

FBGs para la monitorización del curado de materiales compuestos de fibra de carbono

David Barrera⁽¹⁾, Inma Roig⁽²⁾, Salvador Sales⁽¹⁾, Rudolf Emmerich⁽³⁾

dabarvi@iteam.upv.es, iroig@aimplas.es, ssales@dcom.upv.es, rudolf.emmerich@ict.fraunhofer.de

⁽¹⁾ Grupo de Comunicaciones Ópticas y Cuánticas, Instituto de Telecomunicaciones y Aplicaciones Multimedia, ITEAM, Universitat Politècnica de València, Camino de Vera s/n, 46022, Valencia, España.

⁽²⁾ Departamento de Composites, Instituto Tecnológico del Plástico, AIMPLAS, Gustave Eiffel, 4, 46980, Paterna, España.

⁽³⁾ Department of Polymer Engineering/Microwave and Plasma, Fraunhofer ICT, Joseph-von-Fraunhofer Str., 7, D-76327 Pfinztal, Alemania.

Abstract- Carbon-fibre reinforced polymer materials (CFRP) require strict conditions to obtain a reproducible polymerization process. The use of microwave radiation for curing CFRP materials can solve the non-homogeneous heating problems when using conventional techniques based on the use of catalysts and can reduce the processing times. Optical fiber sensors have well-known advantages for Fiber Reinforced Composites (FRC) monitoring and among them fiber Bragg gratings (FBGs) have an outstanding position due to their inherent advantages. In this paper FBG are used for online monitoring of the residual stress and distortions produced during the microwave curing process of CFRP materials. The microwave processing is compared with the conventional processing technique.

I. INTRODUCCIÓN

Son conocidas las ventajas que aportan los sensores de fibra óptica para la monitorización estructural. Entre estas ventajas destacan: la inmunidad a las interferencias electromagnéticas, la baja atenuación, el nulo riesgo de ignición y la resistencia a condiciones ambientales adversas [1-2]. Además, el pequeño tamaño y el bajo peso de los sensores los hacen ideales para ser embebidos en distintos materiales. Estas ventajas han provocado que en la última década los sensores ópticos hayan sido usados con éxito para la monitorización del comportamiento de materiales compuestos para su uso en multitud de ámbitos de aplicación como el sector aeroespacial, la generación de energía o la monitorización estructural [3-4]. Las redes de difracción de Bragg (FBGs) destacan respecto a otras tecnologías de sensores ópticos por su habilidad de multiplexación, la medida de la luz reflejada y la relativa sencillez de monitorización mediante el seguimiento del desplazamiento de la longitud de onda.

Con el fin de obtener una polimerización reproducible, los materiales compuestos deben ser curados bajo condiciones muy estrictas. Actualmente las resinas termoestables pueden ser curadas mediante calor, radiación ultravioleta y haz de electrones [4-6]. Durante el curado de materiales compuestos mediante técnicas convencionales la energía es transferida al material desde la superficie. Esto puede provocar un calentamiento no homogéneo que puede conllevar la aparición de tensiones en el interior de los materiales compuestos. El uso de la radiación microondas representa una nueva tecnología de curado para resinas termoestables. Esta técnica de curado pertenece a los procesos de curado electromagnéticos y presenta importantes

beneficios, entre los que destacan el calentamiento volumétrico y la separación entre las fases de llenado/impregnación y curado.

Durante el curado por radiación de microondas, la energía del campo electromagnético se transfiere directamente al material compuesto. En comparación con los sistemas térmicos convencionales, el principal mecanismo de la absorción de microondas en un polímero es la reorientación de los dipolos sometidos a un campo eléctrico, la energía es disipada como calor debido al movimiento del dipolo. La energía se transmite volumétricamente, de forma que los gradientes de temperatura se reducen, y es posible un curado interno – externo [7-11].

Se ha realizado un estudio utilizando una combinación de sensores ópticos basados en FBGs para la monitorización de la temperatura superficial y de sensores de deformación embebidos en el interior de los materiales compuestos para realizar un estudio continuo de las deformaciones en el interior de materiales compuestos producidas durante el curado con el objetivo de comparar las técnicas de curado convencional y curado por radiación de microondas.

II. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

No todos los polímeros son apropiados para el curado por radiación de microondas, solamente aquellos que forman grupos con fuertes dipolos. En general, las resinas termoestables son materiales polares que pueden absorber la radiación de microondas. Esta absorción dependerá de las características dieléctricas de los materiales utilizados. Además otros parámetros influyen significativamente en la cantidad de energía transferida al material: la potencia irradiada; el tiempo de exposición; el modo de operación, radiación continua o pulsada; la geometría de la antena utilizada; la frecuencia; el tamaño y la geometría de la muestra irradiada. Por otra parte, los materiales compuestos reforzados con fibras de carbono (CFRP) producen un efecto pantalla que refleja gran parte de la radiación de microondas, impidiendo el rápido calentamiento y limitando en gran medida la eficiencia energética. Sin embargo, el campo magnético de la radiación de microondas puede penetrar profundamente a través de estos materiales para transferir la energía y calentar los materiales, todo ello sin necesidad de contacto físico e independientemente de la conductividad térmica. Por este motivo se ha empleado una antena de microondas especialmente diseñada para radiar en campo

cercano, usando el campo magnético para solventar el efecto de apantallamiento [8].

Las muestras de CFRP utilizadas durante este estudio están compuestas por un total de 21 láminas preimpregnadas unidireccionales de fibra de carbono y resina epoxi, con un porcentaje en peso de resina del 34 %. Todas las muestras se preparan sobre un molde plano y de forma idéntica tanto para las muestras sometidas a un curado convencional como para las muestras sometidas a un curado por radiación de microondas.

Las FBGs son inscritas en el núcleo de la fibra óptica utilizando la técnica de máscara de fase y un láser de iones de argón de radiación continua autodoblado en frecuencia con una longitud de onda de emisión de 244 nm. Las máscaras de fase utilizadas poseen periodos diferentes con el objetivo de, por un lado, distinguir los distintos sensores ópticos y así facilitar el procesado de datos, y por otra parte, aprovechar la capacidad de multiplexación en longitud de onda de las FBGs reduciendo de este modo en número de fibras ópticas necesarias, lo que facilita la instalación de los sensores. La longitud de todas las FBGs es de 5mm con el objetivo de reducir los gradientes de deformación que puedan producirse a lo largo de la fibra óptica.

Se emplean un total de 10 sensores de deformación y dos sensores de temperatura por cada una de las muestras de CFRP cuya distribución se muestra en Fig. 1. donde S_i designa a los sensores de deformación y T_i a los sensores de temperatura. Como se puede observar en el esquema mostrado, los sensores ópticos de deformación son colocados paralelos a la dirección de las fibras de carbono y también en la dirección perpendicular para obtener la deformación en ambas direcciones. Los sensores se distribuyen en dos niveles diferentes para facilitar la instalación. Los sensores de deformación S_1 a S_8 , en azul, se colocan sobre la superficie de la 14ª lámina, mientras que los sensores de deformación S_9 y S_{10} , en rojo, se sitúan sobre la 15ª lámina. Una vez instalados los sensores de deformación, las muestras se cubren y sellan con una bolsa de vacío, la cual al extraer todo el aire del interior provocará una presión sobre las láminas de preimpregnado. Finalmente, se sitúan los sensores de temperatura T_1 y T_2 sobre la superficie de las muestras para realizar una compensación en temperatura.

La monitorización de los sensores se realiza mediante un interrogador de FBGs Micron Optics sm125 y un módulo de expansión sm041 permitiendo monitorizar hasta 16 fibras ópticas de forma simultánea.

III. DESCRIPCIÓN DE LOS PROCESOS DE CURADO

Se han comparado dos técnicas de curado de los materiales CFRP. Por un lado, un curado mediante técnicas convencionales, consistente en el calentamiento de las muestras preparadas en el interior de un horno y, por otro lado, un curado mediante radiación de microondas.

Las muestras procesadas mediante un curado convencional son sometidas a un rápido calentamiento en el interior del horno hasta los 180°C, temperatura que se mantiene constante durante un periodo de 3 horas tras el cual se deja enfriar. Con el objetivo de obtener las deformaciones residuales al final de todo el proceso de curado, la monitorización se mantiene durante al menos 20 horas. La Fig. 2 muestra la evolución de la temperatura en el interior del horno registrada por uno de los sensores de temperatura

durante una de las pruebas experimentadas realizadas, por claridad no se muestra los datos del otro sensor de temperatura ya que los datos de ambos sensores son coincidentes en todos los casos estudiados.

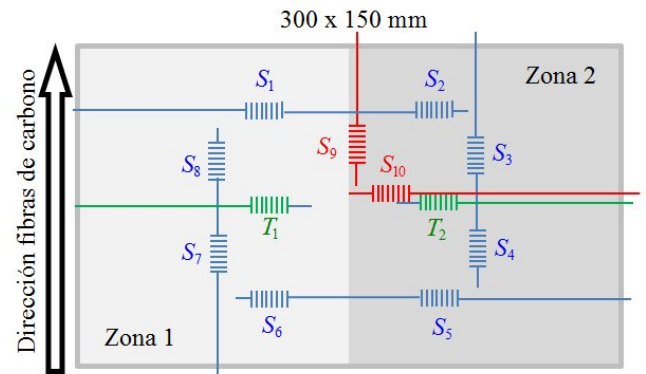


Fig. 1. Distribución de sensores de deformación, S_i y temperatura, T_i en las muestras de CFRP. Sensores S_1 a S_8 sobre la 14ª lámina. S_9 y S_{10} sobre la 15ª lámina. Sensores de temperatura T_1 y T_2 en superficie.

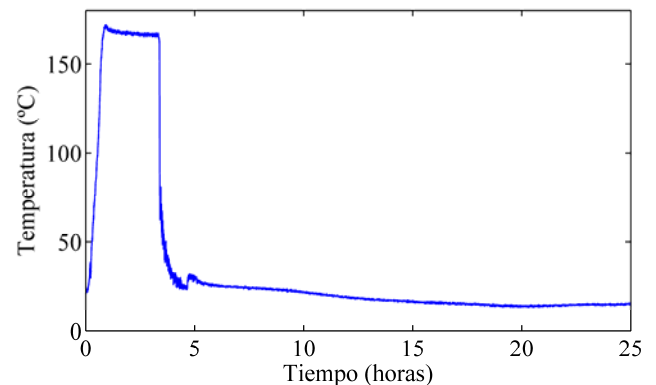


Fig. 2. Temperatura registrada por uno de los sensores ópticos de temperatura durante el procesamiento mediante curado convencional.

En contraste con el curado convencional, el procesamiento de las muestras de CFRP mediante radiación de microondas se realiza en el interior de una habitación que es una jaula de Faraday en sí misma. En el interior, un brazo robótico controlado por ordenador se ha equipado con una antena de microondas especialmente diseñada para esta aplicación. Además, el brazo robótico también está equipado con sensores de temperatura infrarrojos (IR). Durante todo el proceso de irradiación, se monitoriza la temperatura y la potencia de microondas reflejada para evitar el sobrecalentamiento de las muestras. La potencia de microondas de referencia, que establece la máxima potencia irradiada a la muestra, se ha fijado en 300W.

Para el curado por radiación de microondas, se ha seguido una estrategia de curado basada en dividir las muestras preparadas en dos zonas, tal y como se indica en la Fig. 1. De esta forma es posible estudiar el proceso de curado de forma local y observar los efectos cruzados sobre otras zonas dentro de la misma muestra. Durante la fase de curado, la antena de microondas montada sobre el brazo robótico se sitúa en el centro de cada una de las zonas definidas durante un tiempo de 2 horas. Al igual que con el curado convencional, con el objetivo de obtener la deformación residual la monitorización se mantiene durante un mínimo de 20 horas. La temperatura de curado se puede controlar variando la potencia de microondas irradiada a la muestra dentro del rango definido

por la potencia de referencia. Usando esta habilidad, la primera de las zonas la temperatura de curado se establece en 90°C para los primeros 30 minutos seguido de un periodo de 90 minutos donde la temperatura de curado se fija a 120°C . Una vez terminado el proceso de curado de la primera zona el brazo robótico se desplaza hasta la segunda zona. En el caso de esta segunda zona, se programa una temperatura de curado de 120°C para los primeros 60 minutos y de 150°C para el tiempo restante. La Fig. 3 muestra la temperatura obtenida por los sensores de temperatura sobre la superficie de la muestra y la comparación de estos resultados con los del sensor infrarrojo. Se ha de tener en cuenta que el sensor IR se desplaza con el brazo robótico y por tanto mide la temperatura en la zona irradiada, mientras que los sensores ópticos registran la temperatura en la superficie de cada una de las zonas definidas.

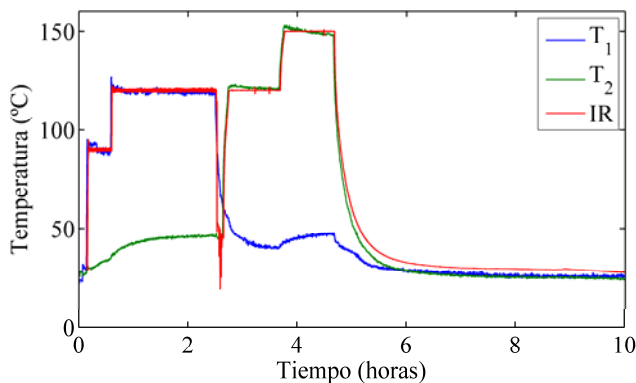


Fig. 3. Temperatura registrada por los sensores ópticos de temperatura y comparación con la temperatura indicada por el sensor de temperatura infrarrojo.

IV. DEFORMACIÓN

Se han analizado los resultados de los sensores ópticos de deformación embebidos en los laminados. Durante el curado los sensores de deformación se ven afectados por el incremento de la temperatura pero también por el coeficiente de expansión térmica de la resina y de las fibras de carbono.

La Fig. 4a muestra la deformación, una vez compensados los efectos térmicos, observada por dos de los sensores ópticos paralelos a la dirección de las fibras de carbono durante el curado convencional. Para facilitar su interpretación se ha incorporado la temperatura medida por uno de los sensores ópticos y se han omitido los resultados del resto de sensores de deformación ya que los resultados son similares. La deformación residual, aquella medida al final del proceso de curado, medida por los sensores paralelos a las fibras de carbono son inferiores a $100\mu\epsilon$. Estas bajas deformaciones son debidas a la mayor rigidez de las fibras de carbono respecto a la resina epoxi.

La Fig. 4b muestra los resultados obtenidos mediante los sensores de deformación cuya dirección es perpendicular a las fibras de carbono. Al igual que en el caso anterior se han omitido algunos de los sensores debido a que tienen un comportamiento muy similar a los mostrados. Se puede observar que en este caso los valores de deformación residual son superiores a los observados en el caso de los sensores con la misma orientación que las fibras de carbono siendo éstos cercanos en todos los casos a los $800\mu\epsilon$.

Para las muestras sometidas al curado por radiación de microondas se ha analizado el comportamiento en cada una

de las zonas definidas así como los efectos provocados en la zona opuesta. La Fig. 5a muestra la evolución de aquellos sensores de deformación paralelos a las fibras de carbono y que están situados en la primera zona. La deformación residual al final del proceso de curado está en todos los casos por debajo de $100\mu\epsilon$, coincidiendo con los datos obtenidos mediante el curado convencional.

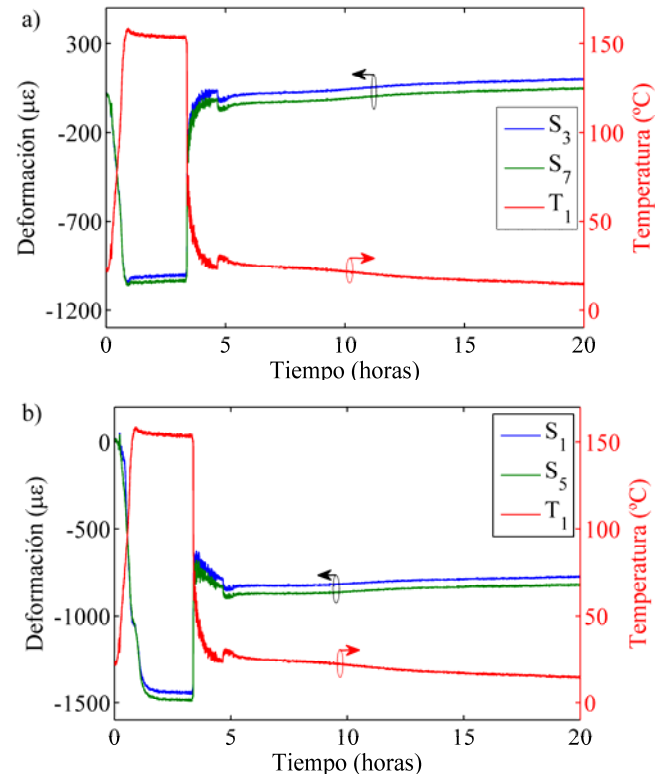


Fig. 4. Deformación durante curado convencional. a) Sensores de deformación paralelos a las fibras de carbono. b) Sensores de deformación perpendiculares a las fibras de carbono.

La Fig. 5b muestra la deformación obtenida los sensores paralelos a las fibras de carbono pero en la segunda zona de irradiación. En ambas zonas los resultados de los sensores de deformación son similares. Por otro lado, la Fig. 6a muestra los sensores de deformación perpendiculares a las fibras de carbono situados en la primera zona. La Fig. 6b muestra los resultados obtenidos en la segunda zona. La deformación es en estos casos muy superior a los sensores paralelos a las fibras de carbono y además ligeramente inferiores a los obtenidos por el curado convencional.

Una vez obtenidos los laminados mediante ambos procesos, curado con microondas y curado convencional se ha procedido a la realización de ensayos mediante DSC (Differential Scanning Calorimeter). Las muestras se calientan de 20 a 340°C a $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$. A partir del segundo barrido de calentamiento se ha obtenido la temperatura de transición vítrea (T_g). Se han obtenido valores de T_g de 169.03°C para las muestras procesadas mediante curado convencional, y para las muestras procedentes del procesado mediante radiación de microondas estos valores son de 176.84°C para las muestras procedentes de la primera zona y 178.02°C para las muestras de la segunda zona. De acuerdo con la evaluación del grado de curado de los preimpregnados de fibra de carbono y epoxi utilizando los valores de temperatura de transición vítrea, es posible concluir que se obtienen valores similares de T_g con ambas tecnologías.

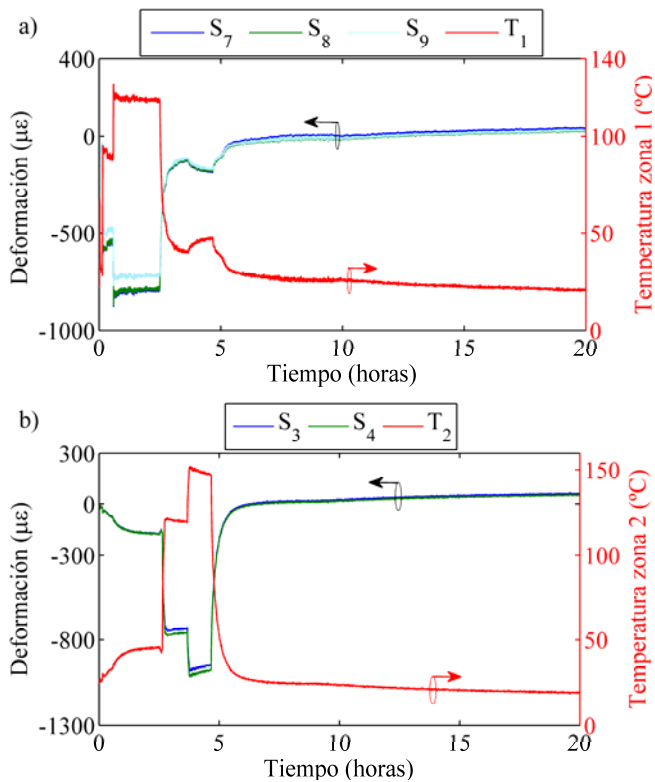


Fig. 5. Deformación durante curado por radiación de microondas.
 a) Sensores de deformación paralelos a las fibras de carbono en la zona 1.
 b) Sensores de deformación paralelos a las fibras de carbono en la zona 2.

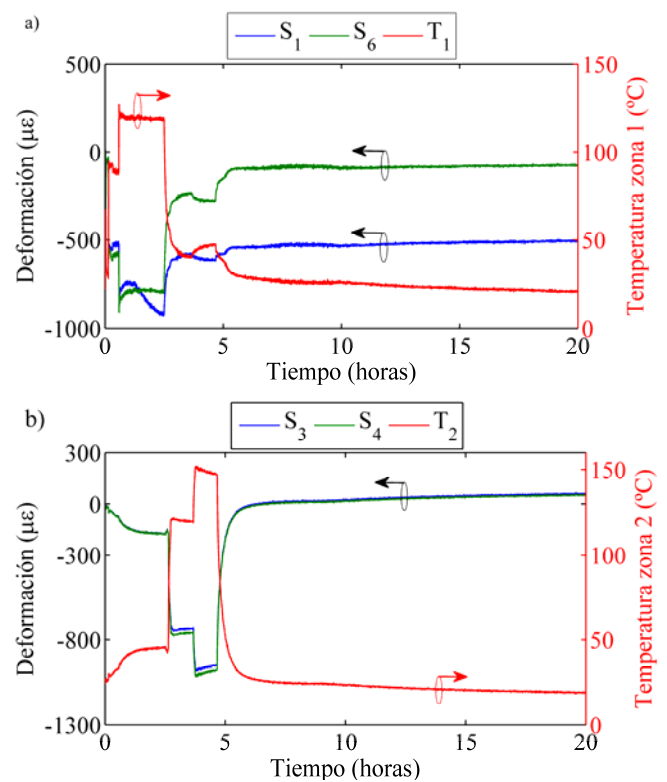


Fig. 6. Deformación durante curado por radiación de microondas.
 a) Sensores de deformación perpendiculares a las fibras de carbono en la zona 1.
 b) Sensores de deformación perpendiculares a las fibras de carbono en la zona 2.

V. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha estudiado la deformación residual y las distorsiones producidas durante el curado de materiales compuestos reforzados con fibra de carbono. La monitorización de las deformaciones se ha realizado mediante sensores ópticos basados en FBGs y los resultados obtenidos se han utilizado para comparar dos técnicas de curado. Por un lado, un curado convencional, realizado mediante un horno y consistente en un periodo de temperatura constante a 180°C, y por otro lado un curado novedoso basado en radiación de microondas donde se ha escogido una táctica de curado en dos zonas, con una duración de 2 horas cada una, para estudiar los efectos cruzados. Las deformaciones residuales obtenidas en las muestras estudiadas muestran que en la dirección de las fibras de carbono la deformación final es inferior a 100με, mientras que en la dirección perpendicular estas deformaciones son mayores en todos los casos. Así mismo, los valores de deformación residual obtenidos son ligeramente inferiores al utilizar el curado mediante radiación de microondas.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido financiado por el séptimo programa marco de la UE para la investigación Clean Sky Joint Technology Initiative bajo el contrato número 323470, Infraestructura FEDER UPVOV08-3E-008, FEDER UPVOV10-3E-492, el Ministerio de Ciencia e Innovación a través del proyecto TEC2011-29120-C05-05, la Generalitat Valenciana a través del proyecto GVA ACOMP/2013/146 y el programa de excelencia investigadora GVA PROMETEO 2013/012, Next generation Microwave Photonic technologies.

REFERENCIAS

- [1] D. Barrera, V. Finazzi, J. Villatoro, S. Sales, V. Pruneri, "Packaged Optical Sensors Based on Regenerated Fiber Bragg Gratings for High Temperature Applications," *IEEE Sensors Journal*, vol.12, no.1, pp.107-112, 2012.
- [2] D. Barrera, S. Sales, "A High-Temperature Fiber Sensor Using a Low Cost Interrogation Scheme," *Sensors*, vol. 13, no. 9, pp. 11653-11659, 2013.
- [3] S. Takeda, Y. Aoki, T. Ishikawa, N. Takeda, and H. Kikukawa, "Structural health monitoring of composite wing structure during durability test," *Composite Structures*, vol. 79, no. 1, pp. 133-139, 2007.
- [4] M. Majumder, T.K. Gangopadhyay, A.K. Chakraborty, K. Dasgupta, and D.K. Bhattacharya, "Fibre Bragg gratings in structural health monitoring—Present status and applications," *Sens. Actuators, A*, vol. 147, no. 1, pp. 150-164, 2008.
- [5] J.P. Fouassier, J. F. Rabek (ed.). *Radiation curing in polymer science and technology: Practical aspects and applications*. Springer, 1993.
- [6] S. Mitchell. "UV Curing Processes for Fiberglass Composites". In *Proceedings of RadTech Europe 2003 Exhibition & Conference for Radiation Curing*, November 3 - 5, Berlin, Germany, 2003.
- [7] A. J. Berejka, C. Eberle. *Electron beam curing of composites in North America*. *Radiation Physics and Chemistry*, vol. 63, no 3, p. 551-556, 2002.
- [8] National Research Council (U.S.) Committee, *Microwave Processing of Materials*, National Academy Press, 1994.
- [9] R. Emmerich, C. Röss, M. Graf, H. Urban, R. Bräuning, *Verfahren zur Erzeugung eines Faser-Verbundwerkstoffes*, Patent application EP244451A1.
- [10] D. Bogdal, P. Penczek, J. Pielichowski and A. Prociak, "Microwave Assisted Synthesis, Crosslinking and Processing of Polymeric Materials", *Adv. Polym. Sci.*, vol. 163, pp. 194-263, 2003.
- [11] E.T. Thostenson, T.-W. Chou. "Microwave and conventional curing of thick-section thermoset composite laminates: experiment and simulation". *Polymer Composites*, Vol. 22, no.2, pp. 197-212, 2001.
- [12] W. Cha-um, P. Rattanadecho, and W. Pakdee, "Experimental analysis of microwave heating of dielectric materials using a rectangular wave guide" *ExpTherm Fluid Sci*; vol. 33, no. 3, pp. 472-81, 2009.