina.
e-mail: walgue@exa.unicen.edu.ar

Se presenta un dispositivo especialmente diseñado y construido para la medición de constantes elásticas mediante la técnica de excitación por impulso (IET). El mismo permite aplicar un impulso corto puntual provocado por el impacto de una masa de forma esférica sobre una barra del material a estudiar en configuración de viga simplemente apoyada sobre soportes que permiten excitarla en modo de flexión. Mediante un micrófono se obtiene la curva de vibración resonante que exhibe un amortiguamiento exponencial en su amplitud. Del análisis de dichas curvas usando la transformada rápida de Fourier se obtienen frecuencias características que permiten evaluar el módulo de elasticidad del material en estudio. En este trabajo, se presentan los primeros resultados obtenidos en la medición del módulo de elasticidad en muestras de polímeros epoxy y compuestos particulados de matriz epoxy con cargas de aluminio, cobre y cuarzo. Dichos resultados exhiben un buen acuerdo con los reportados en la bibliografía y se discuten en el marco de modelos que describen los cambios del módulo de elasticidad en función del porcentaje de carga en el compuesto.

Palabras Claves: técnica de excitación por impulso, módulo de elasticidad, compuestos epoxy.

A device specifically developed in our laboratory to measure elastic constants of solids by means of the impulse excitation technique (IET) is presented. Using a spherical mass this device apply a short point impulse impact on a rod of the material under study. This rod simply sustained on two points is then excited in the flexion mode. By means of a microphone the natural resonant vibration curve is obtain. The amplitude of this curve exhibits an exponential damped behavior. Through the fast Fourier transformation the characteristic frequencies of such curves were obtained. These frequencies are used to evaluate the elasticity modulus of the materials studied. In this work, first results on the measurement of the elasticity modulus in some polymers are reported. Specifically, samples of epoxy resin and epoxy-matrix composites with the addition of aluminum, cooper and quartz particles were studied. The results obtained shown a good agreement whit results reported in the literature. Besides, the experimental results are discussed in the frame of different models that describe the modifications in the elasticity modulus as a function of particle charge in such composites.

Keywords: impulse excitation technique, elasticity modulus, epoxy composites.

I. INTRODUCCIÓN

Entre las técnicas no destructivas usadas para el estudio de materiales se pueden citar aquellas que utilizan las frecuencias de vibración para obtener el módulo de elasticidad E , el módulo de corte G o el módulo de Poisson ν . Las mismas técnicas también se usan a los efectos de estudiar la existencia de irregularidades o defectos en materiales como, para analizar el cambio de los parámetros elásticos arriba mencionados en función de parámetros tales como la temperatura⁽¹⁻⁶⁾.

Entre las citadas técnicas, la excitación por impulso (IET), dependiendo de la geometría del dispositivo de medición, permite obtener información sobre los módulos E y/o G . El método más reportado consiste en colocar una muestra con una geometría definida (lo más habitual es una barra de sección rectangular) sobre soportes y excitar las frecuencias naturales de la misma mediante un impacto para lo cual, generalmente se utiliza un martillo o una bolilla en caída libre^(1,2). Luego

del impacto, que da origen a una excitación con un amplio espectro de frecuencias asociado, la muestra oscilará en resonancia a las frecuencias naturales de la misma; de este modo todo el sistema actuará como un filtro para el resto de las frecuencias. Según la bibliografía, en materiales isotrópicos de la frecuencia natural de flexión de una viga de sección rectangular es posible obtener la constante elástica E según⁽¹⁻²⁾:

$$E = 0.9465 \left(\frac{mf^2}{b} \right) \left(\frac{L^3}{t^3} \right) T, \quad (1)$$

donde m es la masa de la muestra, f es la frecuencia de resonancia, b , t y L son el ancho, espesor y longitud de la muestra, respectivamente, y T es un factor de corrección que depende de la relación L/t y del módulo de Poisson cuyo valor se obtiene de la literatura⁽⁶⁾.

Asimismo se observa que la amplitud de la oscilación disminuye exponencialmente con el tiempo; la constante de decaimiento está vinculada con la fricción interna del material. Sin embargo, debido a las

condiciones experimentales que se asocian con esta técnica (ubicación de la muestra, tipo de soporte y demás factores externos), que producen un decaimiento más rápido que el esperado, resulta difícil y complejo obtener información acerca de la fricción interna. Es por ello que una forma de evaluar la calidad de la medición consiste en relevar la constante de decaimiento.

En el marco de investigaciones en curso en compuestos particulados de matriz epoxy⁽⁷⁻¹⁰⁾, en este trabajo se reportan los primeros resultados de mediciones de constantes elásticas en estos materiales, obtenidos utilizando un dispositivo diseñado y construido en nuestro laboratorio.

II. EXPERIMENTAL

El dispositivo que se diseñó y construyó consta de dos soportes con bordes agudos, los cuales sostienen una viga de la muestra a estudiar (ver esquema en Fig 1). La distancia de dichos soportes (puntos nodales), medida a partir de los extremos, fue de 0.224 veces la longitud de la muestra de la cual se midieron las frecuencias naturales.

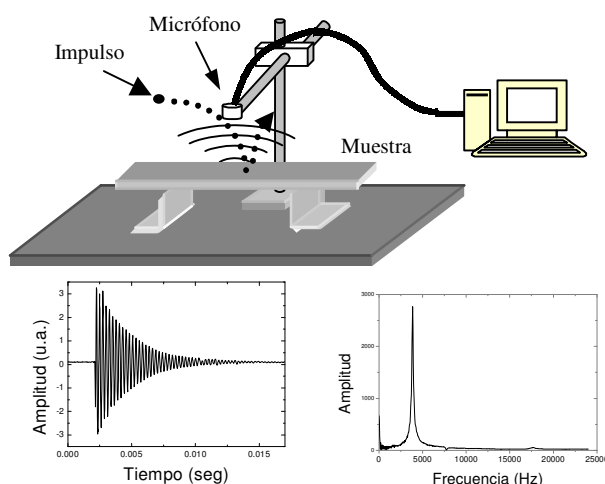


Figura 1. Esquema del dispositivo experimental, espectro típico obtenido y el resultante de la descomposición en frecuencias usando transformada de Fourier.

El funcionamiento del dispositivo básicamente consiste en liberar una bolilla plástica desde un soporte la cual, en caída libre, impacta sobre la barra del material en estudio de modo tal que se logra excitar las frecuencias naturales de resonancia de la misma. La información sobre dichas frecuencias se obtuvo mediante un micrófono electrete de uso comercial adaptado a un circuito de amplificación, siendo el mismo desarrollado en el laboratorio. La elección de este sistema de adquisición de datos resulta ser muy simple y de bajo costo, si se lo compara con sistemas más complejos reportados en la literatura. El micrófono se colocó en el punto medio de la longitud de la barra y muy próximo a la muestra evitando el contacto con la misma. Atendiendo a diferentes experiencias reportadas en la bibliografía^(1,2), el punto de excitación se eligió también, en el centro de la muestra.

La señal obtenida se almacenó en una PC usando un *software* de uso habitual en procesamiento de señales sonoras. Los valores temporales medidos fueron del orden de 0.02 milisegundos. Los espectros se analizaron utilizando la Transformada Rápida de Fourier (FFT) obteniendo, así, la distribución de frecuencias presentes en el espectro.

Los materiales estudiados fueron compuestos de matriz epoxy con carga particulada de aluminio y cuarzo (tamaño de partícula 106 μ m-125 μ m), y de cobre (tamaño promedio de partícula 75 μ m). La matriz epoxy utilizada fue DGEBA curada con un anhídrido (MTHPA) en presencia de una amina (1-Metil Imidazol), a 120°C durante 14h (ver detalles en Refs. ⁽⁷⁻¹⁰⁾). Las muestras medidas se cortaron con un disco diamantado, posteriormente fueron mecanizadas en una fresadora y, finalmente, pulidas con lija al agua. La geometría de las muestras, tal cual se mencionó, constó de barras de sección rectangular, cuya longitud se seleccionó de modo que siempre superara en un factor 5 a las dimensiones laterales.

Con el objeto de contar con valores de referencia y para evaluar la eficiencia del dispositivo se midió el módulo de elasticidad de una barra de cobre electrolítico puro. Dicha medición se repitió para el mismo tipo de muestra la cual fue previamente tratada térmicamente (recocido a 860°C durante 2h seguido de un enfriamiento lento en el horno).

III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El valor de la frecuencia de resonancia de las barras de cobre se obtuvo promediando, al menos, 20 mediciones. La frecuencia de resonancia que se obtuvo para el cobre recocido fue de 2927 \pm 0.2 Hz. Usando la ec. (1), el valor del módulo de elasticidad resultó $E=135 \pm 3$ GPa; este valor es levemente superior al reportado (110 GPa-130 GPa)⁽¹¹⁾. Respecto de la barra sin recocer, se obtuvo un módulo de elasticidad de $E=87 \pm 2$ GPa; este resultado muestra un buen acuerdo con el reportado para cobre puro, el cual se obtuvo utilizando una variante de la técnica IET⁽¹²⁾.

Los valores del módulo de elasticidad en función de porcentaje en volumen de carga obtenidos en este trabajo para los distintos compuestos se presentan en la Fig 2. En los paneles a, b y c se presentan los resultados medidos para los compuestos cargados con aluminio, cobre y cuarzo, respectivamente. En la mayoría de los casos y dado que las muestras no tenían dimensiones laterales iguales, las mismas se midieron utilizando dos disposiciones diferentes. De este modo, fue posible obtener dos mediciones independientes de la misma muestra. En cada uno de estos modos de medición, el factor T de la ec.(1) resultó ser diferente; sin embargo, los resultados obtenidos coincidieron, dentro del error experimental.

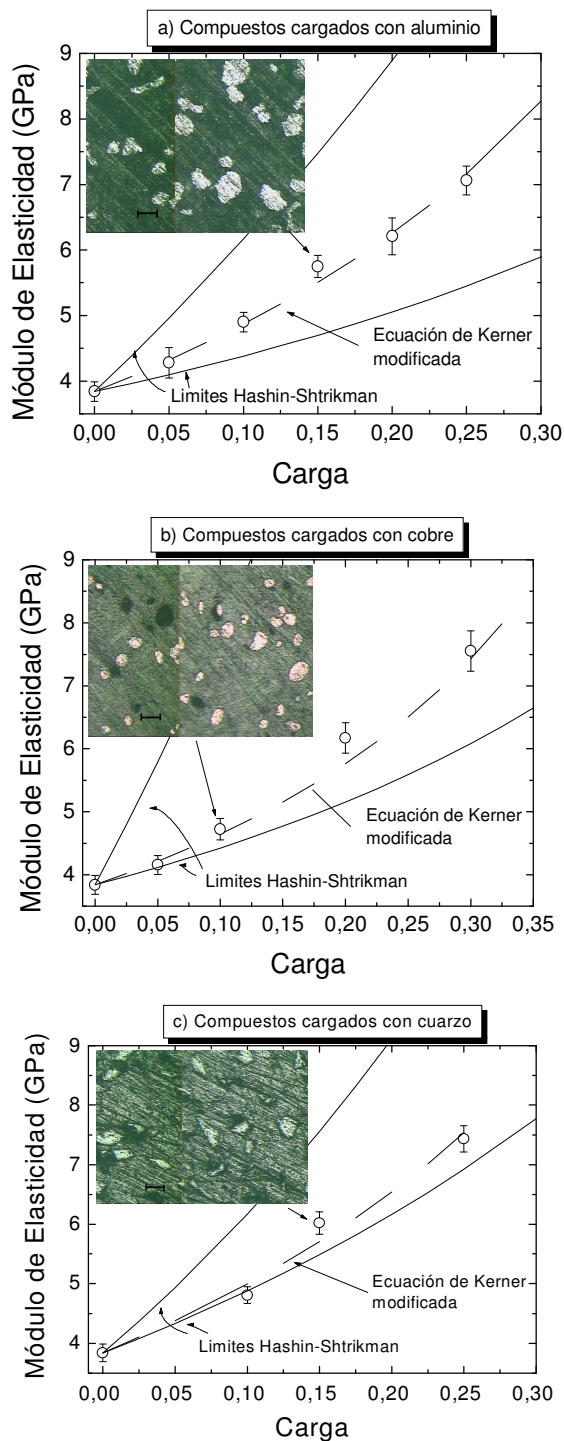


Figura 2. Valores del módulo de elasticidad E en función del contenido en volumen de las partículas con que se cargó la matriz epoxy: partículas de aluminio (panel a), de cobre (panel b) y de cuarzo (panel c). Las líneas representan la evolución de E cuyos valores fueron calculados utilizando modelos teóricos (ver texto). Se muestran, también, micrografías ópticas (escala: $100 \mu\text{m}$) típicas de los distintos compuestos.

Del análisis de la Fig. 2, se puede observar que, en todos los casos, el módulo de elasticidad crece con el aumento del porcentaje de carga (ϕ). El valor medido para el epoxy puro fue $E = 3.84 \pm 0.15$ Gpa. A partir de la aplicación del modelo de Hashin-Shtrikman, el cual

permite calcular el valor de E en función de ϕ suponiendo que los compuestos están cargados con partículas esféricas⁽⁸⁾, se obtuvieron los valores límite, superior e inferior, para dicho parámetro. Los mismos se representaron con línea llena en los tres paneles de la Fig. 2. Cabe destacar que para compuestos cargados con partículas de aluminio, los resultados experimentales se encuentran dentro de los valores límite. Por su parte, en compuestos cargados con partículas de cuarzo se observa que los resultados experimentales se encuentran próximos al límite inferior predicho por el modelo citado. En el caso del compuesto cargado con partículas de cobre, los resultados obtenidos también se encuentran dentro de los límites calculados usando el modelo de Hashin-Shtrikman, con una tendencia hacia el límite inferior no tan marcada como en el análisis del compuesto con carga de cuarzo.

Por otra parte, las líneas de trazo de la Fig. 2 son el resultado de un ajuste efectuado utilizando un modelo de la literatura, el cual también permite describir la variación del módulo de elasticidad con la carga en compuestos. En este caso, se utilizó la ecuación de Kerner generalizada por Lewis y Nielsen⁽¹³⁾, que se describe a continuación:

$$\frac{E_c}{E_M} = \frac{1 + AB\phi}{1 - B\psi\phi}, \quad (2)$$

donde:

$$B = \frac{E_F/E_M - 1}{E_F/E_M + A} \quad (3)$$

$$\psi = 1 + \frac{1 - \phi_m}{\phi_m^2} \phi \quad (4)$$

en esta ecuación, A es una constante que toma en cuenta la geometría de la partícula y el módulo de Poisson de la matriz, ϕ_m es la fracción de empaquetamiento máximo de la carga, y E_c , E_M y E_F son los módulos de elasticidad del compuesto, de la matriz y de la carga, respectivamente.

De la bibliografía se obtuvo el valor del parámetro $\phi_m = 0.637$ ^(13,14). El parámetro A se obtuvo del mejor ajuste a los resultados experimentales usando la ec.(2). Los valores obtenidos fueron 1.72, 1.02 y 2.14 para carga de aluminio, cobre y cuarzo, respectivamente. Los valores del parámetro A reportados muestran cierta variación, lo cual es esperable ya que dicho parámetro depende de la geometría de las partículas usadas como carga y, también, se ha encontrado una dependencia del grado de dispersión de las partículas en la matriz, especialmente cuando los porcentajes de carga son altos⁽¹⁴⁻¹⁶⁾. Se estima $A = 1.17$ usando un modelo de la bibliografía considerando partículas esféricas^(13,14) y tomando un valor del módulo de Poisson de 0.35 reportado para una matriz epoxy⁽⁷⁾. Sin embargo, es posible obtener valores mayores del parámetro A si se considera que las partículas pueden aglutinarse^(13,14). Se puede observar en las micrografías ópticas presentadas en la Fig. 2, que la distribución de las partículas en la matriz no es totalmente homogénea. Además, se puede

ver que las partículas de cobre presentan una geometría más cercana a la esférica. No se observa lo mismo en el caso de las partículas de cuarzo, mientras que los compuestos cargados con aluminio exhiben una situación intermedia. Del análisis de la microestructura de los compuestos podría inferirse que de los distintos valores de A obtenidos de los ajustes de los datos experimentales, para los diferentes compuestos, el correspondiente a la resina cargada con cobre es el que muestra un mejor acuerdo con el valor estimado mediante cálculos (1.17); este acuerdo podría atribuirse a la cuasi-esfericidad de las partículas de cobre.

De todos modos, cabe resaltar que los resultados que aquí se presentan de los valores de los parámetros de los modelos, obtenidos por ajuste de los datos experimentales, muestran un razonable acuerdo con los calculados teóricamente, brindando la oportunidad de efectuar análisis más detallados acerca de la influencia de las partículas sobre la microestructura de la matriz polimérica. Trabajos en curso seguramente permitirán profundizar el estudio presentado en este trabajo.

IV. CONCLUSIONES

Se diseñó y construyó un dispositivo adecuado para la determinación del módulo de elasticidad E de compuestos particulados de matriz epoxy utilizando la técnica de excitación por impulso. En una primera etapa, se evaluó la *performance* de dicho dispositivo midiendo muestras de Cu puro. Los resultados obtenidos muestran un buen acuerdo con los reportados en la bibliografía utilizando otras técnicas. A partir de estos resultados, en una segunda etapa se obtienen valores de E para el polímero blanco y para distintos compuestos cargados con partículas de aluminio, cobre y cuarzo, usando como parámetro el contenido de partículas en el compuesto. Los resultados experimentales se encuentran dentro de los límites que predice el modelo de Hashin-Shtrikman. Se encuentra que es posible ajustar con mayor precisión los datos obtenidos si se utiliza la ecuación de Kerner generalizada por Lewis y Nielsen.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo fue financiado por Agencia Nacional de Promoción Científica y Tecnológica. (PICT N° 12-14376 y PID N° 0435), Comisión de Investigaciones Científicas de la

Provincia de Buenos Aires y Secretaría de Ciencia y Técnica (UNCentro), Argentina.

Referencias

- 1 – Roebben, G., Bollen B., Brebels, A., Van Humbeeck, J., Van der Biest, O., Rev. Sci. Instrum., **68**, 4511-4515 (1997).
- 2 – Heritage, K., Frisby C., Wolfenden A., Rev. Sci. Instrum., **59**, 973-974 (1988).
- 3 – Zhang, J., Nyilas A., Obst, B., Cryogenics, **31**, 884-889 (1991).
- 4 – Tilbrook, M.T., Moon R.J., Hoffman M., Mater. Sci. and Eng. A, **393**, 170-178 (2005).
- 5 – Roebben, G., Ren-Guan Duan, Sciti, D., Van der Biest, O. J. of the European Ceramic Society, **22**, 2501-2509 (2002).
- 6 – Weiler, B., Grosse, C. U., “Elastic constants- Their dynamic measurement and calculation”, <http://www.grindosonic.com>
- 7 – Marzocca A., Somoza, A., Goyanes, S.N., Salgueiro, W., Konig, P., Polymer Int., **51**, 1277-1284 (2002).
- 8 – Goyanes, S., Rubiolo, G., Marzocca A., Salgueiro, W., Somoza, A., Consolati, G., Mondragon, I., Polymer, **44**, 3193-3199 (2003).
- 9 – Tognana, S., Salgueiro, W., Macchi, C., Somoza, A., Anales AFA, Vol **15**, 268-271 (2004).
- 10 – Tognana, S., Salgueiro, W., Somoza, A., Anales COMAT 2005, 139-140 (2005).
- 11 – Kadobnova N.V., Bratkovskii A.M., “The mechanical properties of materials”, en “Handbook of Physical Quantities”, Eds. Grigoriev I.S., Meilikhov E. Z., CRC Press, USA (1997).
- 12 – García Peyrano, O., Ghilarducci, A., Cismondi, L., Damián, H., Torres, E., Jornadas SAM/CONAMET/Simposio MATERIA 2003, 683-686 (2003).
- 13 – Nielsen, L. E., Landel R. F., “Mechanical properties of polymers and composites”, Marcel Dekker Inc, New York (1994).
- 14 – Yan, W., Lin, R.J.T., Bhattacharyya, D, Comp. Sci. Tech., **66**, 2080-2088 (2006).
- 15 – Wu, G., Lin, J., Zheng, Q., Zhang, M., Polymer, **47**, 2442-2447 (2006).
- 16 – Tavman, I.H., Powder Tech., **91**, 63-67 (1997).