



Revista Internacional de Investigación e Innovación Tecnológica

Página principal: www.riit.com.mx

Monitoreo de deformación y detección de daño en un compuesto de fibra de vidrio/epoxi empleando nanotubos de carbono

Strain monitoring and damage detection in glass fiber/epoxy composite using carbon nanotubes

Rodríguez-González, J. A.,* Rubio-González, C., Hernández Santos, M.

Centro de Ingeniería y Desarrollo Industrial, Av. Pie de la Cuesta #702, Col. Desarrollo San Pablo, C.P. 76125,
Querétaro, Qro., México.

*E-mail: rodriguezgonzalezjulio@gmail.com

Innovación tecnológica: Desarrollo de un material con capacidades de monitoreo de deformación y daño en sí mismo.

Área de aplicación industrial: Industria aeronáutica y aeroespacial.

Recibido: 17 Mayo 2018.

Aceptado: 26 Junio 2018.

Abstract

In this work, we investigate the piezoresistive response of a multiscale composite material to self-sense and detect their strain and internal damage under flexural loading. To this aim, a laminated glass of fiber/epoxy was manufactured with multiwall carbon nanotubes (MWCNTs) as electrical nanoparticles to obtain a multi-scale composite laminate with piezoresistive properties. The deposition of MWCNTs onto glass fiber was made by spray coating technique and the manufacture of the laminate by vacuum assisted resin infusion. After manufacturing, beam-type specimens were cut from the laminate and prepared for three-point bending tests and electrical resistance measurements. The piezoresistive curves showed a global (linear and non-linear) behavior in both tensile and compressive surfaces, being positive for tensile side and negative for compression side of the specimen. The results also revealed that electrical resistance change follows the mechanical deformation applied to the sample, which is disrupted when material failure occurs. In the cyclic tests, it was observed that the electrical resistance follows the loading and unloading flexural cycles for the different levels and incremental loading cycles. Thus, the results obtained in this investigation confirm that the composite laminate made of glass fiber/MWCNT/epoxy is able to self-sense and detect its strain and damage under flexural loading through electrical resistance change.

Key words: Carbon nanotubes, glass fiber/epoxy composite, flexural loading, piezoresistivity.

Resumen

El presente trabajo tiene como objetivo principal estudiar la piezorresistividad de un material compuesto multiescala para monitorear y detectar en sí mismo su deformación y daño ante carga a flexión. Para ello, se fabricó un laminado de fibra de vidrio/epoxi adicionando nanotubos de carbono (NTC) como nanopartículas para la obtención de un compuesto multiescala con propiedades piezorresistivas. El depósito de NTC en las fibras de vidrio se realizó mediante la técnica de recubrimiento por aspersión y la fabricación del laminado por infusión de resina asistida por vacío. Luego de la fabricación, especímenes tipo viga fueron cortados del laminado y preparados para ensayos a flexión en tres puntos y mediciones de resistencia eléctrica. Las curvas piezorresistivas mostraron un comportamiento global lineal y no-lineal ante la aplicación de deformación tanto en la superficie sometida a tensión como a compresión, siendo el cambio de resistencia eléctrica positivo para el caso de tensión y negativo para el caso de compresión. Los resultados también revelaron que el cambio de resistencia eléctrica ocurre en todo momento cuando el material es deformado, produciéndose un cambio significativo de la resistencia eléctrica cuando se presenta el fallo del material. En los ensayos cíclicos se observó que la resistencia eléctrica sigue la forma de los ciclos de carga y descarga a flexión para los diferentes niveles y ciclos incrementales de carga. Así, los resultados obtenidos en esta investigación confirman que el material fabricado de fibra de vidrio/NTC/epoxi es capaz de auto-monitorear y detectar su deformación y daño a través del cambio de las redes eléctricas creadas por los NTC ante carga a flexión.

Palabras clave: Carga a flexión, fibra de vidrio/epoxi, nanotubos de carbono, piezorresistividad.

1. Introducción

El uso combinado de materiales a diferentes escalas ha permitido la obtención de una clase importante de materiales conocidos como polímeros reforzados con fibras (PRFs). Estos materiales se caracterizan por tener excelentes propiedades mecánicas específicas, de las cuales destacan su elevada resistencia y rigidez a bajo peso [1]. Estas características han incentivado el uso de los PRFs en una gran variedad de aplicaciones industriales como la aeroespacial, aeronáutica, automotriz, energía, entre otras [1]. Recientemente, los avances en la nano-tecnología han demostrado que el uso de materiales en escala nanométrica pueden ser usados para mejorar las propiedades de los PRFs. Ejemplo de ello son los nanotubos de carbono (NTC), los cuales poseen excelentes propiedades mecánicas, eléctricas y térmicas así como también elevada razón de aspecto y área superficial [2]. Los NTC pueden ser usados como refuerzo multifuncional en PRFs tanto para mejorar sus propiedades mecánicas como sus propiedades eléctricas y sensoriales [3]. Una manera versátil y efectiva de incorporar NTC en PRFs puede ser logrado utilizando la técnica de recubrimiento por aspersión, la cual tiene la ventaja de poder ser escalado a nivel industrial. Recientes estudios reportados por nuestro grupo de trabajo confirman que la técnica de recubrimiento por aspersión es una estrategia efectiva para incorporar NTC en laminados compuestos basados en pre-impregnados y mejorar sus propiedades mecánicas interlaminares [4].

Una de las propiedades de reciente estudio en los PRFs modificados con NTC es la piezorresistividad. La piezorresistividad puede ser definida como el cambio producido en la resistencia eléctrica de un material cuando éste es mecánicamente deformado. Aunque las propiedades piezorresistivas de compuestos laminados modificados con NTC han sido reportadas en la literatura [5, 6], muy pocos trabajos han sido publicados sobre la respuesta

piezorresistiva de PRFs con NTC ante carga a flexión, siendo ésta un tipo de carga más común en las estructuras comparado con cargas de tensión o compresión en condiciones puras. Por ejemplo, Pinto y colaboradores desarrollaron un sensor hecho de una película polimérica de NTC con la capacidad de auto-monitorear y detectar daño en PRFs ante carga a flexión monotónica y cíclica [7]. Por otro lado, Alexopoulos y colaboradores embebieron fibras con NTC en PRFs con el fin de monitorear su daño [8]. Estos autores encontraron que el daño en los PRFs puede ser detectado y monitoreado debido al cambio de resistencia eléctrica de las fibras embebidas ante cargas a tensión y flexión. Muy recientemente, Aly y colaboradores estudiaron el uso de películas poliméricas con NTC embebidas dentro de PRFs para monitorear su deformación y daño ante carga a flexión dinámica y monotónica [9]. Sin embargo, trabajos sobre el uso de la técnica de recubrimiento por aspersión para la fabricación de materiales compuestos multiescala y el estudio de sus capacidades piezorresistivas ante carga a flexión aún no han sido reportados.

Por lo tanto, este trabajo investiga la respuesta piezorresistiva de un material compuesto multiescala ante carga a flexión monotónica y cíclica. Para tal fin, capas de fibras de vidrio fueron rociadas con NTC de paredes múltiples y luego inyectadas con resina epoxi mediante la técnica de infusión de resina asistida por vacío. Luego, especímenes en geometría de viga fueron electromecánicamente caracterizadas mediante ensayos de flexión en tres puntos y mediciones de resistencia eléctrica.

2. Materiales y métodos

2.1 Materiales

Para este estudio se emplearon nanotubos de carbono (NTC) de paredes múltiples. Los NTC

fueron comprados de la compañía Sun Nanotech (China). De acuerdo al proveedor, los NTC cuentan con un diámetro exterior promedio, longitud y pureza de 10-35 nm, 1-10 μm y $>90\%$, respectivamente. El material utilizado como matriz fue una resina epóxica (Epolam 5015). El material de refuerzo fue fibra de vidrio unidireccional con un peso específico de 2.59 g/cm^3 . Tanto la fibra como la resina epoxi fueron comprados en Axon (EUA). Para la técnica de recubrimiento por aspersión se utilizó etanol y para el pegado de los electrodos a las muestras se usó pintura de plata de la marca Ted Pella (EUA).

2.2 Fabricación de laminados multiescala

El compuesto laminado multiescala fue manufacturado usando el proceso de infusión de resina asistida por vacío, ver Figura 1. Antes de la infusión de la resina, las capas de fibra de vidrio fueron recubiertas con 0.5% en peso de NTC usando la técnica de recubrimiento por aspersión. Como primer paso, los NTC fueron pesados en una balanza analítica y luego mezclados en etanol.

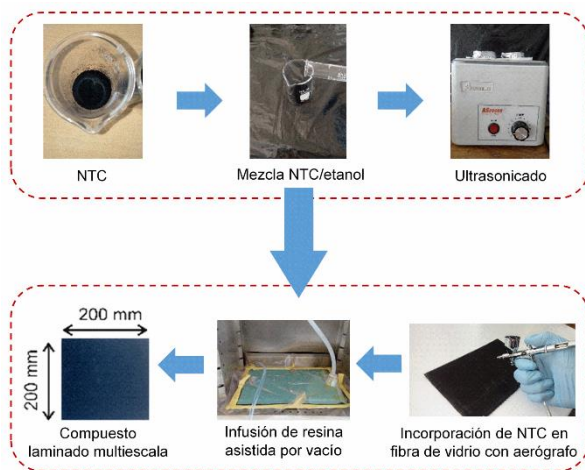


Figura 1. Proceso de manufactura de laminados multiescala.

Posteriormente, la mezcla NTC/etanol fue ultrasonificada durante 90 min. Después de ello, la mezcla fue rociada en ambos lados de la

capa de fibra de vidrio y luego secada a temperatura ambiente por 24 h. La resina epoxi fue preparada mezclándola con el endurecedor a una razón en peso de 100:30. Luego de realizar la inyección de la resina, el laminado fue curado a temperatura ambiente ($24\text{ }^{\circ}\text{C}$) manteniendo una presión de vacío constante durante 24 h. El laminado curado fue cortado en especímenes de prueba usando corte por chorro de agua. Los especímenes para prueba de flexión fueron preparados de acuerdo a la norma ASTM D7264 [10]. Las dimensiones del espécimen de prueba a flexión en tres puntos fueron una longitud de 85 mm por 13 mm de ancho y 3.5 mm de espesor, como se muestra en la Figura 2.

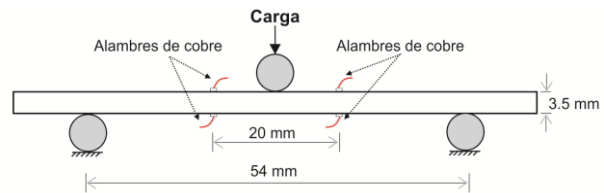


Figura 2. Esquema del espécimen de prueba a flexión.

Para las mediciones de resistencia eléctrica, dos pares de alambres de cobre fueron adheridos en las superficies superior e inferior del espécimen usando pintura de plata eléctricamente conductora, ver Figura 2.

2.3 Ensayo electromecánico

Las pruebas electromecánicas se llevaron a cabo ensayando especímenes tipo viga a flexión en tres puntos y registrando mediciones de resistencia eléctrica simultáneamente, como se muestra en la Figura 3. El ensayo mecánico fue realizado en una máquina de pruebas mecánicas Instron (8872). La longitud entre apoyos fue de 54 mm y al menos tres especímenes fueron ensayados. El espécimen fue colocado en la fijación de prueba y luego se aplicó carga a una velocidad de desplazamiento de cabezal de un 1 mm/min .

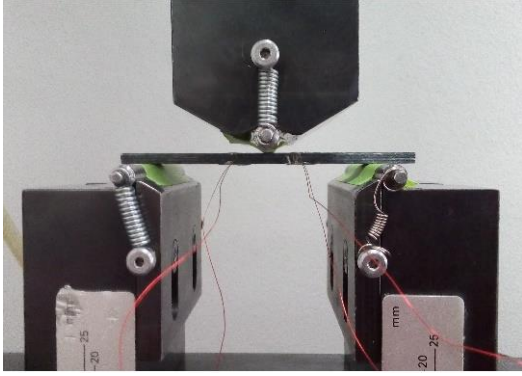


Figura 3. Fotografía del ensayo electromecánico.

Los valores de resistencia eléctrica fueron medidos en la superficie sometida a tensión (lado inferior) y en la superficie sometida a compresión (lado superior) de la viga usando un multímetro digital (Agilent 34401A). La medición simultánea de la resistencia eléctrica en los dos lados de la viga se obtuvo a través de un dispositivo multiplexor conectado al multímetro digital. Los valores de deformación a flexión fueron calculados por la siguiente ecuación [10].

$$\varepsilon = \frac{6\delta h}{L^2} \quad (\text{Ec. 1})$$

Donde δ es la deflexión (obtenida del desplazamiento del cabezal de la máquina) en el centro de la viga, h es el espesor y L es la longitud entre apoyos del espécimen.

3. Resultados y discusión

3.1 Depósito de NTC en las fibras de vidrio

La Figura 4 muestra fotografías e imágenes tomadas en un microscopio electrónico de barrido (MEB) en capas de fibras de vidrio antes (Figura 4a) y después (Figura 4b) de llevar a cabo el depósito de NTC por aspersión. En la Figura 4a se puede observar la capa de fibra de vidrio sin NTC, la cual tiene un aspecto claro. En contraste, la capa de fibra de vidrio con NTC revela un aspecto oscuro

debido a la presencia de los NTC. Comparando las imágenes MEB de la fibra de vidrio con y sin NTC tomadas a una magnificación de 2500x se puede observar una superficie relativamente lisa en la fibra sin NTC, mientras que en el caso de la fibra con NTC se puede observar una distribución de los NTC relativamente homogénea con la presencia de aglomeraciones en ciertas regiones de la superficie de las fibras. De acuerdo a estas observaciones se puede decir que el recubrimiento por aspersión es una técnica efectiva y versátil para la incorporación de NTC sobre fibras de vidrio, la cual tiene la ventaja de ser escalado a nivel industrial.

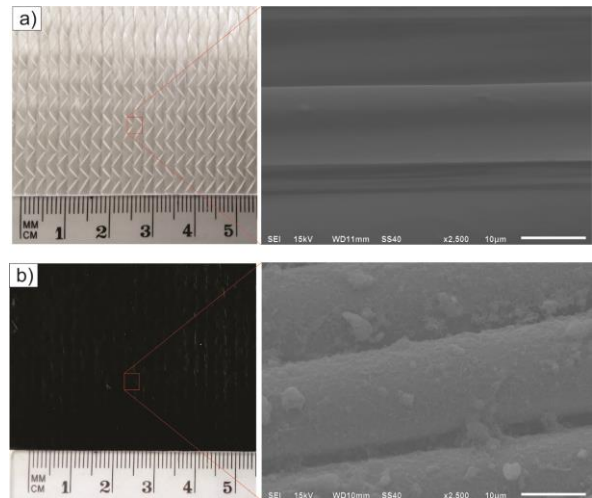


Figura 4. Fotografía e imagen MEB de capas de fibras de vidrio. a) Sin NTC, b) con NTC.

3.2 Monitoreo y detección de movimiento

Con el fin de demostrar la capacidad piezorresistiva de las fibras de vidrio con NTC antes de la manufactura del laminado, una tira cortada de la capa de fibras de vidrio previamente rociada con NTC fue adherida sobre la superficie del dedo índice de una mano cubierta con un guante de nitrilo como se muestra en la Figura 5. La Figura 5a muestra la tira adherida en la parte superior del dedo índice de la mano para inducir un movimiento a flexión en el cual la superficie es sometida a tensión y la Figura 5b muestra la tira adherida

a la parte inferior del dedo de la mano para inducir un movimiento a flexión en el cual la superficie es sometida a compresión. Los resultados de la prueba se presentan en la Figura 6. En esta figura se muestra el comportamiento de la resistencia eléctrica normalizada en función del tiempo registrada para 5 ciclos de flexión en cada condición.

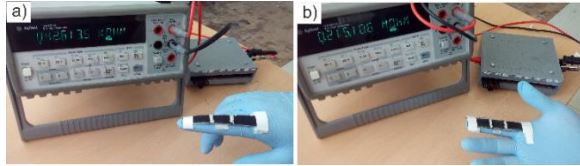


Figura 5. Fotografías mostrando el sensor piezorresistivo adherido a un guante de nitrilo para el registro de señal eléctrica inducido por el movimiento del dedo índice.

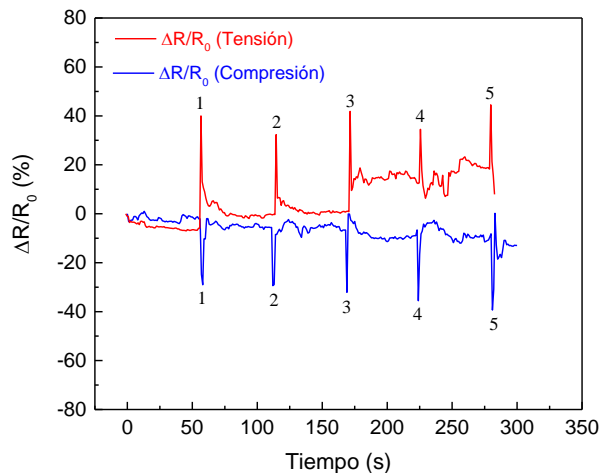


Figura 6. Respuesta de la resistencia eléctrica en función del tiempo generada por el estímulo de flexión de un dedo.

Cuando el dedo índice de la mano es flexionado, $\Delta R/R_0$ aumenta para el lado de tensión y disminuye para el lado de compresión, debido al cambio que se produce en las redes eléctricas de los NTC formadas sobre las superficies de las fibras. Éste cambio puede atribuirse al mecanismo de resistencia por contacto entre las redes eléctricas formadas por los nanotubos de carbono. Si $\Delta R/R_0$ es positivo significa que las redes eléctricas se

separan y si $\Delta R/R_0$ es negativo significa que las redes se juntan, confirmando la habilidad de detectar el movimiento del dedo de la mano por medio de la señal eléctrica del material.

3.3 Respuesta piezorresistiva ante carga a flexión monotónica

En la Figura 7 se presenta los resultados de esfuerzo (eje vertical izquierdo) contra deformación de un espécimen tipo viga ensayado ante carga a flexión y el cambio de resistencia eléctrica (eje vertical derecho) medido en la superficie sometida a tensión (Figura 7a) y compresión (Figura 7b) de la viga.

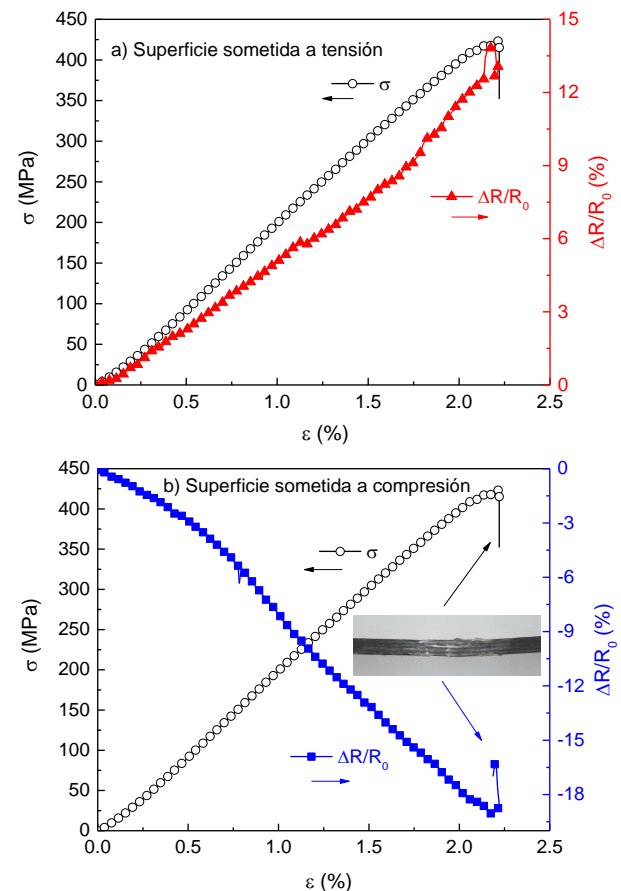


Figura 7. Respuesta piezorresistiva de un espécimen ante carga a flexión. a) Lado a tensión, b) lado a compresión.

El esfuerzo presenta una relación lineal con la deformación hasta alcanzar un valor crítico donde cae instantáneamente debido a la falla del espécimen. En cambio, $\Delta R/R_0$ tanto para lado de tensión como el de compresión presenta un comportamiento global (lineal y no-lineal) en el cual ΔR va incrementando positiva y negativamente en función de la deformación del material, ver Figura 7a y b. Asimismo, se puede observar que la resistencia eléctrica del material aumenta a medida que el material se deforma evidenciando el comportamiento piezorresistivo del compuesto. Para deformaciones pequeñas ($\varepsilon < 1\%$), $\Delta R/R_0$ incrementa de manera lineal a medida que ε incrementa. Para deformaciones mayores a 1% , $\Delta R/R_0$ muestra un comportamiento no lineal debido muy probablemente al inicio de daño producido en la matriz y las fibras del compuesto. Finalmente, se observa que al momento de la falla del espécimen ($\sigma = 425$ MPa, $\varepsilon = 2.25\%$) el cambio de la resistencia eléctrica es considerable debido a la interrupción en las redes eléctricas formadas por la presencia de los NTC en el compuesto, indicando la falla final del compuesto como se muestra en la fotografía adjunta de la Figura 7b. Esto concuerda con resultados experimentales de Pinto y colaboradores [7], quienes investigaron las capacidades de monitoreo de deformación en compuestos de fibra de vidrio/epoxi sometidos a carga de flexión empleando una película polimérica con NTC.

3.4 Respuesta piezorresistiva ante carga a flexión cíclica

La Figura 8 presenta los resultados del ensayo electromecánico de un espécimen ante ciclos incrementales a flexión tanto en la superficie sometida a tensión (Figura 8a) como la sometida a compresión (Figura 8b). El nivel de carga (300 N) en los ciclos 1 y 2 está por debajo de la región donde se producen micro-grietas en la matriz, y se puede observar como

$\Delta R/R_0$ sigue la forma de la carga aplicada. Un comportamiento similar es observado en los ciclos 4 y 5 correspondientes a nivel de carga de 600 N. Sin embargo, en los ciclos 6 y 7 donde el nivel de carga es de 900 N, se observa claramente como los valores del cambio de resistencia eléctrica no retornan al valor inicial, lo cual implica la presencia de daño en el material debido muy probablemente al inicio de micro-grietas en la matriz y delaminación. Resultados similares fueron observados por Gao y colaboradores [11] en compuestos fabricados de fibra de vidrio/resina viniléster con NTC sometidos a cargas de tensión cíclicas incrementales.

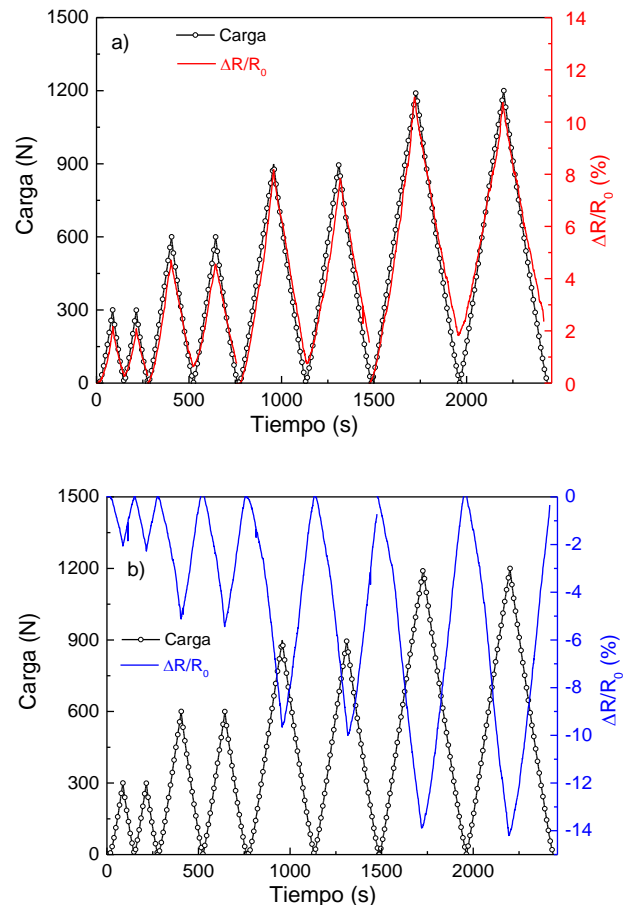


Figura 8. Respuesta piezorresistiva de un espécimen ante ciclos incrementales de carga a flexión. a) Superficie sometida a tensión, b) superficie sometida a compresión.

Para el caso de los ciclos 7 y 8, se puede notar aún más el efecto anterior. Lo cual es esperado ya que a este nivel de carga (1200 N), la falla del material se encuentra muy cercana a este valor de carga. La respuesta piezorresistiva de la superficie sometida a compresión presenta un comportamiento ligeramente distinto al de tensión, los ciclos 1-5 siguen la forma de la carga, pero los ciclos 6 y 8 no retornan al valor inicial, lo cual implica que el material ha sufrido daño por la formación de grietas internas.

4. Conclusiones

En el presente trabajo, nanotubos de carbono (NTC) fueron depositados sobre las superficies de las fibras de vidrio con el objetivo de formar redes eléctricas en los materiales compuestos laminados y así evaluar sus capacidades piezorresistivas ante carga a flexión. Los resultados confirman que la técnica de recubrimiento por aspersión es un método simple y versátil para depositar NTC sobre la superficie de las fibras de vidrio. Asimismo, se demostró que los NTC incorporados en las fibras forman redes eléctricamente conductoras capaces de proveer propiedades piezorresistivas a los materiales compuestos laminados de fibra de vidrio/epoxi. Los resultados del ensayo electromecánico de los especímenes tipo viga ante carga monotónica a flexión mostraron que la respuesta de la resistencia eléctrica de material es lineal a deformaciones menores a 1 % y no lineal a deformaciones mayores a este valor. En los ensayos cíclicos se mostró que la resistencia eléctrica sigue la forma de los ciclos de carga y descarga a flexión para los diferentes niveles y ciclos incrementales de carga. Así, desde un contexto piezorresistivo, podemos concluir entonces que el material compuesto multiescala de fibra de vidrio/NTC/epoxi puede ser usado por ejemplo en aplicaciones estructurales con la ventaja de

proveer en tiempo real información sobre su integridad estructural.

Agradecimientos

Los autores agradecen al M.C. Antonio Banderas por su apoyo técnico en el análisis de microscopía electrónica de barrido así como también al Ing. Gustavo Cruz Briseño y al Ing. Daniel Contreras Arredondo por su ayuda técnica en las mediciones de resistencia eléctrica. El primer autor agradece al CONACYT por el apoyo económico otorgado a través de la beca de doctorado.

Referencias bibliográficas

- [1] Liganiso L. y Anandjiwala R. Fibre-reinforced laminates in aerospace engineering. In: Rana S., Figueiro R., (eds.) *Advanced composite materials for aerospace engineering*. Amsterdam: Elsevier, 2016, pp. 101-127.
- [2] Ma P.-C. y Kim J.-K. *Carbon nanotubes for polymer reinforcement*. Boca Raton: Taylor & Francis, 2011.
- [3] Zhang H., Bilotti E. y Peijs T. The use of carbon nanotubes for damage sensing and structural health monitoring in laminated composites: a review. *Nanocomposites* 2015; 1(4): 167-184.
- [4] Rodríguez-González J.A., Rubio-González C., Jiménez-Mora M., Ramos-Galicia L. y Velasco-Santos C. Influence of the hybrid combination of multiwalled carbon nanotubes and graphene oxide on interlaminar mechanical properties of carbon fiber/epoxy laminates. *Applied Composite Materials* 2017. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10443-017-9656-y>.
- [5] Hao B. y Ma P. Carbon nanotubes for defect monitoring in fiber-reinforced

- polymer composites. In: Peng, H., Li, Q., Chen, T. (eds.) *Industrial applications of carbon nanotubes*. Amsterdam: Elsevier, 2017, pp. 71-99.
- [6] Doshi S. y Thostenson E. Self-sensing carbon nanotube composites: processing and characterization. In: K. Friedrich, U. Breuer (eds.) *Multifunctionality of polymer composites*. Amsterdam: William Andrew, 2015, pp. 752-784.
- [7] Pinto B., Kern S., Ku-Herrera J.J., Yasui J., La Saponara V. y Loh K. A comparative study of a self strain-monitoring carbon nanotube film and carbon fibers under flexural loading by electrical resistance changes. *Journal of Physics: Conference Series* 2015; 1(628): 012098-012104.
- [8] Alexopoulos N., Bartholome C., Poulin P. y Marioli-Riga Z. Structural health monitoring of glass fiber reinforced composites using embedded carbon nanotube (CNT) fibers. *Composites Science and Technology* 2010; 70(2): 260-271.
- [9] Aly K., Li A. y Bradford P. In-situ monitoring of woven glass fiber reinforced composites under flexural loading through embedded aligned carbon nanotube sheets. *Journal of Composite Materials* 2018; 1: 1-12.
- [10] ASTM D7264. *Standard test method for flexural properties of polymer matrix composite materials*. West Conshohocken (PA): ASTM International, 2006.
- [11] Gao L., Chou T.W., Thostenson E.T., Zhang Z. A comparative study of damage sensing in fiber composites using uniformly and non-uniformly dispersed carbon nanotubes. *Carbon* 2010; 48:3788-3794.