

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 951 300**

21 Número de solicitud: 202230207

51 Int. Cl.:

G01N 27/14 (2006.01)

G01N 27/20 (2006.01)

B82Y 15/00 (2011.01)

B82Y 30/00 (2011.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

14.03.2022

43 Fecha de publicación de la solicitud:

19.10.2023

71 Solicitantes:

**UNIVERSIDAD REY JUAN CARLOS (100.0%)
C/ Tulipán S/N - Rectorado - Despacho 205
28933 Móstoles (Madrid) ES**

72 Inventor/es:

**FERNANDEZ SÁNCHEZ ROMATE, Xoan Xose;
GONZALEZ PROLONGO, Silvia;
JIMENEZ SUAREZ, Alberto y
CAMPO GOMEZ, Mónica**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

54 Título: **MÉTODO DE MONITORIZACIÓN DE LA SALUD ESTRUCTURAL DE MATERIALES
COMPUESTOS DE FIBRA CONTINUA MEDIANTE CALENTAMIENTO RESISTIVO**

57 Resumen:

La presente invención se refiere a un método de monitorización de la salud estructural de materiales compuestos de fibra continua mediante calentamiento resistivo que comprende las etapas de: a) proporcionar una muestra de un material compuesto de matriz polimérica y fibra continua dopado con un refuerzo nanométrico conductor; b) colocar al menos un electrodo en cada uno de los extremos de la muestra del material compuesto; c) aplicar un voltaje de entre 15 y 105 V entre los electrodos para inducir el calentamiento por efecto Joule de la muestra; d) detectar la variación de temperatura mediante termografía infrarroja obteniéndose un mapa térmico de la muestra; y e) correlacionar la variación de temperatura con el estado de la estructura mediante la interpretación del mapa térmico obtenido en la etapa d). El método de la presente invención permite la detección y localización de daños tempranos y cuantificación de la extensión del daño.

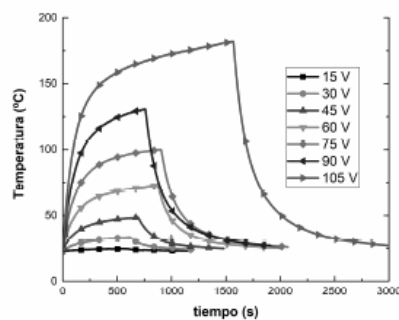


Fig. 1

DESCRIPCIÓN**MÉTODO DE MONITORIZACIÓN DE LA SALUD ESTRUCTURAL DE MATERIALES
COMPUESTOS DE FIBRA CONTINUA MEDIANTE CALENTAMIENTO RESISTIVO**

5

CAMPO DE LA INVENCION

La presente invención pertenece al campo técnico de monitorización de la salud estructural de materiales, y más concretamente a un método de monitorización de la salud estructural de
10 materiales compuestos de fibra continua mediante calentamiento resistivo.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

La monitorización de la salud estructural o Structural Health Monitoring (SHM por sus siglas
15 en inglés) es una rama de la ingeniería centrada en el estudio y desarrollo de sistemas que permiten obtener información sobre la integridad estructural. Representa el procedimiento de implementación de estrategias de detección de daño en estructuras aeroespaciales, marinas, de ingeniería civil o mecánica, siendo el daño cualquier variación en las propiedades geométricas, condiciones de contorno o de los materiales de estos sistemas. El proceso
20 involucra la observación de la estructura en intervalos de tiempo prefijados, la extracción de características y su análisis para determinar su integridad [1].

Recientemente se ha prestado mucha atención a la monitorización en tiempo real del rendimiento estructural de materiales basados en polímeros reforzados con fibra para mejorar
25 la fiabilidad y aumentar la vida útil. Una tecnología prometedora para la monitorización de los daños en dichos materiales es la observación de los cambios en su resistencia eléctrica. En particular, existen multitud de estudios que demuestran que estos materiales basados en polímeros reforzados, principalmente con nanopartículas de carbono, presentan una excelente sensibilidad eléctrica ante deformaciones mecánicas, así como frente a la aparición
30 de grietas en el material, las cuales son críticas para el desarrollo estructural del mismo [2].

Estos métodos presentan el principal problema de que no es posible obtener una visión global del estado del material, ya que únicamente se tienen medidas de resistencia eléctrica entre dos electrodos. Por lo tanto, para una mayor precisión en la detección de posibles defectos,
35 es necesario establecer una red de electrodos compleja, cuyo diseño, en muchos casos es difícil de implementar en una estructura real.

En ese sentido, en los últimos años, han surgido técnicas de inspección basadas en medidas de conductividad eléctrica mediante tomografía, conocidas como técnicas de tomografía por impedancia eléctrica (electrical impedance tomography, EIT). En esos casos, sí que se puede obtener un mapa del estado de la estructura, pero, nuevamente, el diseño de la red de
5 electrodos es bastante complejo y, además, exigen esfuerzos computacionales muy elevados [3].

Otra de las posibles funcionalidades de estos polímeros reforzados con nanopartículas de carbono es el auto-calentamiento por Efecto Joule, consistente en el aumento de temperatura
10 del material al pasar una corriente eléctrica por el mismo.

En este sentido, existen documentos como el publicado por Zhang, D. et al. (2020), el cual describe el uso de la capacidad de calentamiento por Efecto Joule para la monitorización de la deformación en un material formado por un polímero flexible [4]. En dicho estudio se ha
15 demostrado que estos polímeros dopados con nanopartículas de carbono presentan una elevada sensibilidad termoelectrónica a la deformación. Sin embargo, dicho trabajo se centra únicamente en la detección de deformaciones en polímeros flexibles para aplicaciones no estructurales, sin haberse demostrado su capacidad para la monitorización de materiales estructurales.

20

Por lo tanto, existe una necesidad de nuevos métodos para la monitorización en tiempo real del rendimiento o la salud estructural de materiales que permitan obtener una visión global y detallada del estado de la estructura, sin necesidad de redes complejas de sensores y cables, requisitos de alta potencia, alto coste y nivel de ruido, entre otros.

25

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

La presente invención es de gran relevancia industrial, al poder solucionar problemas inherentes a otras técnicas de monitorización empleadas en la actualidad que, tal y como se
30 ha comentado, no ofrecen una visión global y detallada del estado de la estructura.

En la actualidad, los costes asociados a la revisión y mantenimiento de estructuras son muy elevados, suponiendo, en el caso de industrias como la aeroespacial, una parte importante de los costes totales. El principal problema radica en que muchas veces el mantenimiento
35 realizado no aporta valor añadido, en el caso de que la estructura no presente ningún tipo de problema (mantenimiento preventivo). Por ese motivo, el desarrollo de métodos de

monitorización de la salud estructural tiene un elevado interés, ya que permite conocer, de manera continua, el estado de la estructura, permitiendo actuar sólo cuando es necesario.

La presente invención proporciona un método que permite establecer mapas térmicos de la estructura que permiten saber el estado de la misma, pudiendo identificar posibles defectos de una manera simple y efectiva.

En un primer aspecto, la presente invención proporciona un método de monitorización de la salud estructural de materiales compuestos de fibra continua mediante calentamiento resistivo, caracterizado porque comprende las siguientes etapas:

- a) proporcionar una muestra de un material compuesto de matriz polimérica y fibra continua dopado con un refuerzo nanométrico conductor;
- b) colocar al menos un electrodo en cada uno de los extremos de la muestra del material compuesto;
- c) aplicar un voltaje de entre 15 y 105 V entre los electrodos para inducir el calentamiento por efecto Joule de la muestra;
- d) detectar la variación de temperatura mediante termografía infrarroja obteniéndose un mapa térmico de la muestra;
- a) correlacionar la variación de temperatura con el estado de la estructura mediante la interpretación del mapa térmico obtenido en la etapa d).

El voltaje aplicado sobre la muestra variará en función del área inspeccionada, siendo mayor cuanto menor sea el área de la sección transversal por la que circula la corriente eléctrica y menor cuanto menor sea la distancia lineal entre electrodos.

En otro aspecto de la invención, el refuerzo nanométrico conductor es seleccionado del grupo que consiste en nanotubos de carbono, nanofibras de carbono, grafeno, negro de humo y nanoestructuras metálicas.

En la presente invención, las nanoestructuras metálicas son nanopartículas, nanohilos o nanoalambres. Adicionalmente, los metales de las nanoestructuras metálicas se seleccionan del grupo que consiste en cobre, plata y oro.

El método de la presente invención permite la detección y localización de daños tempranos y cuantificación de la extensión del daño a través de mapas térmicos, lo que demuestra las capacidades sobresalientes de la activación de calentamiento por efecto Joule para propósitos

de monitorización de la salud estructural sobre otras técnicas convencionales de ensayos no destructivos, donde una información tan detallada no es a menudo fácil de obtener.

El método de la presente invención muestra una sensibilidad y una resolución a la deformación muy elevadas (con valores de deformación que van del 0,01 al 0,1%) para el inicio temprano de la grieta y su posterior propagación.

Además, el método de la presente invención es muy simple ya que no implica el diseño de una red eléctrica compleja de electrodos en la muestra o el uso de herramientas matemáticas y estadísticas de elevado peso computacional. Este método novedoso brinda información, tanto general como detallada, de la salud de la estructura con una sensibilidad muy alta.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

Figura 1. Curvas de calentamiento-enfriamiento por efecto Joule para diferentes potenciales aplicados (15-105V) para un material compuesto de matriz polimérica y fibra de vidrio dopado con nanotubos de carbono.

Figura 2. Imagen de infrarrojos de la distribución de la temperatura durante el calentamiento resistivo sobre la muestra de un material compuesto de matriz polimérica dopado con nanotubos de carbono.

Figura 3. Imágenes térmicas de infrarrojos que muestran la evolución del daño en las muestras durante el ensayo de tracción a temperaturas entre 40 y 120°C, donde los números 1 a 8, indican diferentes momentos del ensayo en el que se observa una fase inicial de deformación (1 a 3), una fase de iniciación de grieta (4) y una fase final de propagación del daño (5 a 8).

Figura 4. Representación de la variación de temperatura (líneas discontinuas) y la respuesta mecánica (líneas continuas) durante el ensayo de tracción para diferentes valores de temperatura inicial.

Figura 5. Representación de la variación de la temperatura normalizada a temperaturas de ensayo iniciales entre 40 y 120°C durante el ensayo de tracción.

Figura 6. Imágenes térmicas de infrarrojos, durante un ensayo a tracción, que muestran la evolución de la propagación de una grieta en una zona localizada que se refleja en una disminución brusca de la temperatura en la región dañada.

Figura 7. Imágenes térmicas de infrarrojos, durante un ensayo a tracción, que muestran la evolución de la propagación de una grieta de manera generalizada a través de la región central de la muestra.

DESCRIPCIÓN DE MODOS DE REALIZACIÓN

Ejemplo 1. Monitorización de la deformación y el daño de un material compuesto de matriz polimérica y fibra de vidrio dopado con nanotubos de carbono mediante el método de la presente invención.

Inicialmente se fabricó un material compuesto de matriz polimérica dopado con nanopartículas conductoras, concretamente con nanotubos de carbono. Para este ejemplo se utilizó una resina epoxi (Araldite LY556, Sigma Aldrich) con un endurecedor amino (XB3473, Sigma Aldrich) y nanotubos de carbono de pared múltiple (*Multi-Walled Carbon Nanotubes, MWCNT*) (NC7000, Nanocyl), con un diámetro medio de 9,5 nm y una longitud de hasta 1,5 μm . El refuerzo fue una fibra de vidrio (Resinas Castro), con una secuencia de apilamiento en el laminado de $[\pm 45]_{4s}$.

El material compuesto de matriz polimérica dopado con nanotubos de carbono se fabricó mediante un laminado manual. En primer lugar, los nanotubos de carbono se dispersaron en la matriz epoxi mediante un proceso de calandrado de tres rodillos siguiendo un ciclo de siete pasos con una reducción progresiva de los rodillos adyacentes, siendo la velocidad del último rodillo constante de 250 rpm. Tras el proceso de dispersión, la mezcla nanotubos de carbono/epoxi se desgasificó en condiciones de vacío a 80°C durante 15 min.

A continuación, se añadió el endurecedor en una proporción de monómero a endurecedor de 100 a 23. Por último, tras el laminado manual, el material compuesto se curó a 140°C durante 8 horas en una prensa de platos calientes a una presión de 0,6 MPa.

La caracterización microestructural se realizó mediante un microscopio -SEM de emisión de campo (Field Emission Gun – Scanning Electron Microscope, FEG-SEM), utilizando un módulo Nova NanoSEM para la caracterización de las superficies de fractura de los materiales compuestos. Previamente, las muestras fueron metalizadas por una fina capa de platino para una mejor caracterización.

La capacidad de calentamiento resistivo por efecto Joule de la muestra de material compuesto se evaluó aplicando un potencial entre dos electrodos hechos de hilo de cobre y adheridos a la superficie del material compuesto con pintura de plata, para reducir la resistencia de contacto, utilizando una fuente de alimentación de corriente continua programable. La

temperatura alcanzada en las muestras fue registrada por una cámara térmica de Infrarrojos (FLIR Tools) con una resolución térmica de 0,1°C.

Dicha capacidad fue analizada mediante las curvas de calentamiento-enfriamiento obtenidas, las cuales se muestran en la Figura 1. Se observó que el aumento del potencial aplicado entre los electrodos provocó un aumento de la temperatura alcanzada en las muestras.

Además, analizando en detalle las curvas de calentamiento-enfriamiento, se observó que el aumento del potencial aplicado también indujo mayores tasas de calentamiento-enfriamiento en las primeras etapas de las pruebas de calentamiento resistivo por efecto Joule. Más concretamente, las tasas de calentamiento varían de 3 a 56°C min⁻¹ a tensiones aplicadas de 30 a 105 V, respectivamente, durante el primer minuto de calentamiento. Además, las tasas de enfriamiento son ligeramente más lentas y varían de -2,8 a -50°C min⁻¹ a tensiones aplicadas de 30 a 105 V, respectivamente, durante el primer minuto de enfriamiento.

El aumento del potencial aplicado condujo a un aumento de la corriente que pasa a través de la muestra y, por lo tanto, a un mayor flujo de calor durante el calentamiento transitorio de las muestras, lo que se traduce en mayores tasas de calentamiento-enfriamiento con el aumento de la tensión aplicada.

Adicionalmente, las muestras sometidas a una tensión aplicada más alta tardaron más tiempo en alcanzar un perfil de temperatura estable (de 5 a más de 20 minutos a tensiones aplicadas de 30 a 105 V, respectivamente). Esto es debido al mayor intercambio de calor con el entorno. En la Figura 2 se muestra la imagen de infrarrojos de la distribución de la temperatura durante el calentamiento resistivo sobre la muestra del ejemplo. Se puede observar que el calentamiento fue muy homogéneo en la muestra para cada voltaje aplicado con una desviación máxima de temperatura de 15°C en las muestras que alcanzaron una temperatura media cuasi-estable de 180°C (es decir, las sometidas a 105 V). Por lo tanto, se observó que el material compuesto presentaba muy buena capacidad de calentamiento resistivo por efecto Joule con una distribución homogénea de la temperatura.

A continuación, se empleó este material en un ensayo para la monitorización de la deformación y el daño a través del método de la presente invención.

En la Figura 3 se muestra la evolución de la monitorización de la deformación y el daño durante el ensayo de tracción a través de imágenes de cámaras térmicas de infrarrojo.

Adicionalmente, en las Figuras 4 y 5 se muestra su correlación con el rendimiento mecánico y el perfil de temperatura para las diferentes condiciones.

Se puede observar que el método permite detectar el inicio temprano de grietas a cualquier temperatura (punto 4 de la Figura 3). Además, la propagación de la grieta promueve una interrupción repentina de la red eléctrica que se refleja en una pérdida repentina de conductividad eléctrica y, por tanto, en una disminución prominente de la corriente medida.

Esta repentina disminución de la conductividad eléctrica no es uniforme en la muestra, siendo más predominante en las zonas donde la ruptura de los caminos conductores es más significativa. Por lo tanto, esta alteración se refleja en una disminución de la temperatura más prevalente en las zonas dañadas en comparación con las zonas ausentes de fallo. Por estas razones, este método permite tener un mapa completo de la propagación de la grieta durante el ensayo (puntos 5 a 8 de la Figura 3).

Además, comparando las imágenes de la Figura 3 y el perfil de temperatura normalizado (Figura 5), T_N , estimado a partir de la temperatura inicial de la muestra, T_0 y la temperatura ambiente, el T_{amb} , es decir $T_N = (T_0 - T) / (T_0 - T_{amb})$, se puede observar que el descenso de la temperatura durante la propagación de la grieta es más prevalente en el caso de las condiciones de baja temperatura inicial (Figura 5), debido a una propagación más rápida de la grieta, como se ha dicho antes en el análisis mecánico. Más concretamente, las muestras a 120°C, que presentaron la propagación de grieta más lenta, también mostraron la menor variación relativa de la temperatura tras el inicio del daño (representación de cuadrados (120°C) de la Figura 5). Por lo tanto, aunque las muestras a 40°C mostraron la menor sensibilidad térmica antes de la iniciación de la grieta, mostraron la mayor sensibilidad una vez que la grieta se propagó, mientras que las muestras a 120°C mostraron el comportamiento opuesto.

A partir del mapeo térmico de las muestras, es posible estimar la extensión del daño. En este sentido, las Figuras 6 y 7 muestran la evolución de la grieta en dos casos diferentes: el primero, correlativo a una propagación de la grieta en una zona localizada, que se refleja en una disminución brusca de la temperatura en la región dañada (Figura 6) pero una disminución menos drástica de la temperatura media global de la muestra debido a la naturaleza localizada del daño. Además, existe una diferencia significativa entre la temperatura media de la temperatura global de la muestra y la temperatura en la región donde se inicia la grieta.

Por otro lado, el segundo caso se refiere a una propagación global de la grieta a través de la región central de la muestra. En este caso, los perfiles de temperatura tanto de la región dañada como de la muestra en general presentan un comportamiento similar debido a la naturaleza global del daño (Figura 7). Por lo tanto, este método permite obtener información muy detallada sobre cómo se inicia el daño en las muestras, así como la forma en que se propaga, ayudando a entender mejor los mecanismos de propagación de grietas en los materiales.

Por lo tanto, este novedoso método proporciona información global y detallada de la salud de la estructura de materiales compuestos con una sensibilidad muy alta.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] Vázquez, N. G. *“Monitorización estructural SHM mediante redes de Bragg”*. 2018. Tesis Doctoral. Universidad de Sevilla.

[2] Al-Sabagh, A., et al. *“Monitoring moisture damage propagation in GFRP composites using carbon nanoparticles”*. Polymers, 2017, vol. 9, no 3, p. 94.

[3] Loyola, B. R., et al. *“Spatial sensing using electrical impedance tomography”*. IEEE Sensors Journal, 2013, vol. 13, no 6, p. 2357-2367.

[4] Zhang, D. et al. *“Wireless monitoring of small strains in intelligent robots via a joule heating effect in stretchable graphene–polymer nanocomposites”*. Advanced Functional Materials, 2020, vol. 30, no 13, p. 1910809.

REIVINDICACIONES

1. Método de monitorización de la salud estructural de materiales compuestos de fibra
5 continua mediante calentamiento resistivo, caracterizado porque comprende las siguientes etapas:
 - b) proporcionar una muestra de un material compuesto de matriz polimérica y fibra continua dopado con un refuerzo nanométrico conductor;
 - c) colocar al menos un electrodo en cada uno de los extremos de la muestra del material
10 compuesto;
 - d) aplicar un voltaje de entre 15 y 105 V entre los electrodos para inducir el calentamiento resistivo por efecto Joule de la muestra;
 - e) detectar la variación de temperatura mediante termografía infrarroja obteniéndose un mapa térmico de la muestra; y
 - 15 f) correlacionar la variación de temperatura con el estado de la estructura mediante la interpretación del mapa térmico obtenido en la etapa d).
2. El método de monitorización de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el refuerzo nanométrico conductor es seleccionado del grupo que consiste en nanotubos de carbono, nanofibras de carbono, grafeno, negro de humo y nanoestructuras metálicas.
- 20 3. El método de monitorización de acuerdo con la reivindicación 2, en el que las nanoestructuras metálicas son nanopartículas, nanohilos o nanoalambres.
4. El método de monitorización de acuerdo con la reivindicación 2 o 3, en el que los metales de las nanoestructuras metálicas se seleccionan del grupo que consiste en cobre, plata y oro.

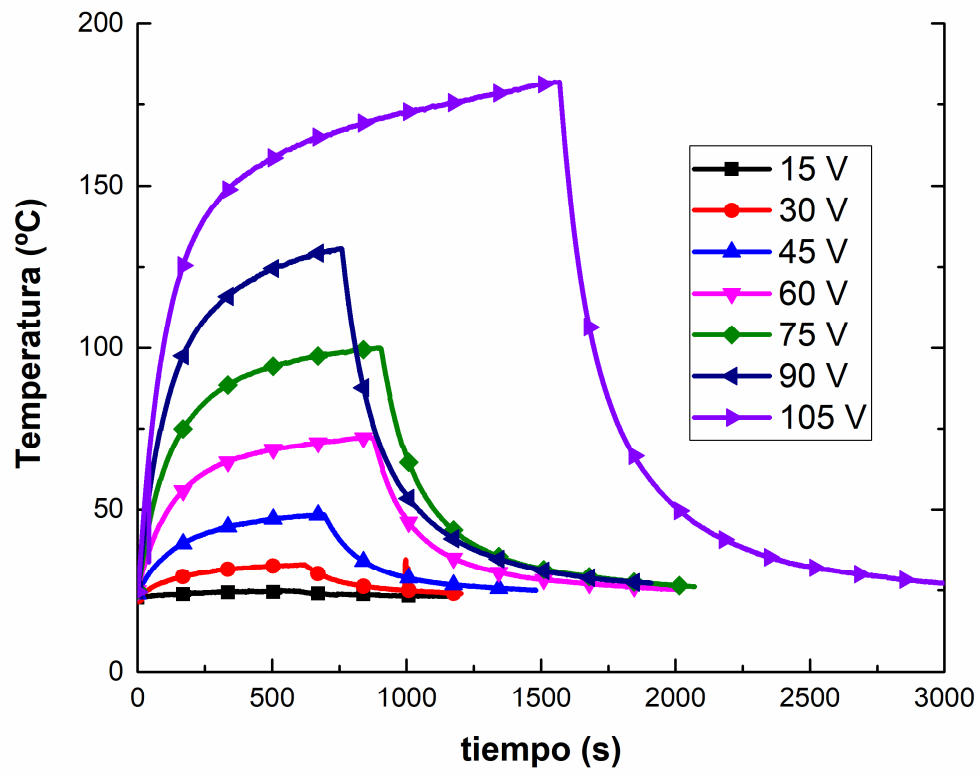


Fig. 1

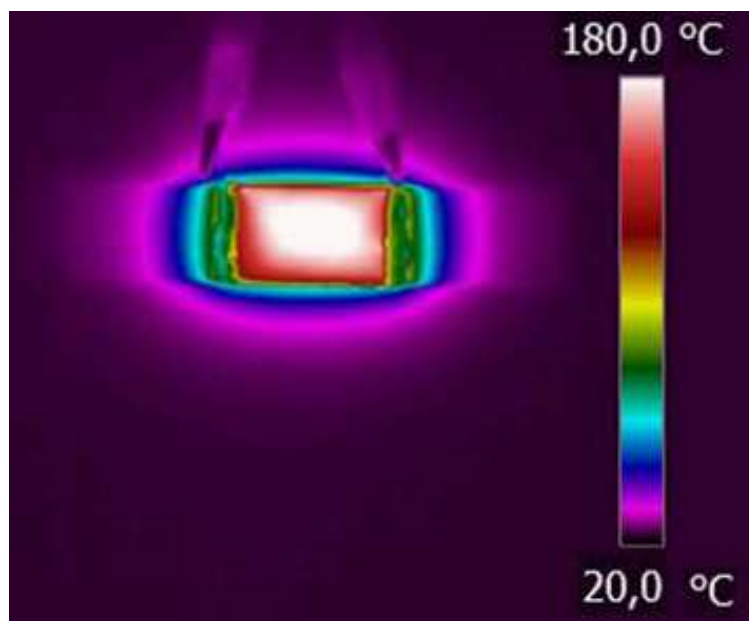


Fig. 2

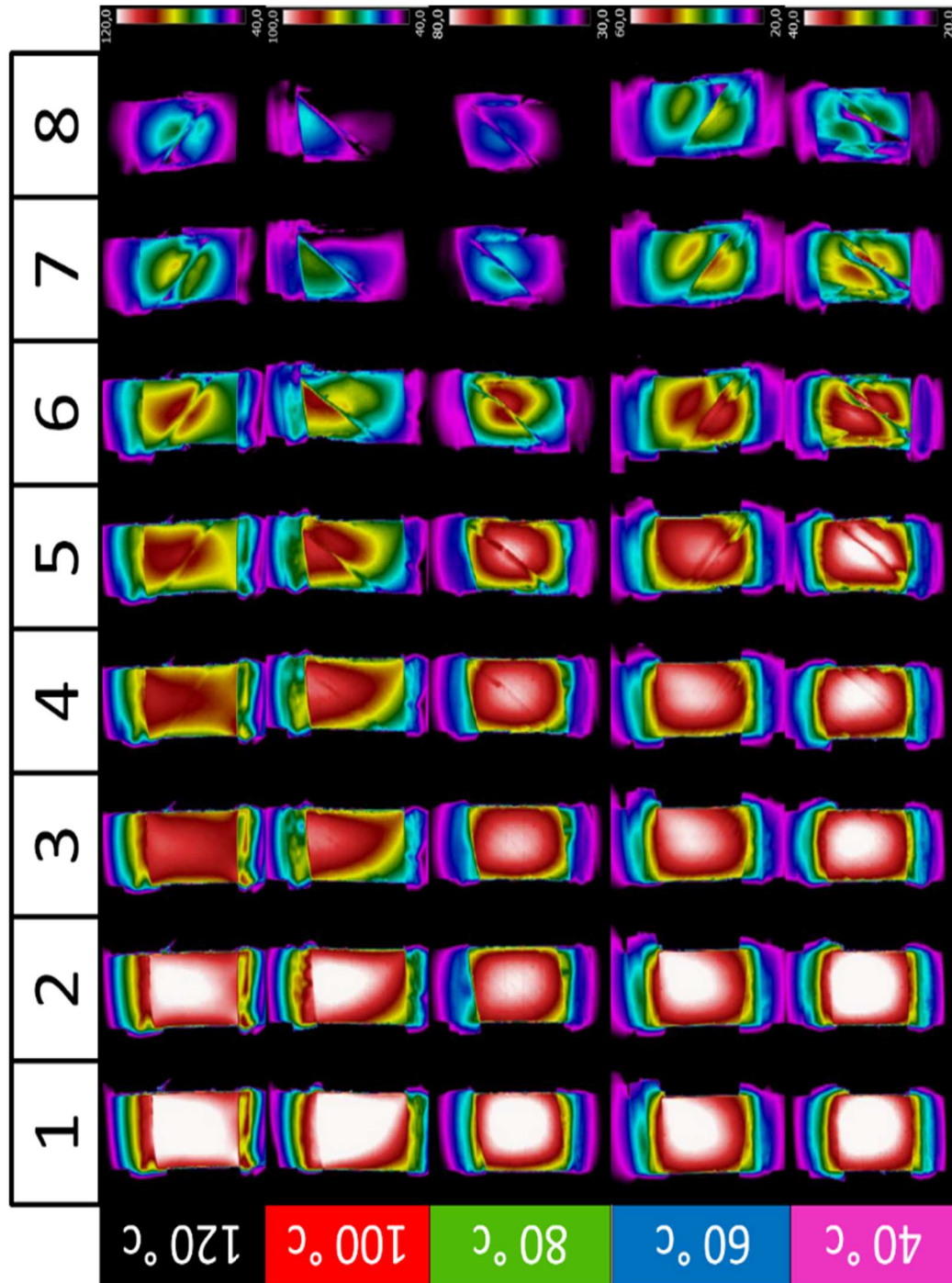


Fig. 3

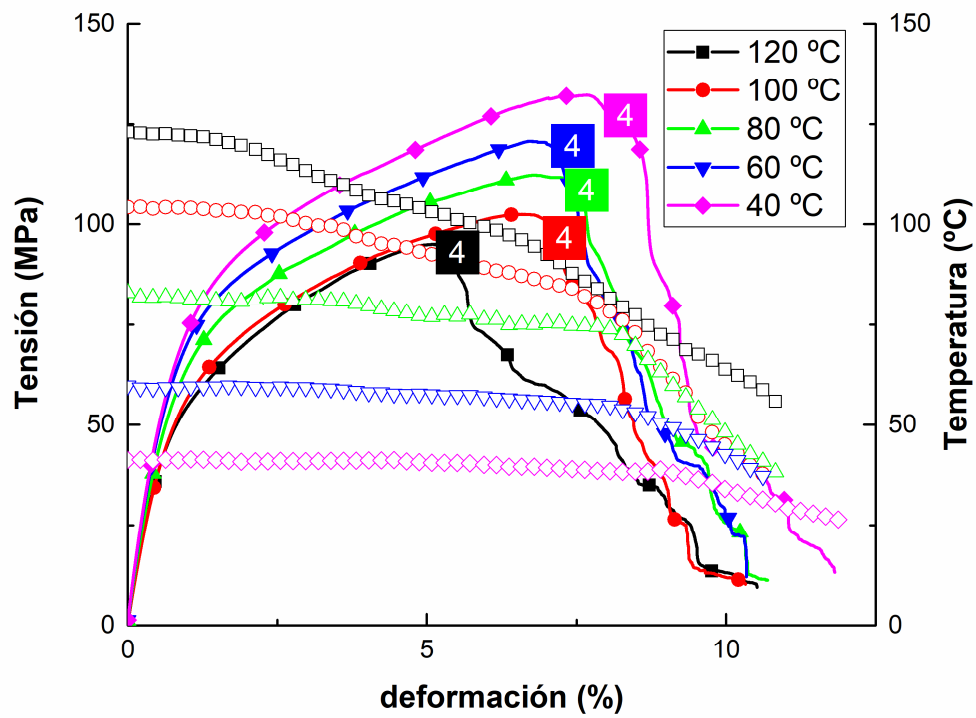


Fig. 4

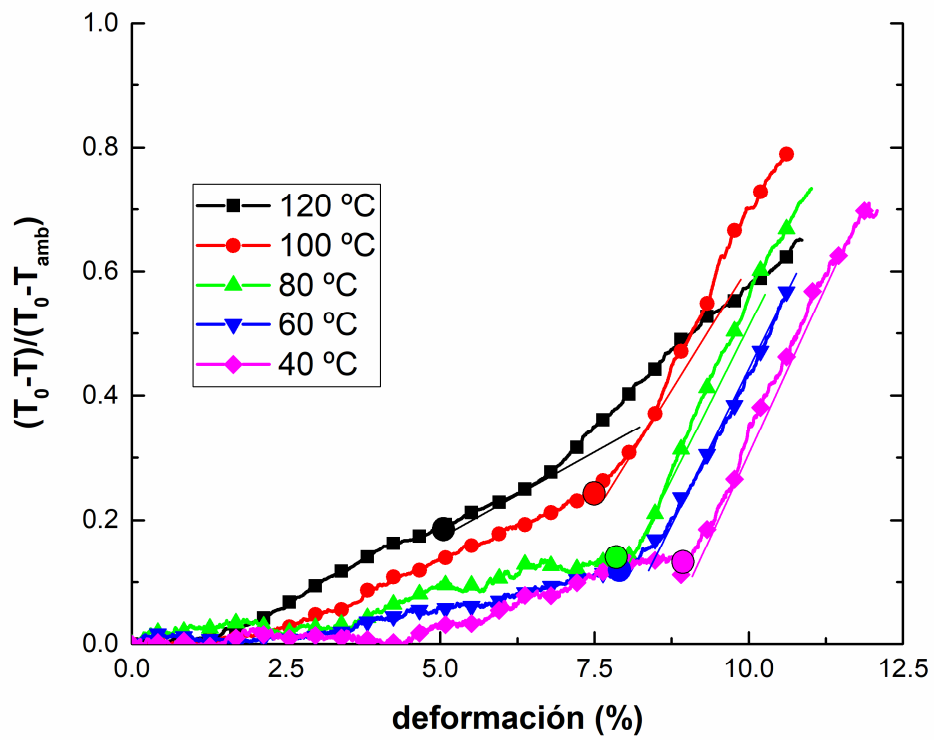


Fig. 5

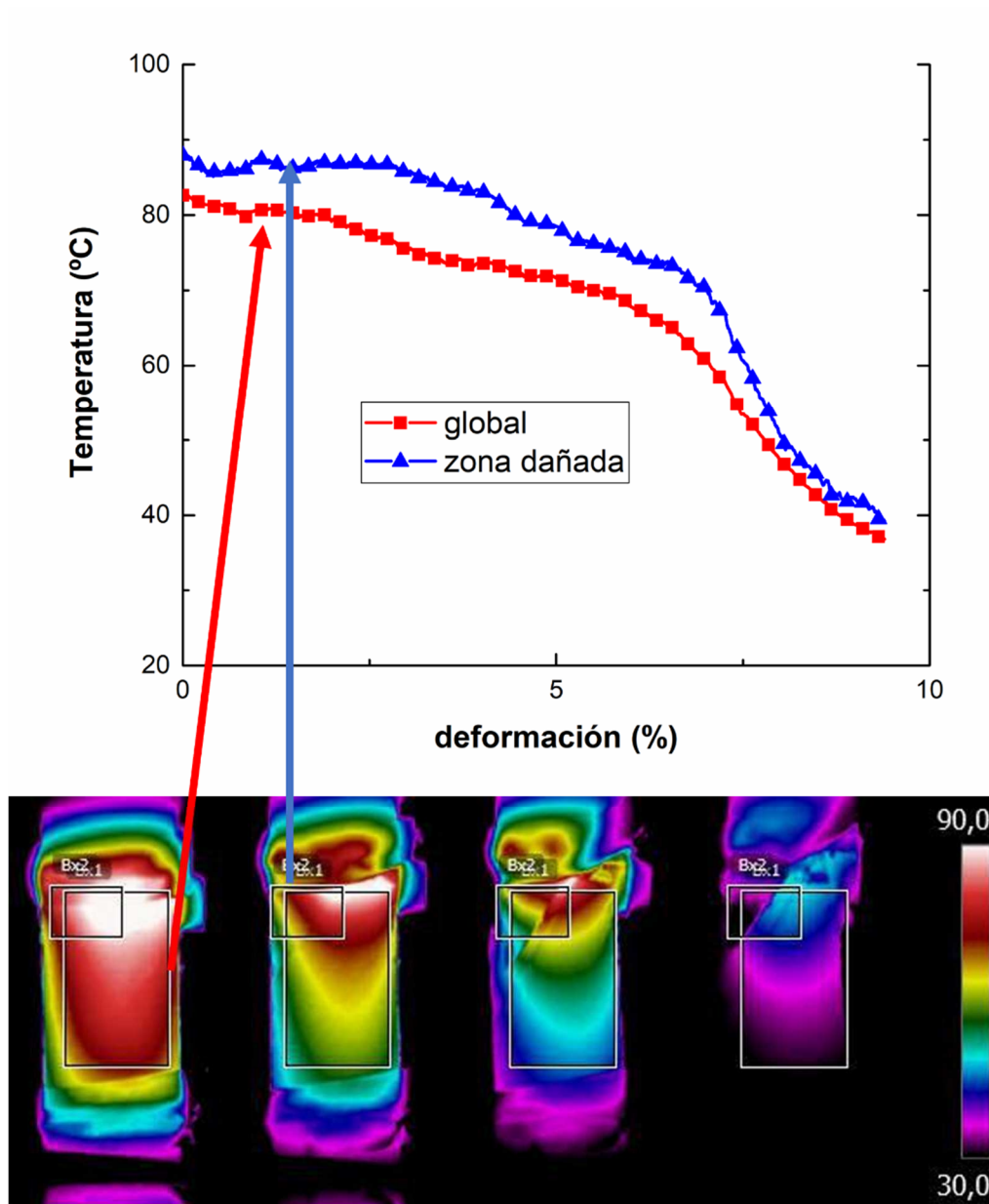


Fig. 6

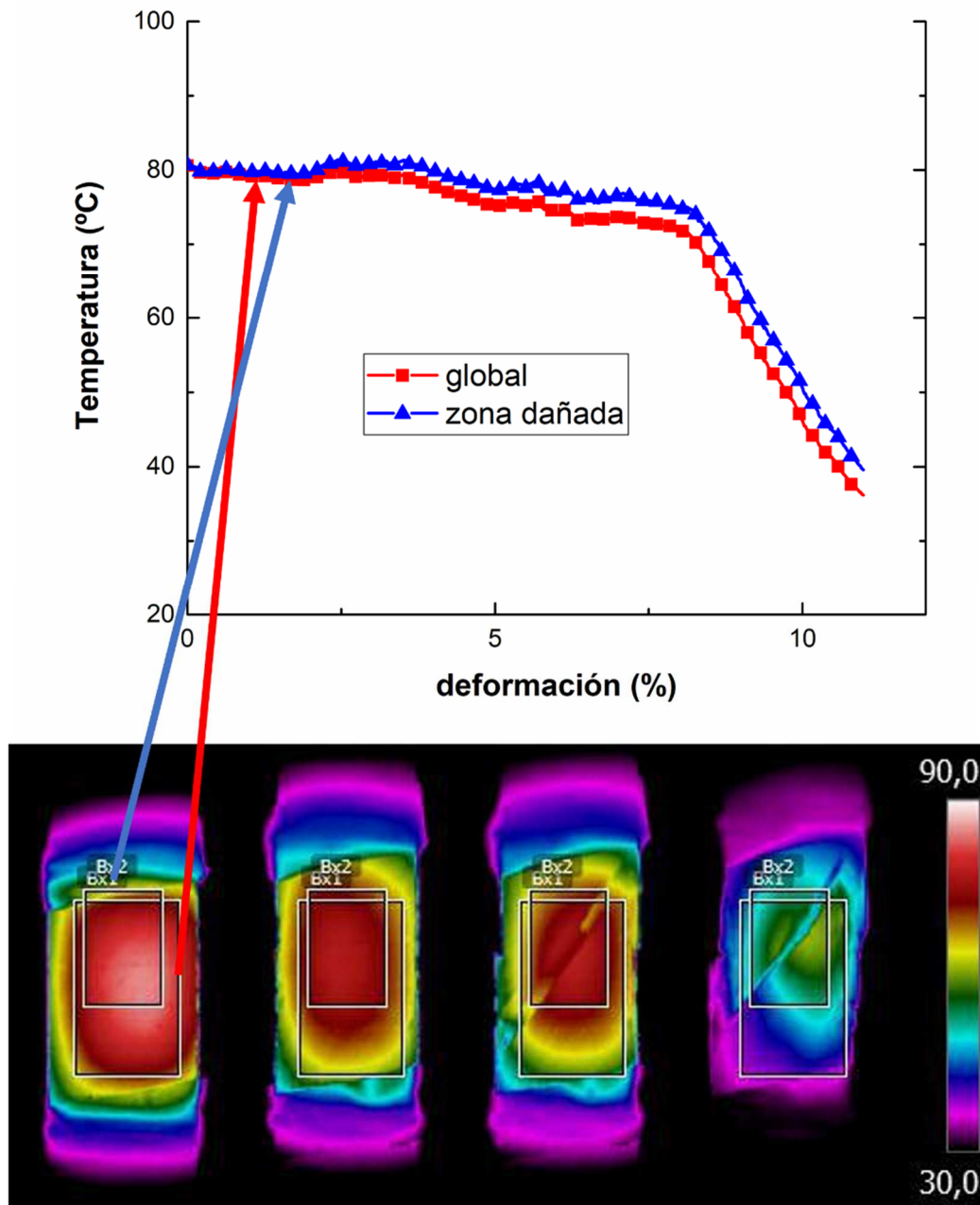


Fig. 7



- ②① N.º solicitud: 202230207
②② Fecha de presentación de la solicitud: 14.03.2022
③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. cl.: Ver Hoja Adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	US 2011142091 A1 (WARDLE, BRIAN L. et al.) 16/06/2011; resumen; párrafos [0005, 0006, 0020, 0022-0026, 0029-0034, 0039-0045, 0051, 0054, 0057, 0059, 0064, 0067, 0069-0071, 0074, 0075, 0079-0081, 0085-0087, 0091, 0092, 0097]; reivindicaciones 1-3, 71-83; figuras 1, 2, 4, 5.	1-4
X	EP 2175264 A2 (BOEING CO) 14/04/2010; resumen; párrafos [0016, 0035]; figura 1.	1-4
X	US 5089700 A (SAPIA, MARK A. et al.) 18/02/1992; resumen; figura 1.	1-4
A	NSENGIYUMVA, WALTER; ZHONG, SHUNCONG; LIN, JIEWEN; ZHANG, QIUKUN; ZHONG, JIANFENG; HUANG, YUEXIN: "Advances, limitations and prospects of nondestructive testing and evaluation of thick composites and sandwich structures: A state-of-the-art review". COMPOSITE STRUCTURES, 14/09/2020, Vol. 256, ISSN 0263-8223, <DOI: 10.1016/j.compstruct.2020.112951>; resumen; apartado 3.9.	1-4

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

☒ para todas las reivindicaciones

☐ para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
26.10.2022

Examinador
S. Sánchez Paradinas

Página
1/2

CLASIFICACIÓN OBJETO DE LA SOLICITUD

G01N27/14 (2006.01)**G01N27/20** (2006.01)**B82Y15/00** (2011.01)**B82Y30/00** (2011.01)

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

G01N, B82Y

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, NPL, INTERNET