



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**  
PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN INGENIERÍA  
INGENIERÍA ELÉCTRICA – SISTEMAS ELECTRÓNICOS

CARACTERIZACIÓN DE MEMBRANAS ELECTROHILADAS

TESIS  
QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:  
MAESTRO EN INGENIERÍA

PRESENTA:  
OLIVIA ZURITA MIRANDA

TUTOR PRINCIPAL  
DRA. MARGARITA NAVARRETE MONTESINOS  
INSTITUTO DE INGENIERÍA, UNAM

**CIUDAD UNIVERSITARIA, CD. MX. , OCTUBRE, 2017**



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

**JURADO ASIGNADO:**

Presidente: Dr. Pérez Alcázar Pablo Roberto  
Secretario: Dra. Mejía Uriarte Elsi Violeta  
Vocal: Dra. Margarita Navarrete Montesinos  
1<sup>er</sup>. Suplente: Dr. Bruce Davidson Neil Charles  
2<sup>d o</sup>. Suplente: Dra. Montiel Sánchez María Herlinda

Lugar o lugares donde se realizó la tesis: Coordinación de Mecánica y Energía. Laboratorio de Pruebas No Destructivas. Instituto de Ingeniería, UNAM.

**TUTOR DE TESIS:**

Dra. Margarita Navarrete Montesinos



-----  
**FIRMA**

Octubre de 2017

# Agradecimientos

Investigación realizada con el apoyo de:

Programa de Apoyo a Proyectos de Investigación e Innovación Tecnológica (PAPIIT) de la UNAM, IN105117:  
*“Erosión por cavitación óptica, ultrasónica e hidrodinámica”.*

Proyecto internos 6593, *Cavitación óptica utilizando vórtices de luz.*

Instituto de Ingeniería UNAM, laboratorio de pruebas no destructivas por su infraestructura.

Agradezco al CONACYT por el Programa de Posgrados de Calidad por la beca otorgada durante los estudios de maestría (2015-2 al 2017-1).

Gracias al posgrado de Ingeniería Eléctrica por apoyarme en el pago de viáticos para el congreso: *3<sup>a</sup> Conference on Photoacoustic and Photothermal Theory and Applications 2016.*

Al Instituto de Materiales, al Dr. Ricardo Vera Graziano y a la compañera Elisa Miranda por las muestras electrohiladas.

Quiero Agradecer a Dios por darme salud y vida para cumplir mis sueños. A mis papás por apoyarme en mis locuras, estar a mi lado, este trabajo es para ustedes.

Gracias a la Dra. Margarita Navarrete Montesinos por todo el conocimiento que me brindó en estos dos años, por toda su paciencia, tiempo y por siempre alentarme a seguir y conocer otros horizontes.

A mis compañeros: Samuel, Jorge, José Luis y Gerardo por todos los momentos que compartimos y por su apoyo incondicional.

A mis sinodales: la Dra. Elsi, la Dra. Herlinda. el Dr. Bruce y el Dr. Pablo. Por el tiempo que dedicaron a la lectura y revisión de este trabajo y el tiempo que me dedicaron para darme sus comentarios infinitamente ¡Gracias!.

Gracias Angélica porque siempre me escuchaste y estuviste a mi lado en los momentos buenos y malos, gracias por tu amor, cariño y tu infinita paciencia.

**ÍNDICE****RESUMEN****CAPÍTULO 1 INTRODUCCIÓN****Pág.****1**

1.1 Membranas electrohiladas

1.2 Estado del arte de las técnicas experimentales y teóricas para la determinación de las propiedades elásticas de membranas

Modelos / Modelos experimentales

1.3 Ondas superficiales en la caracterización mecánica de los materiales

Generación de ondas superficiales / Caracterización mecánica

1.4 Observaciones del capítulo

Objetivo general y particularidades / Justificación

**CAPÍTULO 2 PRINCIPIOS BÁSICOS****13**

2.1 Propagación de ondas en sólidos

2.2 Ecuación de onda

2.3 Propagación de ondas en materiales porosos

2.4 Fotoacústica

2.5 Detección de las señales fotoacústicas

2.6 Interferometría conceptos generales

2.7 Interferómetro de Michelson

2.8 Técnica del electrohilado

2.9 Aproximaciones para determinar experimental y teóricamente la densidad de materiales porosos

**CAPÍTULO 3 MODELADO ANÁLITICO****29**

3.1 Modelo Semi-empírico de Halpin-Tsai

3.2 Aproximación de módulo elástico longitudinal

**CAPÍTULO 4 PREPARACIÓN DE MUESTRAS ELECTROHILADAS****37**

4.1 Propiedades de los materiales y sustancias

4.2 Manufactura de membranas para la conformación de muestras

4.3 Caracterización microscópica con SEM

4.4 Medición de espacios vacíos en los andamios

4.5 Cálculo de la densidad de las muestras tipo lámina

4.6 Cálculo de la densidad de la muestra tipo barra

**CAPÍTULO 5 DISEÑO****49**

5.1 Diseño conceptual.

5.2 Requerimientos técnicos.

5.3 Equipo

Generación de ondas / Detección de ondas superficiales / Detección de ondas de volumen

**CAPÍTULO 6 IMPLEMENTACIÓN DE ARREGLOS EXPERIMENTALES****59**

6.1 Arreglos experimentales para la medición de ondas superficiales

6.2 Arreglos experimentales para la medición de ondas de volumen

6.3 Análisis de los arreglos experimentales

6.4 Preparación de las muestras

Tipo lámina / Tipo barra

**CAPÍTULO 7 ANÁLISIS DE LAS SEÑALES FOTOACÚSTICAS****78**

7.1 Metodología para la determinación del tiempo de arribo de las ondas de volumen en las membranas

7.2 Análisis de las señales

Tiempo de arribo en las muestras tipo lámina / Tiempo de arribo en las muestras tipo barra

**CAPÍTULO 8 ANÁLISIS DE RESULTADOS****90**

8.1 Graficas del comportamiento elástico de las membranas

8.2 Comparación del módulo de elasticidad con los reportados en la literatura

**Conclusiones****99****Referencias****100****Anexos****103**

# RESUMEN

En los materiales confeccionados para aplicaciones específicas como las membranas, se requiere de una estructura porosa para ser aplicables en el desarrollo de biosensores, medios de filtración, liberación controlada de medicamentos, ensamble vascular, andamios para la regeneración de tejido, entre otras. Esta propiedad se obtiene manufacturándolas con una técnica conocida como “electrohilado”, en donde se producen “membranas” de fibras continuas, con diámetros del orden de nanómetros a micrómetros, que se depositan con o sin un orden preferencial sobre un colector. Las propiedades mecánicas de dichas membranas no solo dependen de las propiedades de los materiales que las componen sino también de la orientación de las fibras y de la interacción entre ellas (contacto, adhesión, fricción etc.). Por ejemplo, en la confección de andamios para la proliferación celular se debe tomar en cuenta la carga progresiva que va a soportar antes de su biodegradación. Así, para su confección, se necesitan conocer sus constantes elásticas que nos indiquen su comportamiento mecánico bajo diferentes condiciones de carga y así establecer sus límites de aplicación.

Por lo anterior, el objetivo de este trabajo es desarrollar una metodología teórico-experimental para determinar las constantes elásticas de membranas electrohiladas considerándolas transversalmente isótropas aplicando tanto la teoría de la elasticidad como la propagación de ondas en los sólidos. Considerando el espesor de las membranas (cientos de micras), se eligen dos técnicas: la Fotoacústica pulsada y la Interferometría. En consecuencia, un pulso láser se utiliza como generador de ondas ultrasónicas y la medición de las ondas se realiza a través de sensores piezoeléctricos y de un arreglo interferométrico de Michelson. De entre los modelos teóricos reportados, se selecciona uno semi-empírico para aproximar el orden de magnitud de las constantes elásticas ( $E_1$ ,  $E_2$ ,  $G_{13}$ ,  $\nu_{12}$ ,  $\nu_{23}$ ). Las membranas se manufacturan con poli (ácido láctico) y gelatina (mezcla de péptidos y proteínas producidos por la hidrólisis del colágeno) a diferentes porcentajes de concentración [v/v]. Estas son preparadas en el laboratorio de polímeros del IIM (Instituto de Investigación en Materiales) y sus propiedades físicas y mecánicas se determinan experimentalmente en el Laboratorio de Pruebas no Destructivas del II (Instituto de Ingeniería).

Las constantes elásticas se obtienen a través de las velocidades de onda que se relacionan con las ecuaciones de esfuerzo-deformación, utilizando dos geometrías diferentes. Éstas se comparan con los valores calculados a partir del modelo teórico así como con los reportados en la literatura. Globalmente, todos concuerdan en el orden de magnitud, con respecto a la constante  $E_1$ , en los MPa.

En conclusión, se tiene una metodología ingenieril con la que se determinan cinco constantes elásticas necesarias para diseñar y confeccionar membranas electrohiladas.

# CAPÍTULO 1

## Introducción

*El capítulo inicia con algunas aplicaciones de las membranas electrohiladas y la descripción de algunas características físicas que hacen que su caracterización mecánica sea un reto. Se prosigue describiendo métodos teóricos y experimentales que se aplican para realizar la evaluación mecánica de estos materiales y una descripción general de las ondas acústicas aplicadas en la caracterización mecánica de materiales. Por último, se incluye una tabla con las técnicas que combinan la fotoacústica pulsada y la interferometría como método para la caracterización mecánica de materiales.*

### *1.1 Membranas electrohiladas*

### *1.2 Estado del arte de las técnicas experimentales y teóricas para la determinación de las propiedades elásticas de membranas*

#### *Modelos*

#### *Modelos experimentales*

### *1.3 Ondas superficiales en la caracterización mecánica de los materiales*

#### *Generación de ondas superficiales*

#### *Caracterización mecánica*

### *1.4 Observaciones del capítulo*

#### *Objetivo general y particularidades*

#### *Justificación*

## 1.1 Membranas electrohiladas

Con el advenimiento de las recientes tecnologías se necesita de la confección de nuevos materiales para usarlos en aplicaciones específicas i.e. como biosensores, medios de filtración, sistemas de liberación de drogas, mascarillas cosméticas para la piel, ensamble vascular, andamios para la regeneración de tejido, etc. En estas dos últimas aplicaciones se requiere que el material presente porosidad y cierta resistencia mecánica [1]. Para confeccionar estos materiales se tienen varios procesos, tales como; dibujo [2], síntesis por plantilla [3], separación de fase [4], autoensamble [5] y el más versátil, que es un proceso conocido como “electrohilado”, en donde se jala una fibra a partir de una gota péndete (de una mezcla polimérica cargada eléctricamente) mediante una fuente de alto voltaje, formando redes de fibras depositadas sin/con un orden preferencial sobre un colector [6]. Con esta técnica se producen fibras continuas con diámetros en el intervalo de los nanómetros a milímetros.

Si el arreglo de las fibras se dispone al azar su textura exhibe espacios entre las fibras, lo que lo hace un material no homogéneo en el que sus propiedades están en función del diámetro de las fibras, su disposición, la interacción con fibras vecinas (por ejemplo, contacto, adhesión, fricción etc.) y la reorientación de las fibras cuando se someten a tensión [7]. Por lo que la complejidad de medir su comportamiento elástico es inherente, emanada de las distintas escalas (la membrana tiene longitud en centímetros, un espesor de milímetros y una arquitectura fibrilar que se encuentra en la escala de los micrómetros y nanómetros) que hay en su conformación.

## 1.2 Estado del arte de las técnicas teóricas y experimentales para la determinación de las propiedades elásticas de membranas

El diseño de nuevos materiales se requiere desarrollar modelos de comportamiento mecánico que permitan conocer la relación entre la microestructura del material y su comportamiento macroscópico. Para aproximar la respuesta mecánica de este tipo de materiales se han desarrollado diversos modelos los cuales están clasificados en: fenomenológicos, formulas semi-empíricas, de homogenización y homogenización computacional en combinación con el método de elemento finito, entre otros [8].

---

### Modelos

El modelo fenomenológico más conocido para aproximar el valor de las constantes elásticas en materiales compuestos es la regla de las mezclas, la cual está formulada a partir de relaciones matemáticas usando las fracciones volumétricas de la fibra y la matriz [8]. Un ejemplo de una



aproximación semi- empírica es la desarrollada por Halpin y Tsai, en donde algunos parámetros se basan en coeficientes experimentales [9]. Los modelos de Mori-Tanaka [10] y de auto-consistencia [11] son considerados como métodos de homogenización, los cuales facilitan el cálculo de tensor del Eshelby<sup>1</sup> y la matriz de rigidez a partir de las cuales se predicen propiedades equivalentes y la deformación de materiales transversalmente isótropos. Estos modelos poseen limitaciones para predecir la deformación que se tiene cuando el material es sometido a una carga de tensión (en láminas unidireccionales) cuando la relación de fibra-volumen está en un intervalo de 35-50%, debido a que no se considera la interacción que hay entre las fibras [12-13].

Por otro lado, el método de homogenización y volumen representativo (REV), junto con el análisis de elemento finito (FEM), han sido utilizados con un enfoque en donde las fibras son tratadas como un conjunto independiente de unidades embebidas en una matriz continua y la respuesta global del material se determina a través de la suma de la respuesta individual de la distribución de fibras [14]. Aunque, éstos modelos no incorporan la interacción entre los distintos componentes del material, predicen de manera exitosa el comportamiento mecánico de hueso, cartílago y piel según la referencia [15].

En el contexto de los materiales electrohilados, Triantafyllos [16-17] modela, usando REV y FEM el comportamiento mecánico de redes de nanofibras electrohiladas de poliuretano con un ordenamiento aleatorio. En su modelo incluye el diámetro de las fibras y supone que los esfuerzos son producidos por las mismas fibras, y que se transmiten a través de los entrecruzamientos. A pesar de que el modelo utiliza dos escalas y agrega la interacción entre fibras, sus resultados presentan una dispersión de tres órdenes de magnitud con respecto a las propiedades medidas.

Otro método de aproximación de las propiedades mecánicas es el de homogenización asintótica (MHA), el cual es un método alternativo y se utiliza para modelar materiales con una estructura periódica [18-19].

---

## Métodos experimentales

Para evaluar experimentalmente la respuesta mecánica de los materiales electrohilados se han adaptado algunos ensayos destructivos como el de tensión, de flexión y el compresión, bajo diferentes configuraciones experimentales. Todos estos tienen en común que determinan el módulo elástico de la membrana en dirección axial. Y son difíciles de implementar debido a la fragilidad de las muestras.

Las pruebas mecánicas de materiales electrohilados, hasta hoy en día, se dividen en dos: una a

---

<sup>1</sup> Es el tensor que define el comportamiento elástico de un medio cuando se le introduce una inclusión elipsoidal, Eshelby (1957)

escala macrométrica y otra a la escala micro o nanométrica. Dentro de la escala macro, se mide el módulo de Young, el límite elástico y la resistencia a la fluencia, a través del ensayo de tensión, con una máquina universal de pruebas bajo la norma ATSM D638 [20]. Mientras que, en escala nano y micrométrica se mide el módulo elástico de una sola fibra electrohilada con la prueba de tensión, de flexión de dos y tres puntos e indentación. Todas estas adaptadas bajo diferentes arreglos experimentales. En estas pruebas se inducen varios errores en la medición debido a la dificultad de manipulación de las fibras y a los instrumentos utilizados para observación de los desplazamientos. Un resumen de las técnicas que se utilizan actualmente para caracterizar mecánicamente materiales electrohilados se encuentran en la **Tabla 1**.

**Tabla 1. Métodos experimentales reportados para la caracterización mecánica de membranas y fibras poliméricas, la tabla incluye el nombre de la técnica y los materiales en los que han sido aplicadas.**

Nombre del ensayo	Nombre de la técnica	Materiales	Ref
<b>Tensión</b>	Cantiléver con microscopia de fuerza atómica. Máquina de ensayo de tracción. Sistemas de nanoindentación, basados en microscopia de fuerza atómica AFM.	Oxido de polietileno, (PEO) Policaprolactona (PCL) Ácido poli-láctico-co-glicólico (PLGA) Poli(L-ácido láctico) (PLLA) Poli-metil metacrilato (PMMA)	[21-27, 30, 31]
<b>Flexión</b>	Ensayo de flexión de tres puntos usando AFM Desplazamiento lateral de fibras utilizando punta de AFM Pandeo de fibra usando AFM	Silicón y dióxido de silicón Nanotubos de carbon (CNTs) Poli(L-ácido láctico), PLLA Materiales Biológicos Colageno Tipo I	[27-31]
<b>Compresión</b>	Sistemas de nanoindentación basado en AFM usando indentación elástica. Indentación elástica usando AFM	Polipirrol PLLA	[25,27]
<b>Resonantes</b>	AFM resonante de contacto	Polipirrol CNTs Nitrocelulosa	[29-30]

## Pruebas No Destructivas

Los métodos no destructivos para evaluar las propiedades mecánicas de materiales incluyen técnicas de contacto y no contacto. Dentro de los primeros tradicionalmente están las pruebas ultrasónicas en donde se utilizan transductores piezoeléctricos tanto para generar como para detectar ondas acústicas. Por otro lado, las pruebas que eliminan el contacto físico entre el sensor y la muestra son los de transmisión ultrasónica y la combinación entre fotoacústica e interferometría [32]. En lugar de utilizar un transductor piezoeléctrico para excitar ondas se utiliza pulsos láser cortos (nanosegundos a picosegundos) ó un calentamiento periódico de la superficie [33]. Para la medición sin contacto, se utilizan transductores acústo-electromagnéticos (EMAT), capacitivos y haces de luz láser [34].

Las técnicas ultrasónicas se basan en un circuito de transmisión/recepción. Donde generalmente, se tienen dos modalidades el pulso-eco y el de transmisión. En ambos casos, se usan frecuencias en el

orden de 1-50 [MHz]. Estas técnicas facilitan la inspección en varias direcciones, por lo que generalmente se usa sobre sólidos anisótropos [35], materiales compuestos [36], materiales porosos [37] y películas delgadas [38].

Dentro de la detección óptica, hay diferentes técnicas, según Mochilan [39] las divide en dos: no interferométricas e interferométricas. Dentro de la primera sección están: la técnica e la navaja, rejillas, reflexión de la luz. En la detección interferométrica están: la óptica heterodina, interferometría diferencial e interferometría de tiempo de vuelo cuya descripción se da en el capítulo dos.

En el método fotoacústico se generan ondas acústicas de volumen y de superficie con un solo pulso de luz, por lo que los modos de propagación de ondas se aprovechan para determinar las constantes elásticas [40] aplicando la teoría de la propagación de ondas elásticas en sólidos [35].

## **1.3 Ondas superficiales en la caracterización mecánica de los materiales**

Para caracterizar materiales heterogéneos, con espesores en el orden de cientos de nanómetros a micras, usualmente se utilizan ondas acústicas superficiales, las cuales fueron descubiertas por Lord Rayleigh en 1885 [41] y su concepto se aplica por primera vez en el área de la sismología; sin embargo, fue hasta la invención de los transductores piezoeléctricos que se aplicaron en el campo del ultrasonido.

Las características principales de estas ondas son: el movimiento de la partícula permanece confinado en el plano sagital (plano formado por normal a la superficie y la dirección de propagación) y en el caso de una onda viajera, el movimiento en la superficie es elípticamente retrogrado. Estas ondas desaparecen con la profundidad y perturban la capa de material con un espesor igual a su longitud de onda. Su propagación no es dispersiva en materiales homogéneos y cuando se propagan cerca de los bordes y esquinas suaves se propagan distancias grandes [42].

En los metales, la velocidad de este tipo de onda es 10% menor que la onda de cortante. Las ondas acústicas superficiales (SAW) también se denominan guiadas porque se encuentran entre distintos tipos de fronteras, por ejemplo: fronteras libres, interfaces sólido-gas o interfaces entre dos sólidos distintos.

### **Generación de ondas superficiales**

R.E. Lee y R. M. White [43] fueron los pioneros en la generación de ondas superficiales aplicando radiación láser sobre una película de aluminio, sobre un sustrato de cuarzo cristalino y sílice fundido. La onda se genera a partir de una línea enfocada para tener un frente de onda plano, sin

embargo, el ancho de banda de los receptores, de esa época no tenían la resolución para distinguir el inicio de la onda Rayleigh. Once años después, en 1979 [44] se excitan ondas acústicas usando un pulso láser Q-Switch en donde el haz es enfocando en el extremo de una muestra de aluminio. Los autores determinaron la velocidad de la onda longitudinal, transversal y superficial de manera simultánea, a través de tiempos de arribo de dichas ondas. Las ventajas del método son: medición en muestras con espesores del orden de los micrómetros y con geometrías complejas.

En el trabajo de A. Ash, se utiliza la modulación armónica de un haz láser sobre una superficie, la cual absorbe la radiación por medio de una máscara obteniéndose un pico en la señal lo que significa una generación de onda elástica con una longitud de onda es igual al espacio entre las líneas que componen la máscara.

En el trabajo de G. Veith y V.V Krylov, se utiliza una película teñida con un colorante específico sobre la superficie del material a investigar para absorber la radiación láser, además el haz es enfocado con lentes cilíndricos y esféricos para comparar la amplitud de la señal fotoacústica. Siendo [45,46] estos dos trabajos la base del método tradicional de microscopía acústica.

En el trabajo de A. M. Aindow [47], se describe la generación de ondas sobre un metal usando un punto láser enfocado en forma de franjas, y la detección mediante un transductor piezoeléctrico centrado en los 3 [MHz]. A. M. Dykhne [48] hacen un estudio de la dependencia de la amplitud de la onda superficial en función del diámetro del punto láser, la intensidad del bombeo y la dispersión de la onda, encontrando que la amplitud de la onda superficial es proporcional a la energía del pulso láser para intensidades por encima de  $10^8$  [W/cm<sup>2</sup>] y que la amplitud de la onda disminuye con la distancia siguiendo la ley  $r^{-1/2}$  (siendo  $r$  la distancia radial desde la fuente) como consecuencia de la naturaleza cilíndrica de la onda.

La generación de ondas Rayleigh para la caracterización de capas superficiales de materiales es discutido por primera vez por S. R. J. Brueck [49], usando la técnica de teñido de la superficie de cuarzo. Otros siguieron el mismo camino adhiriendo a la muestras capas de material absorbente, como aluminio o carbón, con los cuales lograron generar ondas superficiales con mayor amplitud. Recientemente Sherman [50] encuentra que la amplitud de la onda superficial se incrementa cuando se tiene un impulso en sentido contrario producido por el material expulsado desde la superficie de la muestra y si se confina el plasma con una lámina de material transparente, como agua, pintura polimérica o vidrio, la amplitud se incrementa todavía más. A esta técnica él la denomina “fuente confinada”. Alternativo a éste, para tener una fuente ablativa se hace la evaporación explosiva de una capa de material absorbente que cubre la superficie del material a evaluar [51-52]. Sherman hace la comparativa de ambas técnicas encontrando que con la fuente confinada se logra una amplitud cuatro veces mayor.

Algunos métodos experimentales [53-67] reportados en la literatura para la detección de ondas superficiales se encuentran en la **Tabla 2**. Se dan algunas aplicaciones y una breve descripción de cómo se realiza la medición.

**Tabla 2. Métodos de detección de ondas superficiales, donde se incluye el tipo transductor, una descripción del método y sus aplicaciones.**

<b>Tipo de transductor</b>	<b>Descripción</b>	<b>¿Genera o detecta?</b>	<b>Aplicación</b>	<b>Ref.</b>
<b>Mecánico</b>	Un detector acústico móvil de área pequeña que está en contacto con la superficie la cual transmite el movimiento en la punta de un cristal piezoeléctrico.	Ambos	Transductores para enviar y recibir ondas superficiales para comprobar modelos sismológicos	[53]
	Se adaptan transductores que generan ondas volumétricas para producir ondas superficiales algunas de las modificaciones se conoce como; transductores de borde; transductor de peine; películas o bloques piezoeléctricos.	Ambos	Prueba e inspección de materiales: Medición de la velocidad y atenuación; línea de retardo variable; estudios de exploración.	[55]
	Se colocan partículas sobre la superficie del material en las cuales se induce un movimiento debido al paso de una onda	Detecta	Hacer visible un haz de ondas superficiales	[54]
<b>Modo de conversión</b>	Se hace incidir ondas sobre un medio conductor o un electrodo hecho de un material piezoeléctrico. A partir de grietas hechas en la superficie de un material las ondas de volumen se convierten en ondas de superficie y viceversa.	Ambos	Propósito general: útil en conjunción con superficies guiadas.	[56]
	Inciden ondas en un medio no lineal. Conversión de ondas superficiales en ondas volumétricas debidas a grietas anti-simétricas en la superficie. Las ondas volumétricas viajan y en la frontera inferior de nuevo son convertidas en ondas superficiales. (Conversión de ondas longitudinales en ondas superficiales en un guía de onda utilizando grietas asimétricas.)	Genera ondas en frecuencias específicas	Estudios exploratorios; funciones lógicas amplificadas; fuentes en dispositivos de baja pérdida.	[57]
<b>Piezoeléctrico</b>	Arreglo periódico de electrodos colocados sobre una placa piezoeléctrica	Ambos	Procesamiento de señales.	[58]
	Transductor interdigital	Ambos	Dispositivo de procesamiento de señales ( línea de retardo, filtros, transductores de borde, amplificadores)	[59] [53]
	Acoplamiento de campos piezoeléctricos en la superficie (un solo conductor; un arreglo de electrodos; un cristal piezoeléctrico adyacente). Se excitan las matrices de electrodos con fuentes de corriente alterna.	Ambos	Estudio exploratorio de la atenuación del perfil del haz	[60]
	Medición de campos piezoeléctricos (haz de electrones; emisión electrónica)	Detección	Estudio de la atenuación del haz, reflexión, onda guiada: permite obtener la modulación de la emisión electrónica	[61]
<b>Magnético</b>	Se coloca un cable conductor sobre una placa aislante con lo cual se obtiene un campo magnético estático, que cuando pasa onda superficial este se altera.	Ambos	Propósito general específicamente en medios isótropos; medición absoluta del movimiento de partícula.	[62]
<b>Óptico</b>	Difracción de la luz, transmisión y reflexión	Detección	Medición de la velocidad y atenuación de la onda, desplazamiento, reflexión, modo de conversión, etc. Modulación y deflexión de la luz.	[63]

	Reflexión total de la luz alterada por una onda.	Detección	Medición de la velocidad y atenuación de la onda, desplazamiento, reflexión, modo de conversión, etc. Modulación y deflexión de la luz.	[66]
	Interferometría	Detección	Medición de la velocidad y atenuación de la onda, dispersión; caracterización mecánica de materiales	[67]
<b>Térmico</b>	Generación de la onda por un calentamiento transitorio de la superficie	Generación	Estudios exploratorios	[64]
	Bolómetro	Detección	Sistemas de detección a bajas temperaturas	[65]
<b>Piezo-resistiva</b>	El paso de ondas cambia la resistencia en transistor de efecto campo que es colocado en la superficie del material.	Detección	Combina semiconductores elásticos y dispositivos de procesamiento de señales.	[66]

## Caracterización mecánica

La detección de ondas acústicas superficiales utilizando láseres de onda continua, en su enfoque más simple, se realiza monitoreando la deflexión transitoria de un haz láser, con ayuda de un detector de posición, donde la señal detectada está en función del gradiente del desplazamiento y por lo tanto se obtiene la velocidad de la onda superficial. Con este tipo de arreglo sólo se mide la componente vertical de la onda mientras que la componente longitudinal o en el plano debe ser calculada con la transformada de Hilbert. Este método es conocido como Knife-Edge “navaja”, cuyas aplicaciones y características se desglosan en la [Tabla 3](#).

Otra manera de detectar ondas superficiales es con arreglos interferométricos, con los cuales se miden desplazamientos superficiales de las muestras, y si se emplean dispositivos estabilizados, se logra medir en el orden de los angstroms [67]. Este tipo de configuración, sin contacto, ha sido utilizado para medir defectos superficiales, usando la instrumentación señalada en la [Tabla 3](#). Esta técnica es conocida como “técnica de escaneo láser”, la cual se basa en la transmisión y ensanchamiento de las ondas superficiales debido a la geometría, es decir defectos angulares, defectos de borde o bifurcaciones. Esta técnica se divide en dos, detección por escaneo con una línea láser SLLS y detección por escaneo láser (SLD), cuya diferencia radica en que el punto de detección esta fijo o en movimiento.

Un enfoque similar a los dos anteriores es el método llamado espectrometría de ondas acústicas (SAW spectrometry), cuyo enfoque se basa en las relaciones de dispersión de la velocidad de fase de las ondas acústicas superficiales, las cuales se obtienen de los desplazamientos de las formas de onda adquiridas en una configuración fuente-detector a distintas distancias de separación. Esta técnica es comúnmente utilizada para la investigación de superficies debido a que la energía de la onda se concentra en la superficie de la muestra y la rapidez del decaimiento de la energía desde la superficie depende de la frecuencia de la onda [68]. Cuando se incrementa la frecuencia de la onda

superficial su energía se concentra más cerca de la superficie, por lo tanto las propiedades elásticas de una película tiene una influencia cada vez mayor en la velocidad a la que ésta se propaga.

**Tabla 3. Instrumentación utilizada para la generación y detección de ondas acústicas superficiales con técnicas de no contacto y algunas aplicaciones.**

Método	Generación	Detección	Aplicaciones	Ref.
<b>Técnica de la navaja (Knife-Edge) ó arreglo de haz-prueba-deflexión (probe-beam-deflection)</b>	Láser pulsado, 532 nm Duración del pulso 8ns, Taza de repetición 10 Hz. Tamaño del punto en la superficie 670 [ $\mu\text{m}$ ] Energía del pulso 100 [ $\mu\text{J}$ ]	Láser (cw) ( He-Ne), 632 nm Tamaño de punto; 200 $\mu\text{m}$ Intensidad 6 mW  Fotomultiplicador Osciloscopio	Velocidad de ondas superficiales  Detección de discontinuidades superficiales	[80]
<b>Scanning laser line detection (SLLS), Cuando la generación láser pasa sobre el defecto y el punto de detección se mantiene fijo.</b>	Laser pulsado de Nd:YAG Espejos galvos Mascara sobre la superficie.	Transductores PZT Transductores piezoeléctricos (100 kHz, 2 MHz) Interferómetros láser (Fabry-Perot )	Detección de discontinuidades superficiales	[81-84]
<b>Scanning laser detection (SLD) Cuando el punto de detección es escaneado y el de generación se mantiene fijo.</b>	Láser pulsado Nd:YAG, 1064 nm. Duración de pulso de 10 ns. Se enfoca una línea (6mm x 300 $\mu\text{m}$ ) sobre la superficie del material forma que este paralela al defecto superficial a medir.  Excitación termo-elástica	Interferómetro Michelson. Heterodino Fabry-Perot	Detección de discontinuidades superficiales	[78-80]
<b>SAW spectrometry or spectroscopy, broad band</b>  <b>“Espectrometría de ondas acústicas superficiales de banda ancha”</b>	Láser pulsado  Se enfoca el haz con un lente cilíndrico, formando una línea sobre la superficie del material  Excitación termoelástica	Interferómetro de Michelson cuyo haz de sondeo es colocado en el mismo lado de generación. La posición de escaneo varía para obtener la velocidad de dispersión y atenuación de la SAW	Caracterización de recubrimientos duros  Constantes elásticas de compuestos  Constantes elásticas de películas delgadas  Constantes elásticas de materiales anisótropos	[71-73]
<b>Narrow band SAW spectrometry or spectroscopy. (LITG)</b>  <b>“Espectrometría de ondas acústicas superficiales de banda estrecha”</b>	Dos pulsos láser enfocados con lentes cilíndricos, con una longitud de onda $\lambda$ son cruzados sobre la superficie de la muestra, resultado un patrón de interferencia.	Interferómetro de Michelson cuyo haz de sondeo es, colocado al otro lado de la generación y se enfoca con un lente esférico.	Constantes elásticas de materiales anisótropos  Constantes elásticas de películas delgadas	[35,69-70]

Para medir la dispersión de las ondas superficiales se requiere de una generación y medición de ondas superficiales en un intervalo amplio de frecuencias.

Los métodos de ultrasonido láser para medir la dispersión de ondas acústicas superficiales en películas delgadas soportadas se dividen en dos categorías: de banda ancha y de banda estrecha [35], donde la diferencia radica en el modo de generación de las ondas superficiales. Los denominados métodos de banda ancha [62-64] usan un láser pulsado cuyo haz se enfoca en forma de línea sobre la superficie de la muestra, con el objetivo de generar ondas superficiales que contienen muchas componentes de frecuencias de manera simultánea. La velocidad de fase de estas ondas se determina a través de la comparación de las señales acústicas adquiridas a diferentes distancias de propagación.

Los métodos de banda estrecha [65-67] se basan en técnicas de interferencia óptica (patrones de interferencia sobre la superficie de la muestra) para generar de manera selectiva ondas superficiales con una frecuencia predominante. La velocidad de fase se determina relacionando la frecuencia de la onda generada con la amplitud del vector  $k$ , el cual es determinado a través de la geometría del experimento.

Enfocar el haz en una línea, en vez de un punto o un patrón de líneas minimiza los efectos de la difracción de las ondas [60]. Se eliminan frentes de onda complejos donde la obtención de la velocidad de fase se hace difícil, debido a la existencia de señales superpuestas, sobre todo cuando se tienen muestras que producen dispersión[74].

Algunos de los arreglos experimentales reportados en la literatura, que utilizan el método de espectrometría de ondas superficiales de banda ancha, para la caracterización de elástica de materiales, se resumen en la **Tabla 4**.

**Tabla 4. Instrumentación utilizada en trabajos que se basan en la medición de ondas acústicas superficiales para la caracterización elástica de materiales.**

Nombre	Descripción	Generación	Detección
<b>Determinación de propiedades elásticas de películas de aluminio con un espesor de 1039 nm sobre un sustrato de sílice fundido [68]</b>	Emplea una plataforma que le permite la traslación X-Y y la posición es monitoreada a través de un encoder con una resolución de . La precisión nominal de la traslación en la plataforma es de 0.1 %. La distancia mínima y máxima de detección de 5 y 15 mm respectivamente. El módulo elástico medido: GPa.	Láser pulsado de YAG: Nd 532 nm. Ancho de pulso de 0.2 ns. Taza de repetición de 20 Hz. Energía del pulso 50μJ. Lente cilíndrico para tener una línea de 12 mm de longitud sobre la superficie.	Interferómetro de Michelson estabilizado. Con un fotodiodo InGaAs balanceado con un ancho de banda de 40 kHz a 800 MHz Láser cw de YAG: Nd, 1064 nm.  Brazo de medición es enfocado con un lente cilíndrico, que produce una línea de 7 mm de longitud. Disparo; fotodiodo rápido Osciloscopio con una tasa de muestreo de 10 G/s y un ancho de banda de 500 MHz.



<b>Detección de ondas acústicas superficiales en una película de aluminio con espesor de 650 nm, evaporada sobre un sustrato de sílice fundido [69]</b>	<p>Emplea un plataforma con la cual varía la distancia de separación entre la zona de generación y detección.</p> <p>Inicia con una distancia de milímetros hasta centímetros de separación. El módulo elástico y la relación de Poisson medidas son: 73 GPa y 0.34 respectivamente.</p> <p>Los valores del aluminio en volumen reportados, <math>E = 72.2</math> GPa <math>\nu = 0.34</math></p>	<p>Láser de YAG: Nd, 355 nm.</p> <p>Enfoca con un lente cilíndrico, que genera una línea de 10 mm de longitud 6 <math>\mu\text{m}</math> de ancho.</p> <p>Energía del pulso 60 <math>\mu\text{J}</math>.</p> <p>Intervalo de detección de 10 MHz- 1 GHz</p>	<p>Interferómetro de Michelson.</p> <p>Láser cw de YAG: Nd, 532 nm, 40 mW.</p> <p>Lentes esféricas con un haz enfocado de un 1 <math>\mu\text{m}</math> de diámetro.</p> <p>Pre-amplifica la señal con amplificador Aventek INA-03184</p> <p>Osciloscopio Tektronix TDS 680B con un ancho de banda análogo de 1GHz, con una tasa de muestreo de 5 GS/s</p> <p>Fotodiodo PIN Hamamatsu S4753.</p>
<p><b>Neubrand y Hess, generación y detección de ondas acústicas superficiales. Propiedades elásticas películas de oro 272 nm, plata 10 50 nm, acero 510 nm y níquel 400 nm [70].</b></p>	<p>Se monta un lente cilíndrico y un espejo de deflexión sobre una plataforma deslizable, la cual tiene una precisión de 2 <math>\mu\text{m}</math>.</p> <p>Con la plataforma varía la distancia entre la zona fuente y detección. Las distancias máximas y mínimas fueron 5 y 30 mm.</p>	<p>Láser de Excímeros XeCl, 308 nm.</p> <p>Pulso de 20 ns. Energía del pulso variable entre 20 y 500 <math>\mu\text{J}</math>.</p> <p>Enfoca con un lente cilíndrico que produce una línea de 20 mm de longitud.</p>	<p>Interferómetro de Michelson.</p> <p>Láser cw de HeNe, de 5mW, polarizado con un plato de un cuarto de onda.</p> <p>El brazo de medición se enfoca con un lente acromático con distancia focal de 10 mm produciendo un punto de 15 <math>\mu\text{m}</math> de diámetro.</p> <p>Disparo: fotodiodo rápido UV</p>

## 4.1 Observaciones del capítulo

Las membranas electrohiladas tienen múltiples aplicaciones, en las que en su mayoría se requiere del conocimiento de sus propiedades mecánicas. Derivado de esto se han diseñado diferentes instrumentos para caracterizarlas mecánicamente, todos, basados en ensayos destructivos que determinan el módulo de Young y de cortante sólo en dirección axial. Aunque existen normas que estandarizan estas pruebas todavía hay dispersión en los resultados cuando se compara entre distintas pruebas. Esto quizá sea debido a que se requiere de un dispositivo que transmita la carga de una manera uniforme a todo el material, lo cual no sucede en el ensayo de tensión, debido a que las membranas electrohiladas son un apilamiento de capas formadas de miles de fibras que a diferencia de un sólido metálico continuo hay una estructura (celda) que distribuye la carga a todo el sólido, no así en una membrana porosa, donde no hay una estructura continua (matriz) que distribuya la carga de manera uniforme a través de todas las fibras, por lo que solo depende de los puntos de contacto, así que, solo se someten a carga algunas fibras de la membrana. Por esta razón surge la necesidad de métodos que permitan evaluar la respuesta global de membranas electrohiladas, siendo la fotoacústica, en combinación con transductores ultrasónicos e interferometría, la respuesta al problema ya que se trabaja con ondas cuya longitud de onda es menor o igual a la sección transversal de la muestra. Con los esquemas de generación y medición vistos en el capítulo, permiten el estudio de materiales con espesores delgados (cientos de micras) en el que la medición está limitado a un sólo plano de la muestra.

Considerando la anterior revisión, el objetivo de la presente tesis es:

Aplicar un metodología teórico experimental (experimental que basada en fundamentos teóricos) para determinar las propiedades elásticas de las membranas electrohiladas usando ondas acústicas.

#### Justificación

Las propiedades elásticas de los materiales volumétricos homogéneos y no homogéneos se determinan a través de una serie de pruebas mecánicas clásicas; pero, las membranas electrohiladas no llenan todos estos conceptos ya que son materiales fibrosos, porosos y sin un espesor constante, por lo que la determinación de sus constantes elásticas debe ser realizada con métodos que tomen en cuenta estos factores.

#### Objetivos particulares

1. Realizar una revisión del estado del arte experimental y teórico de la caracterización de materiales electrohilados.
2. Con base en la revisión, plantear el marco teórico. Estudiar la teoría de ondas en sólidos porosos, sus parámetros y como se correlaciona la velocidad de la onda longitudinal, transversal y superficial a las propiedades elásticas. Revisión de modelos que calculan el módulo elástico de materiales compuestos. Revisión de aparatos experimentales que utilizan como principio de medición la dispersión de ondas acústicas.
3. Elegir un modelo y aproximar los módulos elásticos del material electrohilado.
4. Caracterización física de las membranas electrohiladas producidas en el laboratorio de polímeros del IIM.
5. Implementación del arreglo experimental y el sistema de adquisición de datos.
6. Calibración y ajuste de parámetros de operación.
7. Realizar corridas experimentales para la adquisición señales.
8. Acondicionamiento de señales y análisis para determinar las velocidades de ondas.
9. Aplicar ecuaciones para calcular las constantes elásticas.
10. Comparar con los resultados reportados (teóricos y experimentales)

# CAPÍTULO 2

## Principios Básicos

- 2.1 Propagación de ondas en sólidos.*
- 2.2 Ecuación de onda.*
- 2.3 Propagación de ondas en materiales porosos.*
  - 2.4 Fotoacústica.*
  - 2.5 Detección de las señales fotoacústicas.*
- 2.6 Interferometría conceptos generales.*
  - 2.7 Interferómetro de Michelson.*
  - 2.8 Técnica del electrohilado.*
- 2.9 Aproximaciones para determinar la densidad de materiales porosos.*

## 2.1 Propagación de ondas en sólidos

En medios simples y no dispersivos, definimos una onda como “la propagación auto-sostenida, a velocidad constante, de una perturbación sin cambio de forma” [85]. La inercia y la deformación elástica son dos propiedades básicas para la transmisión de ondas mecánicas en cualquier medio, ya que si esté no fuese deformable ninguna parte del medio experimentaría una perturbación y de manera similar, si el medio careciera de inercia, no presentaría retardo en el desplazamiento de las partículas y la perturbación afectaría de forma instantánea a todas ellas.

Además de la forma o perfil, una onda también se caracteriza por su velocidad de propagación y fase. La propagación de estas ondas en un medio no lineal produce dos fenómenos: la dispersión y la atenuación. El primero está asociado a la dependencia de la velocidad de propagación en función de su frecuencia y el segundo a la dispersión de la energía de la onda en el medio. Cuando la velocidad de una onda no depende de la frecuencia de propagación, se dice que el medio no es dispersivo [86]. En cambio, si lo contrario ocurre, se dice que el material es dispersivo y las ondas con diferentes frecuencias se propagan a velocidades distintas.

## 2.2 Ecuación de onda

Para relacionar las propiedades elásticas de un material con la velocidad de onda se parte de la ecuación de propagación de onda plana en un medio:

$$u(x, t) = A \cos(\omega) \left[ t - \left( x/v_{ph} \right) \right] \quad \partial \quad u(x, t) = A \cos(\omega/c)(x - ct) \quad (2.1)$$

donde  $\omega = 2\pi f$  es la frecuencia angular,  $f$  es la frecuencia de oscilación y la velocidad de propagación  $c$ . La cual es una solución de la ecuación de onda que refleja la propagación de una onda continua de frecuencia única (propagación armónica) que se mueve a lo largo del material. Se denominan ondas  $P$  o longitudinales aquellas en que las partículas del medio vibran en la misma dirección de propagación de la onda, mientras que las ondas transversales son aquellas en las que las partículas del medio vibran en dirección perpendicular a la dirección de propagación.

Las ondas de alta frecuencia contienen información útil para discriminar y cuantificar algunas propiedades físicas, mecánicas, estructurales o composicionales de sólidos y líquidos. Así, los cambios en uno o más de los cuatro parámetros medibles (*velocidad, perfil de energía, frecuencia, atenuación*) que se asocian con el paso de una onda se correlaciona con propiedades físicas tales como la dureza, módulo elástico, densidad, homogeneidad o estructura [87].

La relación general entre la velocidad del sonido en un sólido  $c$ , su densidad  $\rho$ , y sus constantes elásticas  $\sigma_{ij}$ , está dada por la siguiente ecuación  $c = (\sigma_{ij} \cdot \rho)^{1/2}$  [88].

Esta ecuación toma distintas formas de acuerdo al tipo de onda (longitudinal o transversal), y la constante elástica utilizada. Los subíndices  $ij$  tienen relevancia cuando el comportamiento del material es distinto según sea la dirección de la onda, y en caso contrario se denomina material isótropo.

## Velocidad de propagación de una onda acústica

Determinar la velocidad a la que se propagan las ondas a través de las membranas es un punto importante para su caracterización mecánica, por lo que, la expresión más simple para medir la velocidad de propagación de una onda longitudinal que se desplaza en un medio elástico es [89].

$$c_L = \left( \frac{B}{\rho} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (2.2)$$

Donde,  $c_L$ , es la velocidad longitudinal,  $B$ , el módulo volumétrico del material,  $\rho$ , es la densidad.

Sin embargo, la ecuación para la velocidad de una onda en una dimensión no es suficiente para explicar el comportamiento elástico de los materiales, lo que hace necesario utilizar la ecuación en tres dimensiones [85].

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = \sigma_{ijkl} \frac{\partial^2 u_l}{\partial x_j \partial x_k} \quad (2.3)$$

Donde  $u_i$  es el desplazamiento de un punto arbitrario en el sólido, con coordenadas  $x_k$  las cuales varían con el tiempo  $u_i = u_i(x_k, t)$ .

Si consideramos un sólido elástico, isótropo y homogéneo, las constantes elásticas  $\sigma_{ijkl}$  y se vuelven constantes y si se les agrupa y se elige una dirección de propagación, la ecuación de onda queda de la siguiente forma:

$$\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (2.4)$$

En dicho medio se propagan tanto ondas de volumen como ondas superficiales, debido a sus fronteras. Esta ecuación ha sido rigurosamente dividida por Denisov [90] para la propagación de una onda longitudinal y trasversal, cuyas ecuaciones son las siguientes:

$$\rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} - (\lambda + 2\mu) \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = 0 \quad (2.5)$$

$$\rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} - \mu \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = 0 \quad (2.6)$$

Las ecuaciones (2.5) y (2.6) están en función de las constantes de Lamé ( $\lambda$  y  $\mu$ ). Las cuales se relacionan con las constantes elásticas a través del módulo de Young  $E$ , el módulo cortante  $G$ , la relación de Poisson  $\nu$ , y el módulo volumétrico  $B$ , [91] con:

$$E = \frac{\mu(3\lambda + 2\mu)}{\lambda + \mu}, \quad (2.7)$$

$$S = \mu \quad (2.8)$$

$$\nu = \frac{\lambda(\lambda + \mu)}{2} \quad (2.9)$$

$$B = \frac{E}{3(1 - 2\nu)} \quad (2.10)$$

$$G = \frac{E}{2(1 + \nu)}, \quad (2.11)$$

Las velocidades de las ondas volumétricas se relacionan con las constantes de Lamé a través de:

$$c_L = \left( \frac{\lambda + 2\mu}{\rho} \right)^{1/2} \quad (2.12)$$

$$c_T = \left( \frac{\mu}{\rho} \right)^{1/2} \quad (2.13)$$

$$c_T/c_L = (2(1 - \nu)/(1 - 2\nu))^{1/2} \quad (2.14)$$

$$\frac{c_L}{c_T} = k \quad (2.15)$$

$$\nu = \frac{2 - k^2}{2 - 2k^2} \quad (2.16)$$

A partir de la ecuación de onda en tres dimensiones (2.3), la velocidad de la onda longitudinal está influenciada por la contribución del módulo cortante, como se esperaría en un sólido donde las ondas que se propagan producen esfuerzos y deformaciones que no están confinados en una sola dimensión. Entonces las relaciones correctas entre las velocidades de onda volumétricas y las propiedades mecánicas del material son las siguientes:

$$c_L = \left[ \frac{\left( B + \frac{4}{3}S \right)}{\rho} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (2.17)$$

$$c_T = \left[ \frac{S}{\rho} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (2.18)$$

Dónde:  $\rho$ , es la densidad,  $B$  el módulo volumétrico,  $S$  el módulo cortante,  $c_L$  la velocidad de onda longitudinal,  $c_T$  la velocidad de onda transversal.

## 2.3 Propagación de ondas en materiales porosos

Aunque se han desarrollado métodos para medir las ondas de volumen, la propagación de ondas en materiales porosos o con huecos no está desarrollada por completo. En el análisis teórico de los sólidos ideales, como el que vimos anteriormente, se describen dos velocidades de onda distintas: longitudinal y transversal [92-93].

Cuando la longitud de onda es mucho mayor que el tamaño de la sección transversal de la muestra (es decir, baja frecuencias), se da la propagación de ondas “beam waves”, lo que significa que el material es libre de deformarse lateralmente a medida que la onda se propaga, por lo que la velocidad depende únicamente del módulo elástico y la densidad del material, con la relación [94]:

$$c_{beam} = (E/\rho)^{1/2} \quad (2.19)$$

Cuando la longitud de onda es menor que el ancho de la sección transversal de la muestra, la onda no alcanza las fronteras de la muestra por lo que se propaga una onda denominada volumétrica, cuya velocidad está dada por:

$$c_{volumétrica} = (E + \frac{4}{3}G/\rho)^{1/2} \quad (2.20)$$

La ecuación 2.19 utilizada en hueso esponjoso por Ashman y sus colegas [92-94], usando frecuencias bajas para medir propiedades elásticas (50 kHz) en hueso esponjoso libre de grasa (es decir poros llenos de aire), obteniendo una correlación de  $r^2 = 0.96$ , entre el módulo medido con pruebas ultrasónicas y pruebas mecánicas [94].

En el área clínica las mediciones en cubos de hueso con dimensiones de 20 mm, utilizan ultrasonido con frecuencias del orden de 200 Hz a 800 kHz, con longitudes de onda de 2 a 8 mm. Lo que significa que, la longitud de onda utilizada es mucho menor que la sección transversal y teóricamente, se espera la propagación de ondas de volumen. Sin embargo, el hueso esponjoso en seres vivos está saturado por la grasa (medula ósea), por lo que es anisótropo y heterogéneo. Como consecuencia, la ecuación (2.20) no es estrictamente válida, por lo que se requieren de modelos teóricos que tomen en cuenta las dos fases, como la teoría de Biot [95], que relaciona las propiedades acústicas de un sólido poroso saturado de fluido, con las propiedades del material sólido, del fluido y la microestructura de los poros.

## 2.4 Fotoacústica

En esta sección se da una introducción del proceso de generación de ondas acústicas en un medio a través de la absorción de radiación óptica modulada, cuyo fenómeno se le conoce como “fotoacústica” ya que del conocimiento de éste se espera generar ondas en las membranas electrohiladas y posteriormente medirlas. Este fenómeno fue descubierto por Alexander Graham Bell en 1980, quien detectó el sonido producido por un rayo de luz solar modulada cuando incidía sobre la superficie de un material ópticamente absorbente [92]. La generación fotoacústica generalmente se debe a efectos fototérmicos, pero existen también otros mecanismos como son; electrostricción, expansión térmica, cambios fotoquímicos, evaporación o ablación y rompimiento o formación de plasma. Donde la eficiencia fotoacústica  $\eta$ , (energía acústica generada / energía de luz absorbida) es del orden de  $10^{-12}$  a  $10^{-8}$ , mientras que para los mecanismos de rompimiento la eficiencia es mayor al 30 %.

La generación fotoacústica está clasificada, según Tam [33], como directa e indirecta. En la generación directa, el pulso láser de excitación es absorbido por la muestra en donde se generan las ondas acústicas; mientras que en la generación indirecta, la onda acústica es generada en un medio adyacente acoplado a la muestra.

Otra manera de clasificar la generación fotoacústica es de acuerdo con el modo de excitación: modo de modulación de onda continua (cw), donde el haz de excitación es de tipo continuo y modulado con un ciclo de trabajo cercano al 50%, con lo que se generan formas de onda cuadradas o sinusoidales y modo pulsado, donde el haz de excitación tiene un ancho del orden de los nanosegundos ( $< 1\mu s$ ) con ciclos de trabajo de los Hertz y pico de potencia alto.

Cuando se irradia la superficie de un sólido con luz láser pulsada, la energía absorbida por el material se propaga por el medio en forma de: calor, ondas elásticas (ultrasonido) y en materiales semiconductores se producen flujos de corriente. Dependiendo de la densidad de energía depositada se tienen dos regímenes de trabajo. Con una densidad de energía baja se tiene el régimen termoelástico donde se produce un calentamiento localizado (fuerzas dipolares) esfuerzos y deformaciones termoelásticas, que actúan como una fuente de ultrasonido. Cuando se deposita una densidad de energía alta y sobrepasa el límite elástico del material se da la formación de plasma en la superficie y además de los fenómenos que se dan en el régimen termoplástico también se tiene una transferencia de momento [68].

Para explicar la generación de ondas acústicas en un medio, tomaremos como base el modelo empleado por Scruby y Drain [66], en el cual se relacionan las fuerzas dipolares al calor depositado de forma repentina por el láser y a ciertas propiedades del material. Por lo que todo se reduce a un área termoelástica-mecánica que actúa como una fuente puntual de ondas elásticas en la superficie de la muestra.



## Profundidad de penetración

En un material homogéneo e isotrópico, la energía óptica absorbida está siempre en función de la longitud de onda de la fuente de radiación y las propiedades de absorción del material. Por lo que, cuando un medio absorbente es iluminado, se produce una variación de la intensidad óptica en función de la profundidad alcanzada dentro del medio, esto debido a que la radiación absorbida es progresivamente atenuada conforme penetra en el material.

La mayor parte de la absorción y la reflexión tienen lugar cerca de la superficie, en la llamada "skin depth" (profundidad de penetración) y generalmente se denota con  $\delta$  [66].

Para la región del infrarrojo del espectro electromagnético, la profundidad de penetración para un conductor se calcula de la siguiente forma:

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi f \sigma \mu}} \quad (2.21)$$

donde  $f$ , es la frecuencia de la radiación,  $\sigma$  es la conductividad eléctrica del sólido y  $\mu$  la permeabilidad magnética.

Esta fórmula no es válida para las regiones ultravioleta y visible, debido a efectos cuánticos [66].

## Mecanismo de generación de ultrasonido por láser.

Según la referencia [96], los dos fundamentos que explican la generación termoelástica de ondas en sólidos por un dipolo térmico son:

- (1) Para tiempos pequeños la respuesta térmica del material es más rápida que la respuesta mecánica
- (2) El calentamiento repentino de una región del sólido no produce un cambio de volumen instantáneo.

Así que, la energía térmica depositada por el láser sólo es equilibrada a través de la difusión del calor y la expansión térmica volumétrica. Ambos procesos se inician pero la expansión térmica es un proceso lento en comparación con la difusión térmica. Por lo que esto produce un desbalance de energía entre ambos procesos y el equilibrio se obtiene de acuerdo con la segunda Ley de Newton, en forma de aceleraciones (ondas ultrasónicas).

Estas aceleraciones se producen también térmicamente, ya que el sólido requiere de un tiempo finito para expandirse cuando está sujeto a un cambio brusco de temperatura, dichas aceleraciones tienen dos componentes, una asociada a la expansión térmica volumétrica que debe ocurrir mientras la otra está asociada a las fuerzas de cuerpo térmicas desbalanceadas que resultan en ondas longitudinales.

## 2.5 Detección de las señales fotoacústicas

Para la detección de señales fotoacústicas comúnmente se emplean transductores piezoeléctricos, donde los materiales utilizados son los cerámicos como el titanato de zirconato de plomo (PZT) , cristales de cuarzo y polímeros piezoeléctricos como el fluoruro de polivinilideno (PVF<sub>2</sub> o PVDF) [97].

Aunque el fabricante entrega una curva característica del sensor y una frecuencia central de operación esta muchas veces cambia, debido a que los transductores en el intervalo ultrasónico requieren de un agente líquido acoplador para estar en contacto con el sólido y su respuesta en frecuencia se obtiene a través de señales acondicionadas en una frecuencia específica, lo que no se tiene en cuando se utilizan para la detección de señales fotoacústicas. Además para determinar la velocidad del sonido en un medio, la velocidad a la que viaja la onda a través del cristal del transductor en ocasiones puede tener influencia en la caracterización de un material, por lo que es importante conocer la respuesta del sensor a un pulso de luz láser así como también su ancho de banda, que ocasiones significa la detección o no detección de ondas superficiales.

Para caracterizar los transductores PZT se hace incidir sobre su cara frontal un pulso láser, lo cual genera una señal como la de la **Figura 1a**. Esta señal se filtra y se acondiciona para aplicarle la transformada de Fourier y obtener su respuesta en frecuencia, tal y como se muestra en la **Figura 1b**, a partir de la cual se obtiene el ancho de banda del sensor.

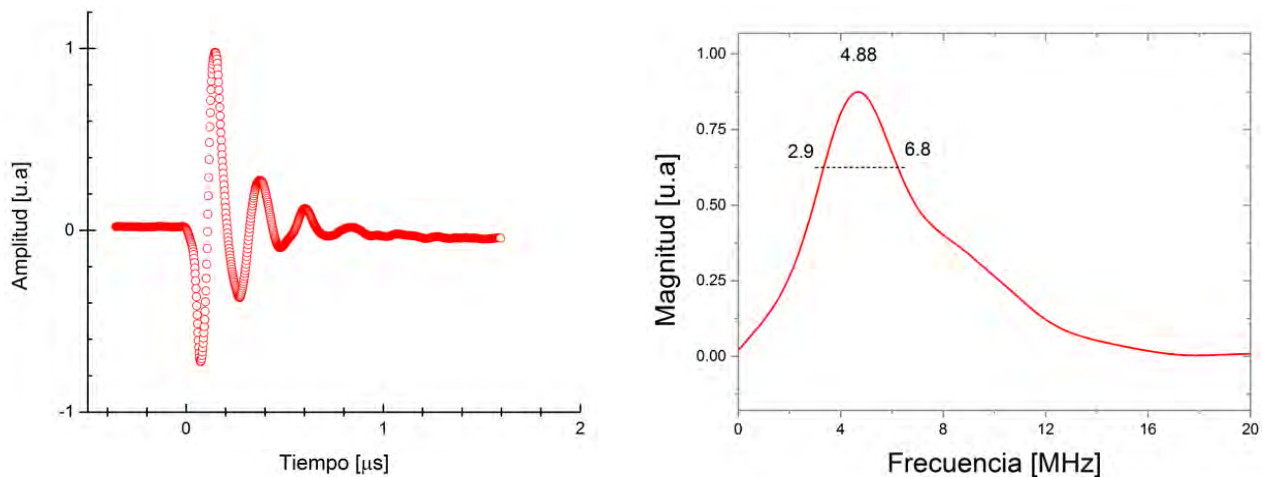


Figura 1. a) Amplitud de la señal en el dominio del tiempo b) Señal en frecuencia de un PTZ centrado en 5 MHz, la señal esta suavizado con un B-spline, por lo que 4.88 es el punto máximo de la señal.

La energía absorbida por el medio, viaja como ondas elásticas a través de él, dichas ondas tienen distintos modos de polarización dependiendo de las condiciones de frontera de la muestra. Esta forma de energía es detectada por los transductores que producen una señal eléctrica en dominio del tiempo como la de la **Figura 2**, donde la primera forma de onda representa una onda de tipo

longitudinal, la cual arriba primero porque viaja en dirección de la energía de excitación, lo que la hace fácilmente identificable.

A diferencia de la onda transversal que arriba inmediatamente después de la onda longitudinal y en ocasiones quedan enmascarada con los rebotes de la señal longitudinal en la superficie libre (fronteras), haciendo difícil discriminar su arribo.

Por último las ondas superficiales llegan mucho tiempo después, por lo que si se tiene un sensor con un ancho de banda suficiente, también es fácil discriminarlas.

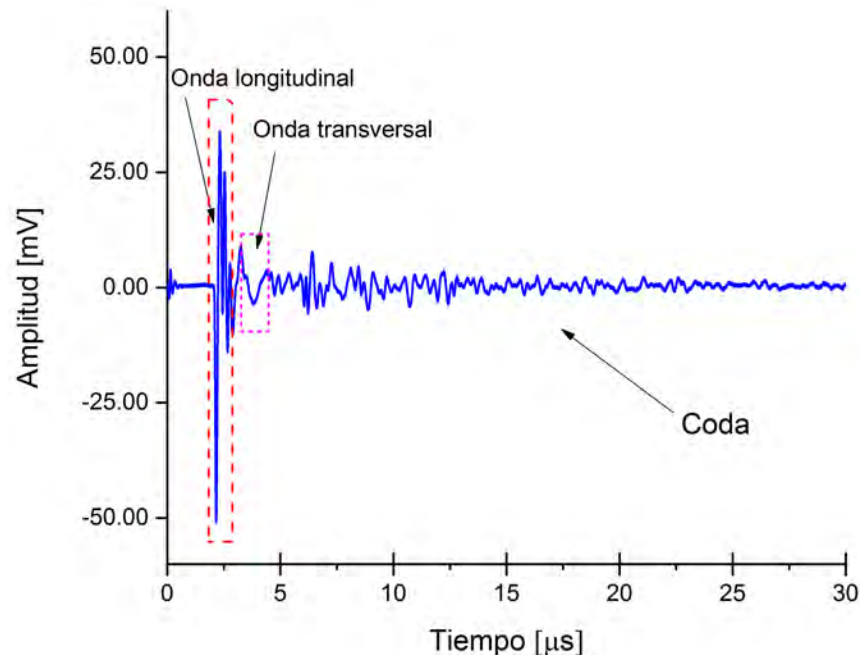


Figura 2. Medición de la velocidad del sonido en una placa de PMMA con 12.5 mm de espesor, con un transductor longitudinal de 5 MHz y un pulso láser.

## Análisis espectral de una señal fotoacústica para determinar el tiempo de arribo de la onda longitudinal.

Un sistema lineal cumple con el principio de superposición y está caracterizado por su función de transferencia (o función de Green), que es la respuesta del sistema cuando la entrada es un impulso unitario. En forma matemática, la salida del sistema será igual a la convolución de la señal de entrada por la función de transferencia del sistema [98].

El teorema de muestreo establece que el muestreo de una señal debe cumplir con la condición de Nyquist, es decir, que la frecuencia de muestreo sea dos veces mayor o más que la frecuencia máxima contenida en la señal, entonces solo así se recupera la señal.

La transformada de Fourier es una herramienta matemática que se utiliza en el procesamiento de señales y sirve para transformar una señal del dominio del tiempo al dominio de la frecuencia. Para el caso continuo se tiene [99]:

$$X(\omega) = \int_{-\infty}^{\infty} x(t)e^{-j\omega t} dt \quad (2.22)$$

Para el caso discreto:

$$X(n) = \alpha \sum_{k=0}^{N-1} X(k)e^{(j2\pi kn/N)} \quad (2.23)$$

El espectro de frecuencias de una señal nos permite saber que componentes de frecuencia están presentes y así aplicar un filtro ó determinar el ancho de banda del sensor.

La transformada de Hilbert es otra herramienta matemática para el procesamiento de señales, donde una función real,  $s(t)$ , se obtiene mediante la convolución de las señales  $f(u)$  y  $(1/\pi t)$ . Por lo tanto, la transformada de Hilbert se interpreta como la salida de un sistema con entrada  $f(u)$  y respuesta al impulso  $(1/\pi t)$ .

Dicha transformación no cambia la representación de la señal de un dominio a otro, sino que simplemente se obtiene de ella otra función:

$$H(t) = \frac{1}{\pi} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{f(u)}{u-t} du = -\frac{1}{\pi t} * f(t) \quad (2.24)$$

Si se obtiene el espectro de Fourier de la transformada de Hilbert.

$$\mathcal{F}\left(-\frac{1}{\pi t}\right) = i \operatorname{sgn}(s) \quad (2.25)$$

Equivale a dejar las amplitudes de las componentes espectrales de la señal con la misma amplitud, pero desfasada  $\pm\pi/2$ , según el signo de las variables.

## 2.6 Interferometría conceptos generales

Con base en lo encontrado en la literatura para medir los desplazamientos perpendiculares a la superficie del material provocados por el paso de una onda superficial se utiliza la técnica de interferometría cuya definición y ecuaciones fundamentales se describen a continuación.

## Interferencia

Si dos ondas de la misma frecuencia avanzan en la misma dirección y poseen una diferencia de fase que permanece constante en el transcurso de tiempo, se combinan de tal manera que su energía no se distribuye uniformemente en el espacio, sino que es máxima en ciertos puntos y mínima (solo si las dos ondas son de la misma amplitud) en otros [100].

### Interferencia constructiva y destructiva

Cuando las ondas provenientes de dos o más fuentes llegan en fase a un punto llamado P, la amplitud de la onda resultante es la suma de las amplitudes de las ondas individuales; esto es interferencia constructiva. Para que haya interferencia constructiva se debe cumplir con la siguiente ecuación.

$$LCO_2 - LCO_1 = m\lambda, \quad m = 0, \pm 1, \pm 2, \pm 3.. \quad (2.26)$$

Donde  $LCO$ , es la longitud de camino óptico, es decir, la diferencia de camino óptico para las dos fuentes debe ser un múltiplo entero,  $m$ , de la longitud de onda  $\lambda$ .

La cancelación o anulación parcial de las ondas recibe el nombre de interferencia destructiva. La condición para que haya este tipo de interferencia, es que las ondas provenientes de las fuentes lleguen a un punto P, exactamente medio ciclo fuera de fase [100].

$$LCO_2 - LCO_1 = \left(m + \frac{1}{2}\right)\lambda, \quad m = 0, \pm 1, \pm 2, \pm 3.. \quad (2.27)$$

### Diferencia de fase y diferencia de camino óptico

Cuando la diferencia de longitud de camino óptico es de una longitud de onda, la diferencia de fase de un ciclo es  $\phi = 2\pi \text{ rad} = 360^\circ$ . Cuando la diferencia de fase es de  $\lambda/2$ , entonces  $\phi = \pi \text{ rad} = 180^\circ$ . Es decir, la razón de la diferencia de fase  $\phi$  con respecto a  $2\pi$  es igual a la razón de la diferencia de camino óptico  $LCO = LCO_2 - LCO_1$  con respecto a  $\lambda$ , esto se relaciona:

$$\frac{\phi}{2\pi} = \frac{LCO_2 - LCO_1}{\lambda} \quad (2.28)$$

Por lo que la diferencia de fase ocasionada por una diferencia de trayectoria será:

$$\phi = \frac{(2\pi)(LCO_2 - LCO_1)}{\lambda} = k(LCO_2 - LCO_1) \quad (2.29)$$

Donde  $k = 2\pi/\lambda$  es el número de onda.

Para decodificar la información de la fase a través de interferometría se realiza un monitoreo óptico, usando un láser como fuente óptica. El campo eléctrico de estas ondas se expresa con la siguiente ecuación [101]:

$$E = a \exp[j(\omega_{opt}t - \phi)] \quad (2.30)$$

Donde E, es el campo eléctrico, de amplitud  $a$ , frecuencia  $\omega_{opt}$  y fase  $\phi$ .

Es importante notar que los fotodetectores que existen en el mercado no miden la fase del campo eléctrico, ya que estos dispositivos solamente miden la intensidad óptica (es decir de amplitud,  $a^2$ ). Existen diversas formas en las que el ultrasonido afecta el haz de luz, por lo que hay diferentes técnicas de demodulación: la técnica de intensidad modulada y técnica de fase o frecuencia modulada. Intensidad modulada, es cuando el haz de luz reflejado cambia de sentido, debido a una variación del índice de refracción del medio como consecuencia del paso de la señal ultrasónica, ver **Figura 3a**. Dicho cambio se mide utilizando fotodetectores y en la mayoría de los materiales la variación de la intensidad es pequeña. En la técnica de fase o frecuencia modulada, el paso del ultrasonido genera un desplazamiento de la superficie en un medio, provocando un cambio en la longitud de la trayectoria y un cambio en la fase de la luz reflejada, como en la **Figura 3b**.

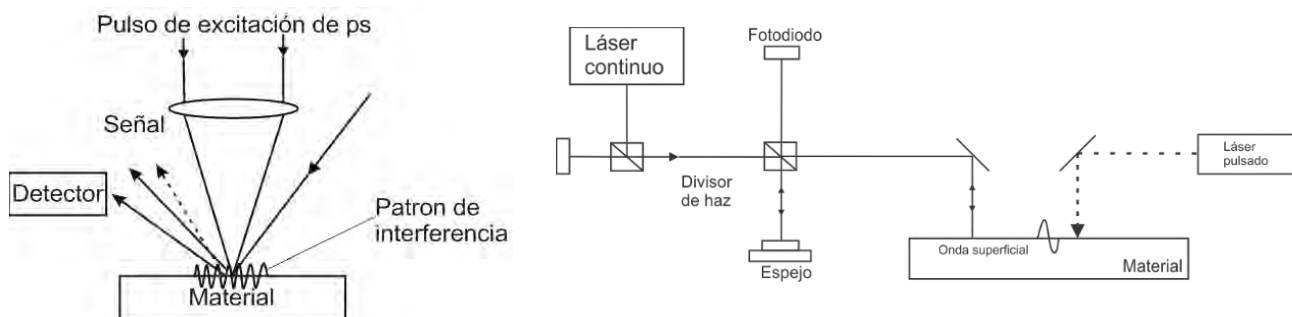


Figura 3. a) Medición no interferométrica

b) Medición interferométrica

## 2.7 Interferómetro de Michelson

Como se dijo en el capítulo anterior la configuración de Michelson es la mayormente utilizada en la medición de ondas superficiales debido a la facilidad de implementación y la resolución que proporciona como instrumento de medición, por lo que a continuación se describe el funcionamiento del interferómetro de Michelson, el cual es parte de la instrumentación utilizada en este trabajo.

El interferómetro de Michelson de dos haces es una configuración en la que el láser de medición se divide en dos caminos, un haz es enviado a la superficie que se pretende monitorear y el otro a un espejo de referencia, después de que ambos haces son reflejados por sus respectivas superficies se recombinan en un fotodetector y producen una interferencia cuya señal es [101]:

$$I_{ph} = I_m + I_r + 2\sqrt{I_m I_r} \cos(\phi_m - \phi_r) \quad (2.31)$$

Donde  $(\phi_m - \phi_r)$  es proporcional al desplazamiento de la fase óptica entre el haz de referencia y el de medición.  $I_m + I_r$ , es la suma de las intensidades de los haces y  $2\sqrt{I_m I_r}$  es el factor de conversión del fotodetector [101].

En el interferómetro basado en fibra óptica como el que se utilizara en este trabajo, la medición se realiza a través de un mecanismos de iteración que afecten un parámetro óptico de la fibra, como un cambio de intensidad, en el estado de polarización o un cambio de la fase del campo óptico. De acuerdo con el parámetro afectado se realiza una configuración de lectura que transforme esa variación en una señal eléctrica de salida. La salida de un OFS está clasificada de la siguiente manera:

**Tabla 5. Clasificación de sensores de fibra óptica según la referencia [101].**

Lectura	Tipo de fibra	Tipo de fuente
Intensidad (potencia)	Multimodo (ocasional mono)	LED
Polarimétrico (estado de polarización)	Monomodo	Láser
Interferométrico (fase óptica)	Monomodo	Láser

Esta clasificación no es simplemente nominal ya que implica un tipo de fibra y una fuente determinada para implementar la salida [101].

Cualquier tipo de interferómetro óptico utiliza un brazo de medición y uno de referencia, cuya configuración en fibra óptica se muestran en la Figura 4.

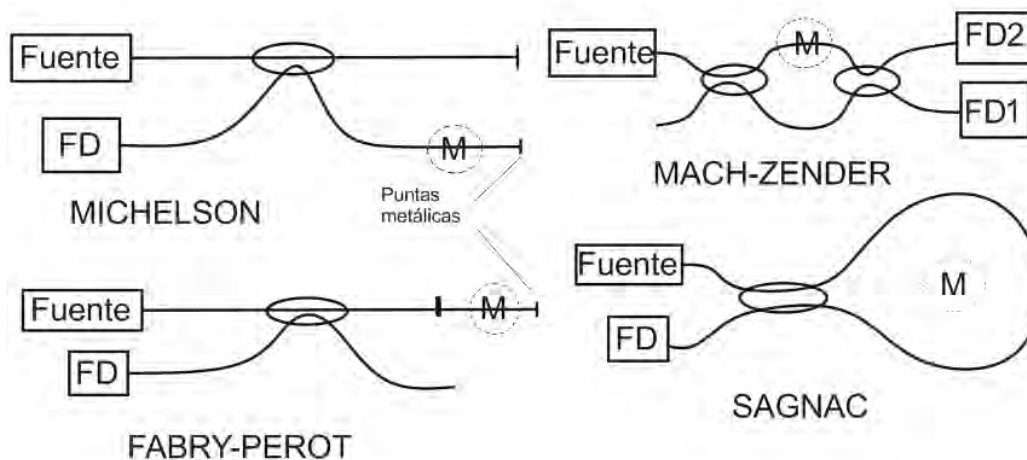


Figura 4. Configuraciones interferométricas con fibra óptica según la referencia [101].

## 2.8 Técnica del electrohilado.

La manufactura de las muestras a las que se les caracteriza mecánicamente en esta trabajo están hechas con la técnica de electrohilado con la cual se tiene la formación de nanofibras a través del estiramiento uniaxial de una solución viscoelástica. En esta técnica se hace uso de fuerzas electrostáticas para estirar la solución polimérica a medida que ésta se solidifica. Por lo tanto, si no hay ninguna interrupción durante el proceso se da la formación continua de: una fibra con diámetros del orden de los cientos de nanómetros hasta algunos micrómetros. Dicho tamaño de diámetro está en función de; la distancia de colección, la velocidad de colección y voltaje aplicado [102].

Un equipo de electrohilado convencional, (ver Figura 5) consiste de un tubo capilar o aguja, a través del cual el líquido es sometido a un campo eléctrico el cual es aplicado con una fuente de alto voltaje, la aguja es conectada a la terminal positiva mientras que un colector separado a una cierta distancia del capilar es conectado a tierra. Por medio de una bomba inyectora la solución polimérica se hace pasar a través del capilar formando una gota colgante en la punta, que al aplicarle voltaje, la solución se carga provocando un aumento de la tensión superficial del líquido, lo que conduce a la formación del cono de Taylor. Si el voltaje aplicado continúa aumentando, se produce un chorro de fibra acelerado desde el vértice hasta el colector. A partir de esto se produce un apilamiento de fibras, las cuales se alinean o no, dependiendo de cómo se colecten, produciendo así capas y capas de fibras superpuestas formando así membranas.



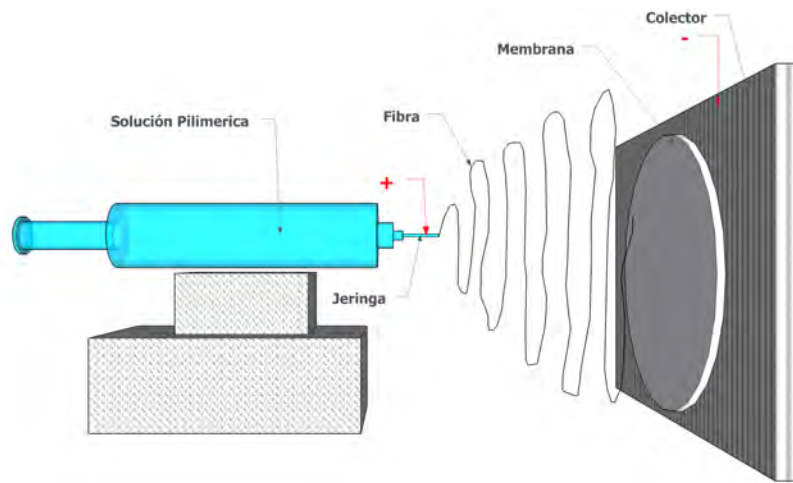


Figura 5. Esquema que ejemplifica el proceso de electrohilado.

## 2.9 Aproximaciones para determinar la densidad de materiales porosos

Con lo visto en la literatura se sabe que la cantidad de espacios vacíos o huecos llenos de aire, muchas veces llamados como poros, tiene una influencia en la densidad y el módulo elástico. La densidad, es la cantidad masa por unidad de volumen que ocupa. Sus unidades en el sistema internacional son,  $[\text{kg}/\text{m}^3]$ , sin embargo, los materiales porosos no rellenan todo el espacio. El volumen que ocupan deja huecos. Normalmente los poros se encuentran llenos de gas o líquido que dificultan la determinación del volumen y la masa del sólido poroso. Como el módulo de Young está relacionado con la densidad de la muestra es necesario realizar una corrección para tener la menor dispersión en los datos.

Líquido de imbibición. Este método consiste en sumergir el medio poroso completamente en un fluido durante un determinado tiempo para que el fluido penetre en los poros. La muestra es pesada antes y después de la imbibición. Estos dos pesos junto con la densidad del fluido introducido permite determinar el volumen de poros. [103].

Material electrohilado. Depende de la determinación del volumen y peso de líquido utilizado en la manufactura de la muestra, menos el peso y volumen de la muestra ya manufacturada [104].

$$\rho_{\text{muestra}} = \frac{m_e}{v_e} - \frac{m_m}{v_m} \quad (2.32)$$

Donde;  $m_e$ , masa de material electrohilado,  $V_e$ , volumen de material electrohilado,  $m_m$ , masa de la membrana,  $V_m$ , volumen de la membrana.

Análisis de imagen. La porosidad de la muestra es igual a la cantidad de vacíos que hay en el volumen de la muestra, la cual está determinada por secciones de imágenes de la muestra. En ocasiones es necesario impregnar los poros con algún material para hacer visibles los poros y por medio del análisis de imágenes se cuantifica la cantidad de poros por unidad de área.

# CAPÍTULO 3

## Modelado

*En este capítulo se calculan las cotas inferior y superior del módulo elástico utilizando aproximaciones teóricas para materiales compuestos fibrosos que contiene espacios. Primeramente, se utiliza un modelo para materiales heterogéneos en donde se supone una matriz de aire que contiene fibras poliméricas. Para la segunda aproximación, se supone una mezcla polimérica que tiene una fase dispersa, cuyo módulo elástico se corrige en función de los espacios vacíos. El capítulo queda dividido por consiguiente en:*

*3.1 Modelo Semi-empírico de Halpin-Tsai.*

*3.2 Aproximación de módulo elástico longitudinal.*

### 3.1 Modelo semi-empirico de Halpin-Tsai para calcular módulo elástico en materiales heterogéneos

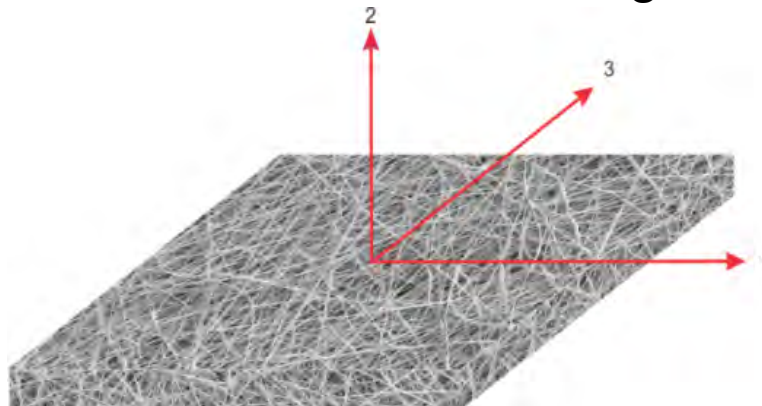


Figura 6. Imagen de una membrana electrohilada con un tres ejes ortogonales que son las tres direcciones principales, donde el plano 3,1 es el plano de electrohilado de la membrana y que en este trabajo se le nombra plano de la dirección de las fibras.

Para aproximar el módulo de elasticidad paralelo al eje principal del compuesto se utiliza un modelo micro-mecánico simple, la regla de la mezclas (ROM) [105], en el cual se asume que la matriz y la fibra experimentan un esfuerzo uniforme en dirección de las fibras. Por lo que para un compuesto unidireccional en la dirección 1 el módulo es:

$$E_1 = E_f V_f + E_m V_m \quad (3.1)$$

Donde,  $E_1$  es el módulo del compuesto,  $E_f$  y  $E_m$  son los módulos de las fibras y de la matriz,  $V_f$ ,  $V_m$  la fracción volumétrica de fibras y de la matriz.

Para la **relación de Poisson**<sup>2</sup>,  $\nu_{1,2}$ , se tiene la siguiente relación:

$$\nu_{1,2} = \nu_{f,(1,2)} V_f + \nu_m V_m \quad (3.2)$$

Donde,  $\nu_{1,2}$ , es relación Poisson de las fibras y  $\nu_m$ , es la relación Poisson de la matriz.

Las ecuaciones de Halpin-Tsai [106], son las formas prácticas del modelo generalizado de auto-consistencia de Hill, que resultan en un modelo para su uso en materiales compuestos. Estas aproximaciones están basadas en la “regla de la mezclas” donde no se toma en cuenta la interacción de los componentes del compuesto debido a la diferencia de sus coeficientes de Poisson. Para estas aproximaciones se asume que los constituyentes son transversalmente isótropos con respecto a la dirección longitudinal.

<sup>2</sup> La relación de Poisson ( $\nu$ ) es un parámetro característico de cada material que indica la relación entre las deformaciones longitudinales que sufre el material en sentido perpendicular a la fuerza aplicada y las deformaciones longitudinales en dirección de la fuerza aplicada sobre el mismo, para mayor referencia ver la sección de anexos, teoría de la elasticidad.

Las ecuaciones desarrolladas incluyen el denominado factor de forma  $\xi$ , el cual agrega la geometría de refuerzo (fibra), que puede variar de 0 a  $\infty$ . Su valor se calcula con la relación  $\xi=2(ld)$  donde  $(ld)$  es la relación de aspecto de las fibras.

Mientras que el módulo elástico en la dirección trasversal, se calcula con la siguiente relación.

$$E_2 = E_m \left[ \frac{1 + \xi \eta V_f}{1 - \eta V_f} \right], \quad (3.3)$$

Donde,  $\xi$  es el factor de forma.

$$\eta = \frac{\left[ \left[ \frac{E_2}{E_m} \right] - 1 \right]}{\left[ \left[ \frac{E_2}{E_m} \right] + \xi \right]}, \quad (3.4)$$

En el caso del módulo de cortante principal, tanto las fibras como la matriz están sometidas a la misma tensión cortante. Para calcular el cortante se utiliza la ecuación (3.5).

$$G_{12} = G_m \left[ \frac{1 + \xi \eta V_f}{1 - \eta V_f} \right], \quad (3.5)$$

$$\eta = \frac{\left[ \left[ \frac{G_f}{G_m} \right] - 1 \right]}{\left[ \left[ \frac{G_f}{G_m} \right] + \xi \right]}, \quad (3.6)$$

Para fibras circulares en una disposición cuadrada, este valor aplica para fracciones volumétricas de fibra hasta 0.5

Las otras constantes se calculan a partir de:

$$E_3 = E_2 \quad (3.7)$$

$$G_{13} = G_{12} \quad (3.8)$$

$$\nu_{13} = \nu_{12} \quad (3.9)$$

$$\frac{\nu_{12}}{E_1} = \frac{\nu_{23}}{E_2} \quad (3.10)$$

$$G_{23} = \frac{E_2}{2(1 + \nu_{23})} \quad (3.11)$$

Si se considera a la membrana electrohilada como un material transversalmente isótropo, con un plano de simetría en (2,3) como el de **Figura 6**, se tienen cinco constantes ingenieriles independientes;

1. Módulo de elasticidad longitudinal,  $E_1$ .
2. Módulo de elasticidad transversal,  $E_2$ .
3. Coeficiente de Poisson,  $\nu_{12}$ .
4. Coeficiente de Poisson,  $\nu_{23}$ .
5. Módulo cortante,  $G_{13}$ .

Las 5 constantes ingenieriles se calculan con las ecuaciones 3.1 a la 3.11, utilizando los valores de la **Tabla 6**. Suponiendo una matriz de aire, se programa en MATLAB (anexos) y se hace el cálculo en función de la fracción volumétrica de fibras.

Las propiedades volumétricas reportadas de los materiales que componen la membrana electrohilada son:

**Tabla 6. Propiedades de los materiales utilizadas en el modelo para el cálculo de las constantes elástica**

Propiedades	Valor	Ref
Módulo elástico de la fibra (PLA)	3.9 GPa	[107]
Módulo elástico de la gelatina	2.4 GPa	[110]
Relación de Poisson fibra	0.360	[111]

A partir de estos datos se obtiene la **Tabla 7**, donde se desglosan los valores del módulo elástico longitudinal y transversal en función de la fracción volumétrica de las fibras.

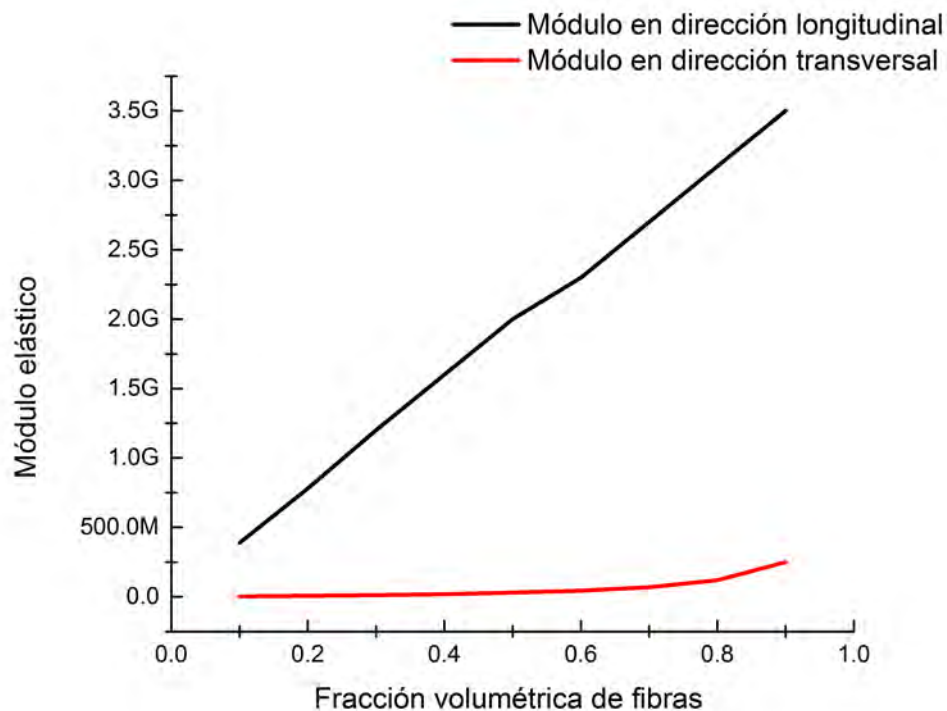
**Tabla 7 Módulos calculados con el modelo de Halpin-Tsai.**

Fracción de fibras [v/v %]	$E_1$	$E_2$	$\nu_{12}$	$G_{13}$	$\nu_{23}$
0.10	3.9E+08	3.5E+06	0.49	6.3E+05	0.00
0.20	7.8E+08	7.7E+06	0.47	1.3E+06	0.00
0.30	1.2E+09	1.3E+07	0.46	2.2E+06	0.01
0.40	1.6E+09	2.0E+07	0.45	3.4E+06	0.01

0.50	2.0E+09	3.0E+07	0.43	5.1E+06	0.01
0.60	2.3E+09	4.5E+07	0.42	7.6E+06	0.01
0.70	2.7E+09	6.9E+07	0.47	1.2E+07	0.01
0.80	3.1E+09	1.2E+08	0.39	2.0E+07	0.01
0.90	3.5E+09	2.5E+08	0.38	4.4E+07	0.03

Analizando los resultados de la **Tabla 7**, se observa que el módulo en la dirección uno incrementa conforme se agregan fibras en la matriz por encima de un 30% de fibras y se tiene un módulo del orden de los GPa. En la dirección dos, el módulo incrementa de una manera menos pronunciada, pero varía de decenas a miles de MPa.

La relación de Poisson  $\nu_{12}$  se mantiene cerca de 0.45, a diferencia del Poisson en el plano 2,3 ( $\nu_{23}$ ), el cual permanece casi constante en 0. Esto significa que las propiedades elásticas en dirección de las fibras son mayores con respecto a las propiedades elásticas en la dirección transversal.



**Gráfica 1.** Módulo elástico del material en dos direcciones: longitudinal en negro (dirección 1) y transversal color rojo (dirección 2).

## 3.2 Aproximación del módulo elástico longitudinal

Para acotar el intervalo del módulo elástico en dirección longitudinal, se utiliza el modelo de Kerner-Uemura-Takayanagi. Para ello se supone una mezcla de dos polímeros, donde el polímero que se encuentre en mayor concentración será la matriz y en contra parte el de menor concentración será la fase dispersa.

El modelo de Kerner-Uemura-Takayanagi se divide en dos, dependiendo del comportamiento interfacial de la mezcla, es decir, con adhesión perfecta o no adhesión.

---

### Modelo Kerner-Uemura-Tkayanagi (KUT).

Este modelo trata a las mezclas como, una matriz continua de un polímero con módulo  $E_m$  y un coeficiente de Poisson  $\nu_m$  (menor a 0.5) que contiene inclusiones esféricas de otro polímero con un módulo  $E_d$  [110]. Por lo que este modelo tiene dos variaciones, uno en el que se asume una adhesión perfecta en la interfaz de la mezcla (ecuación 3.14) y otro en el que se asume no hay adhesión (ecuación 3.15).

$$E_b = E_m \left( \frac{(7 - 5\nu_m)E_m + (8 - 10\nu_m)E_d - (7 - 5\nu_m)(E_m - E_b) \phi_d}{(7 - 5\nu_m)E_m + (8 - 10\nu_m)E_d - (8 - 5\nu_m)(E_m - E_b) \phi_d} \right) \quad (3.14)$$

$$E_b = E_m \left( \frac{(7 - 5\nu_m)E_m - (7 - 5\nu_m) E_m \phi_d}{(7 - 5\nu_m)E_m + (8 - 10\nu_m)E_m \phi_d} \right) \quad (3.15)$$

Donde,  $\nu_m$ , es la relación de Poisson de la matriz y,  $E_b$  es el módulo del compuesto.

**Tabla 8. Datos reportados de los materiales utilizado en la aproximación teórica.**

Propiedades	Valor	Ref
Módulo elástico de la fibra (PLA)	3.9 GPa	[112]
Módulo elástico de la matriz (Áire)	0.2 MPa	[108]
Relación de Poisson fibra	0.360	[107]
Relación de Poisson matriz	0.5	[109]
Halpin Tsai factor de reforzamiento para el módulo elástico	150	
Halpin Tsai factor de reforzamiento para el módulo cortante	75	



A la ecuación 3.14 se le agrega una corrección del módulo elástico utilizando la relación de Coble-Kingery [113] (ecuación 3.16), donde se suponen huecos esféricos. Quedando por lo tanto el módulo en función del porcentaje de vacíos en la mezcla.

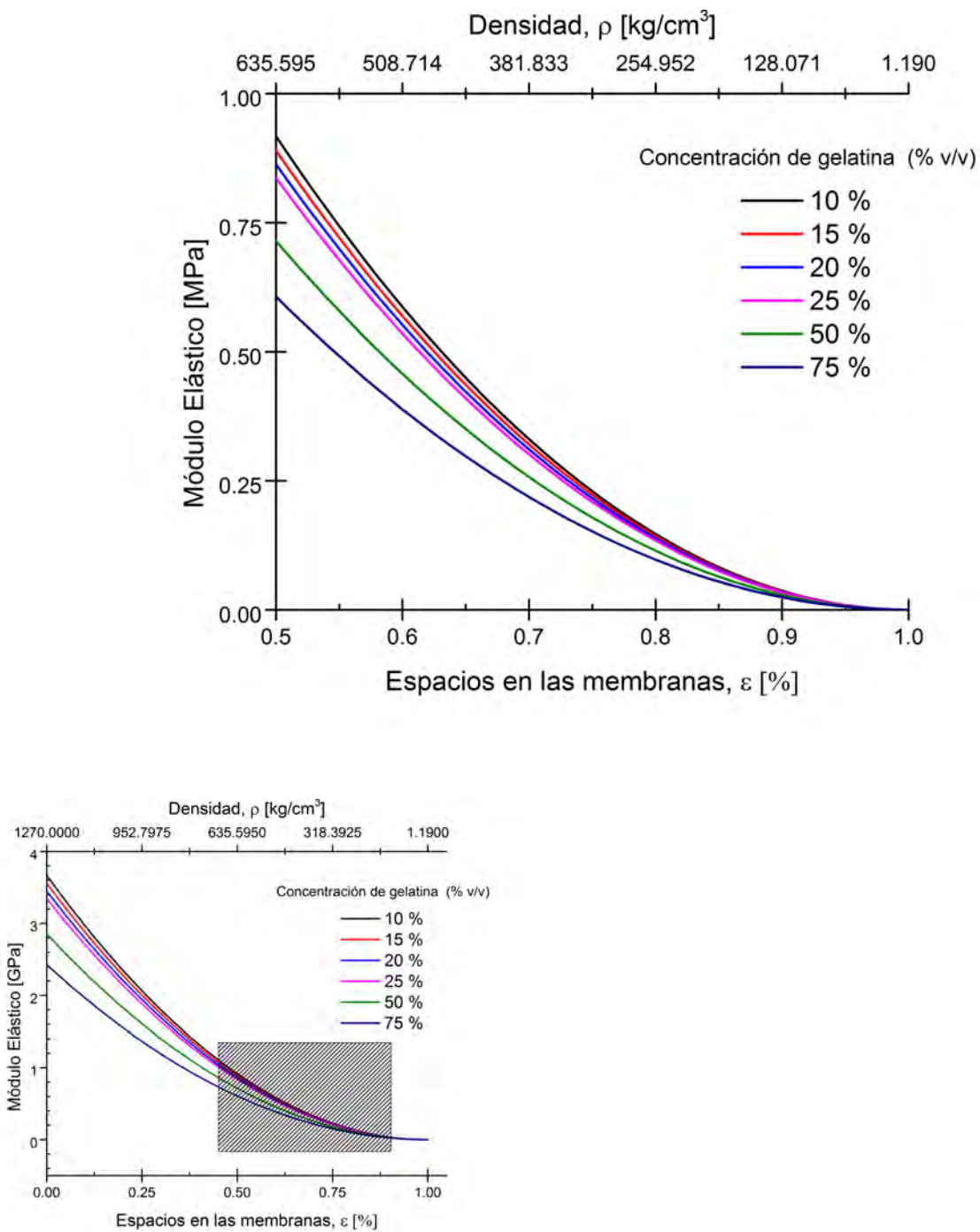
$$E_f = E_s(1 - \phi)^2 \quad (3.16)$$

## **Resultados teóricos**

A partir de las correcciones hechas, se obtienen las cotas superior e inferior para un material poroso hecho de PLA con Gelatina a diferentes concentraciones volumétricas. En estas corridas teóricas se varió la concentración de gelatina de 10 hasta 75 %.

En los materiales electrohilados, el porcentaje de espacios vacíos comúnmente está por encima del 50% por lo que se hace una ampliación a la Gráfica 2 para tener las cotas de los valores del módulo elástico en la dirección longitudinal ( $E_1$ ).

Las aproximaciones teóricas sirven para predecir el orden en que deben estar los módulos medidos en la dirección longitudinal para membranas de PLA y Gelatina. Como se ven en la Gráfica 2, el incremento de la concentración de gelatina reduce el módulo elástico y la densidad del compuesto conforme se incrementa la cantidad de huecos (espacio entre fibras). Para valores de huecos por encima del 70 %, el módulo se encuentra en un intervalo de cientos de MPa a decenas MPa, como se observa en la Gráfica 2.



Gráfica 2. Módulo elástico en dirección las fibras en función del aire contenido en la muestra y en el eje superior de muestra la variación de la densidad conforme el incremento de aire.

# CAPÍTULO 4

## Preparación de las muestras electrohiladas

*Este capítulo inicia con una breve introducción de la aplicación de las membranas de PLA con gelatina, después se dan las propiedades de cada material involucrado, así como de las condiciones de electrohilado para obtener dichas membranas. Posteriormente se muestra la caracterización microscópica obtenida con SEM a partir de la cual se calcula el diámetro promedio de las fibras y el porcentaje de huecos en cada una. Se continúa con una caracterización física, donde se mide la cantidad de espacios entre las fibras (huecos) a través de dos métodos; gravimetría y líquido de intrusión. Por último, se realiza la medición del espesor y la densidad de las muestras. El capítulo queda dividido en las secciones siguientes:*

*4.1 Propiedades de los materiales y sustancias*

*4.2 Manufactura de membranas para la conformación de muestras*

*4.3 Caracterización microscópica con SEM*

*4.4 Medición de h en los andamios*

*Medición por líquido de intrusión*

*Gravimetría*

*4.5 Cálculo de la densidad de las muestras tipo lámina*

*4.6 Cálculo de la densidad de la muestra tipo barra*

La ingeniería de tejidos biológicos tiene como objetivo elaborar andamios que permitan el crecimiento y proliferación de células. Existen diversas técnicas para la obtención de andamios y entre ellas está el electrohilado en el cual están implícitas diversas variables como: voltaje, distancia entre el colector y la jeringa y tasa de flujo. Las cuales modifican la morfología de la membrana electrohilada.

## **4.1 Propiedades de los materiales y sustancias**

Para la manufactura de las muestras, se utiliza Poli (ácido láctico) que es un polímero biodegradable y bio-compatibles con propiedades hidrófobas y se le agrega gelatina para aumentar su carácter hidrofílico. El Poli (ácido láctico) tiene un peso molecular de 192,787 g/mol, e índice de polidispersidad de 100000 g/mol, proporcionado por NatureWorks y Gelatina (gelatina de pescado y 1,1,1,3,3,3 Hexafluoruro-2-propanodiol ambos de SIGMA-ALDRICH Co. Para la purificación del poli (ácido láctico) se utiliza cloroformo (de Alfa Aesar A Johnson Mathey Company) y Metanol de J. T. Baker. La solución tiene una relación de 25/75 (v/v).

## **4.2 Manufactura de membranas para la conformación de muestras**

El aparato experimental de electrohilado incluye una fuente de alto voltaje variable (Bertan 210-50R) con un intervalo de operación de 3 a 50 kV.

La solución polimérica se coloca en una jeringa con capacidad de 5 ml con una punta capilar de 1 mm de diámetro. El voltaje positivo es aplicado a través de un alambre colocado en la punta de la jeringa. En este arreglo se produce un campo eléctrico sobre la solución polimérica. Cuando el campo eléctrico excede un cierto valor crítico de la solución se produce cargas de repulsión mutuas que superan la tensión superficial de la gota que se encuentra en la punta de la aguja ver Figura 7, produciendo un chorro cargado eléctricamente que forma fibras las cuales se colectan en una lámina de aluminio conectada a tierra y colocada a una distancia de separación específica de la punta de la jeringa. Para producir membranas con espesores de algunos milímetros se necesita alrededor de 1 hora de electrohilado.

Se electrohilan tres tipos de membranas a las cuales se les nombra A, B y C, éstas se diferencian por las concentraciones de gelatina que contienen. Para electrohilar la membrana tipo A, se tiene una solución de 13% de poli(ácido láctico). Las condiciones de procesamiento son: 8 cm de distancia entre la aguja y el colector, a 10 kV, y una tasa de flujo de 0.5 ml/h. Para la membrana B, se tiene una solución con 13% de poli (ácido láctico) y 15 % de gelatina en una porción 3:1. Para la membrana C se tiene una solución con una concentración de 20 % de gelatina). Las condiciones de

procesamiento son de las muestras B, C son: 8 cm de distancia entre el colector y la jeringa, a una tasa de flujo de 0.5 ml/h, 10 kV.

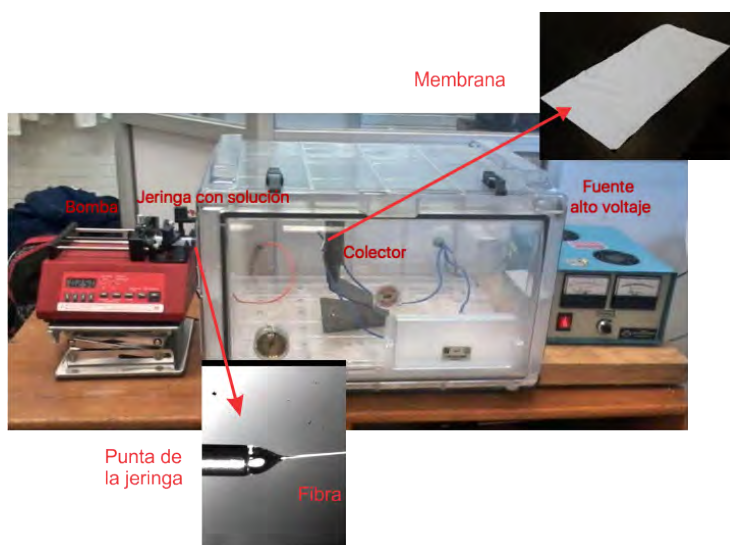


Figura 7. Máquina de electrohilado de instituto de materiales de la UNAM, donde se señalan las partes que integran el proceso y se agrega una fotografía de una membrana electrohilada.

### 4.3 Caracterización microscópica con SEM

Esta caracterización se realiza mediante el microscopio electrónico de barrido (SEM), localizado en el Instituto de Investigación en Materiales en el Laboratorio Universitario de Microscopía Electrónica (LUME).

Las muestras se preparan con un área de 1 cm<sup>2</sup>, ver Figura 8a después se les agrega una película de oro para hacerlas conductoras, Figura 8b, y por último se introducen en el Microscopio SEM.

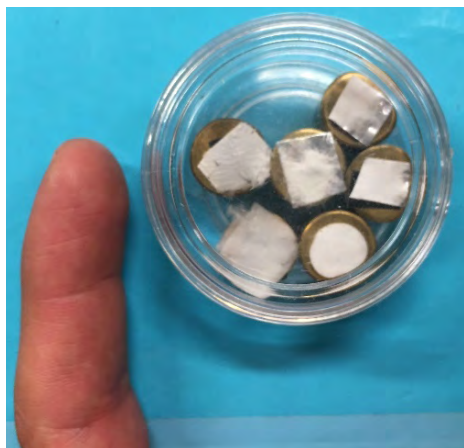
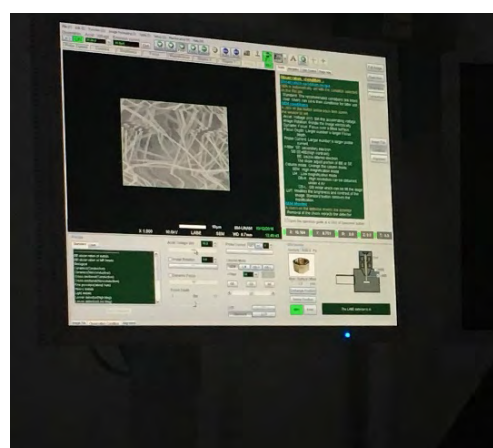


Figura. 8 a) Muestra



b) Microscopio SEM



c) Interfaz del microscopio



La colección de imágenes se despliega en la **Figura 9**.

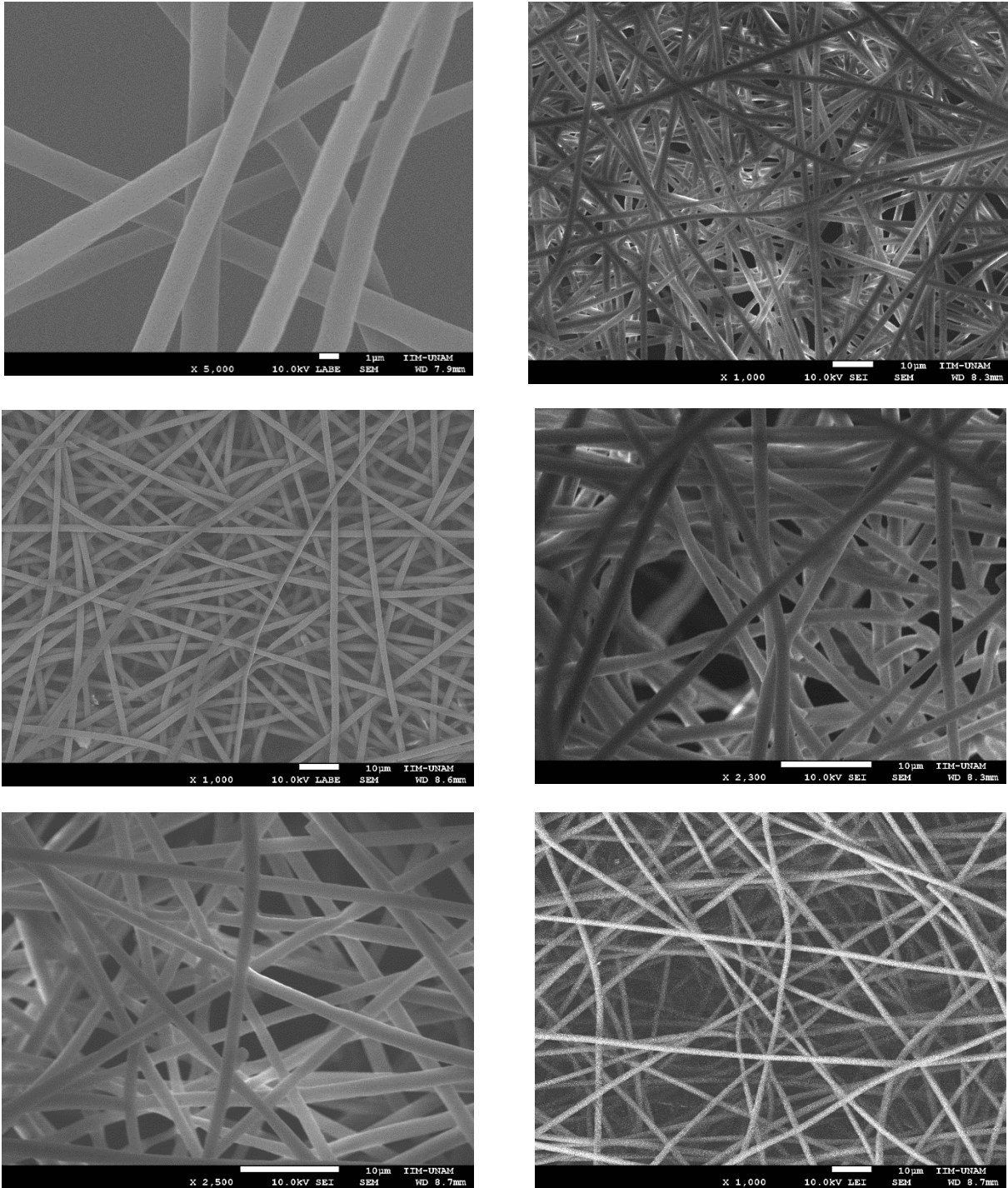


Figura 9. Colección de imágenes de SEM donde se observa la distribución de fibras y el tamaño de su diámetro.

Con el programa image J, a todas las imágenes SEM se les sustrae el fondo, es decir, se resaltan las fibras, al realizar este paso la imagen queda oscura, por lo cual se ajusta el brillo y contraste, ver

**Figura 10.** Mediante la herramienta treshold, seleccionamos la parte del fondo y con la herramienta analyze particle size obtenemos tamaño promedio de huecos y el porcentaje que estos representan en la membrana. Los datos medido están en la **Tabla 9**. Estos datos solo se midieron en las muestras B, C.

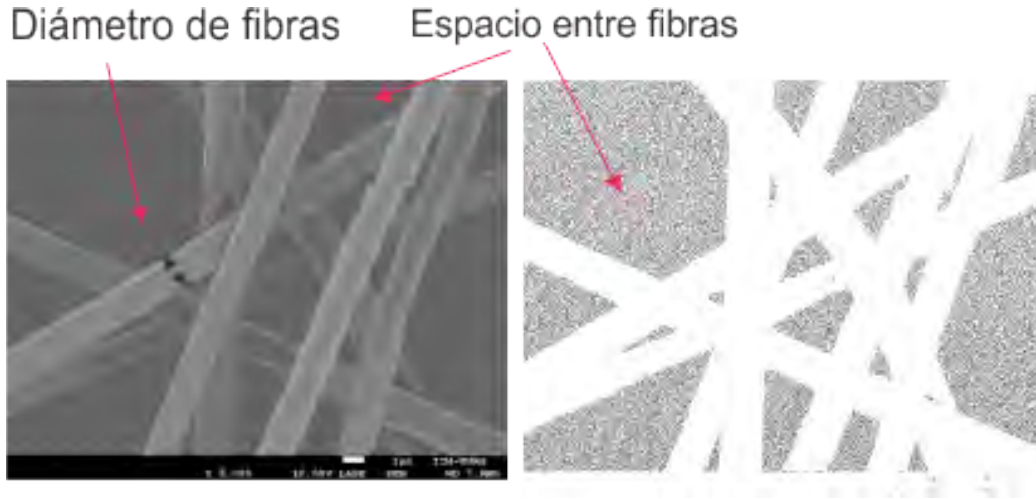


Figura 10. Análisis de imágenes SEM para determinar el porcentaje de espacios entre fibras y el diámetro promedio de fibras, con ayuda de un procesador de imágenes.

**Tabla 9. Espacio y diámetro de fibra promedio medidas con SEM.**

Muestra	Tamaño de poro [mm <sup>2</sup> ]	Diámetro promedio de fibras [μm]
B	4.0920 ± 2.7	0.6339 ± 0.1
C	3.5277 ± 3.7	0.6153 ± 0.1

## 4.4 Medición de espacios entre las fibras del andamio

Para la medición de los espacios vacíos en las membranas de poli-ácido láctico con gelatina se utilizan dos métodos; gravimetría y líquido de intrusión.

### Medición de la cantidad espacio entre la fibras por el método líquido de intrusión

Esta es una técnica experimental en la cual se introduce un líquido en un material poroso, en el cual se suponen que los espacios que hay entre la membrana serán ocupados por el líquido introducido. Para lograr conocer la cantidad de espacios que tiene la muestra se utiliza la diferencia de volumen que tiene la muestra con líquido y sin líquido en su interior, utilizando la ecuación 6.1

- Los andamios de se cortan con una medida de 2 cm por 2cm
- Se mide el espesor
- Su peso se determina en una balanza analítica
- Se sumerge cada andamio en 2 ml de alcohol etílico desnaturalizado y se colocan en un sonicador BRANSON 2510 durante dos horas
- Con un papel filtro se les quita el exceso de alcohol a los andamios, para secarlos
- Y se les vuelven a pesar.

El espacio vacío  $\varepsilon$  que hay entre los andamios se calculó con la siguiente formula:

$$\varepsilon = \frac{V_{alcohol\ absorbido}}{V_{alcohol\ absorbido} + V_{andamio}} \quad (6.1)$$

$$\rho_{alcohol} = \frac{m_{alcohol}}{V_{alcohol}} \quad (6.2)$$

$$V_{andamio} = \frac{m_{andamio}}{\rho_{andamio}} \quad (6.3)$$

$$\rho_{andamio} = \rho_{PLA} * f_{PLA} + \rho_{gelatina} * f_{gelatina} \quad (6.4)$$

Los volúmenes se calculan utilizando la ecuación (6.2) y (6.3), las densidades se obtienen de la literatura. Lo resultados para las muestras B y C se muestran en la [Tabla 10](#).

**Tabla 10. Densidad de los materiales de la mezcla.**

Densidad PLA [g/cm <sup>3</sup> ]	Densidad de la gelatina [g/cm <sup>3</sup> ]	Densidad del andamio [g/cm <sup>3</sup> ]
1.21	1.3	1.27

**Tabla 11. Datos de la densidad medida por el método líquido de intrusión.**

Muestra	Peso inicial [mg]	Peso final [mg]	Peso del alcohol [mg]	Volumen de alcohol absorbido [cm <sup>3</sup> ]	Volumen del andamio [cm <sup>3</sup> ]	Espacio [%]
B	7.2	41.6	34.4	0.044	0.0493	0.885
C	6.5	23.3	16.8	0.021	0.0264	0.806



## Medición de la cantidad espacio entre la fibras por el método de gravimetría

Con esta técnica primero se calcula la densidad real de la membrana electrohilada, a través de la medición su peso y área medida, para ello se cortan muestras de andamio de 2 cm por 2 cm, a esta densidad se le nombra densidad del material. El porcentaje de espacios llenos de aire o espacio entre las fibras  $\varepsilon$  del andamio se calcula con la fórmula 6.5.

$$\varepsilon = 1 - \frac{\rho_{andamio}}{\rho_{material}} \quad (6.5)$$

A continuación de muestran los resultados de los espacios vacíos calculados en la [Tabla 12](#)

**Tabla 12. Datos de la densidad medida por el método de gravimetría.**

Muestra	Área [mm <sup>2</sup> ]	Espesor [mm]	Volumen [mm <sup>3</sup> ]	Masa del andamio [mg]	Densidad del andamio [mg/mm <sup>3</sup> ]	Densidad del material [mg/mm <sup>3</sup> ]	Espacio [%]
B	400	0.099	34.4	0.044	0.0493	0.89	0.86
C	400	0.073	16.8	0.021	0.0264	0.81	0.82

Con base en las mediciones realizada con los métodos, se concluye que la cantidad de espacio entre la fibras para la muestra B, oscila entre 86 y 88 por ciento mientras que para la muestra C se encuentra entre 80 y 82 por ciento. Esto hace pensar que con el incremento de gelatina el porcentaje de huecos en las membranas disminuye. Y la variación que hay entre las mediciones en promedio son de dos unidades como se muestra en la [Figura 11](#).

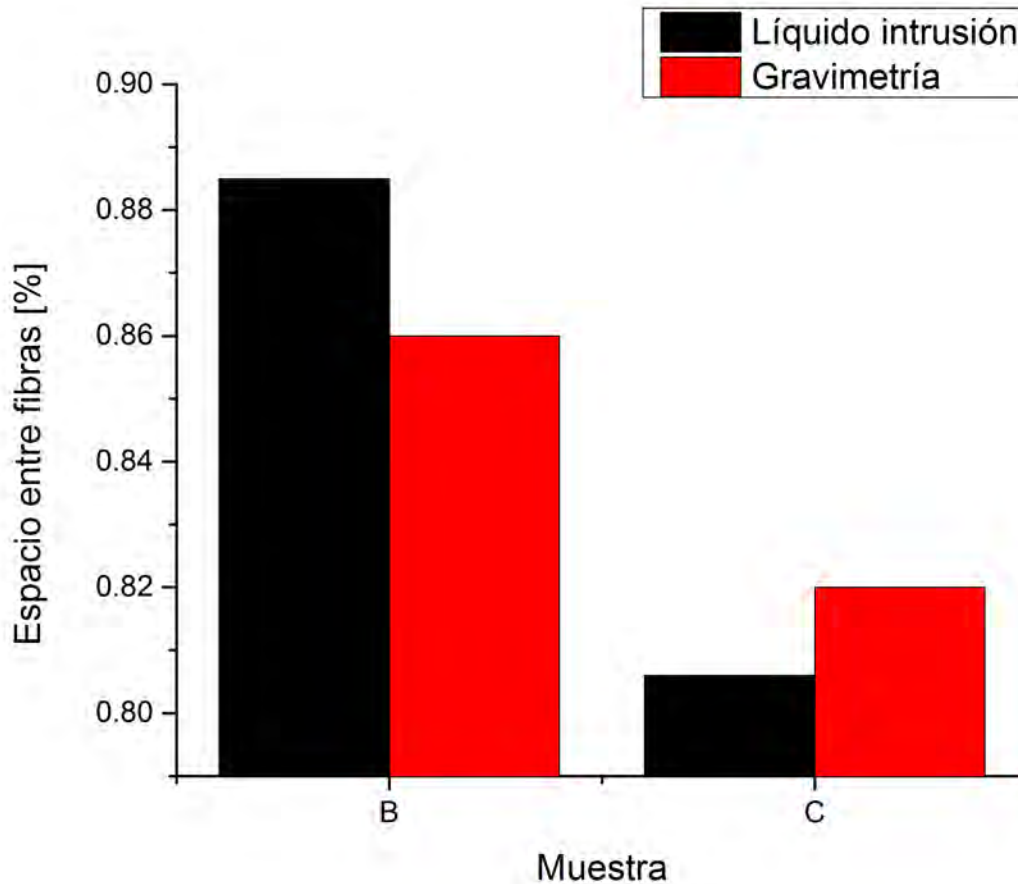


Figura 11. Comparativa del porcentaje de espacios en las membranas B y C, medidos por dos métodos.

## 4.5 Cálculo de la densidad de las muestras para la prueba tipo lámina.

Para hacer la medición se requiere que la muestra tenga una geometría específica, para ellos se tienen dos tipos de muestras, las tipo lámina y tipo barra, cuya justificación se describe ampliamente en el capítulo siguiente (capítulo 5).

Para las muestras “tipo lámina” se cortan muestras de 2.5 ancho por 5 centímetros de longitud, se cortan tres muestras por cada tipo de membrana ver Figura 12 y se les nombra según la [Tabla 13](#).

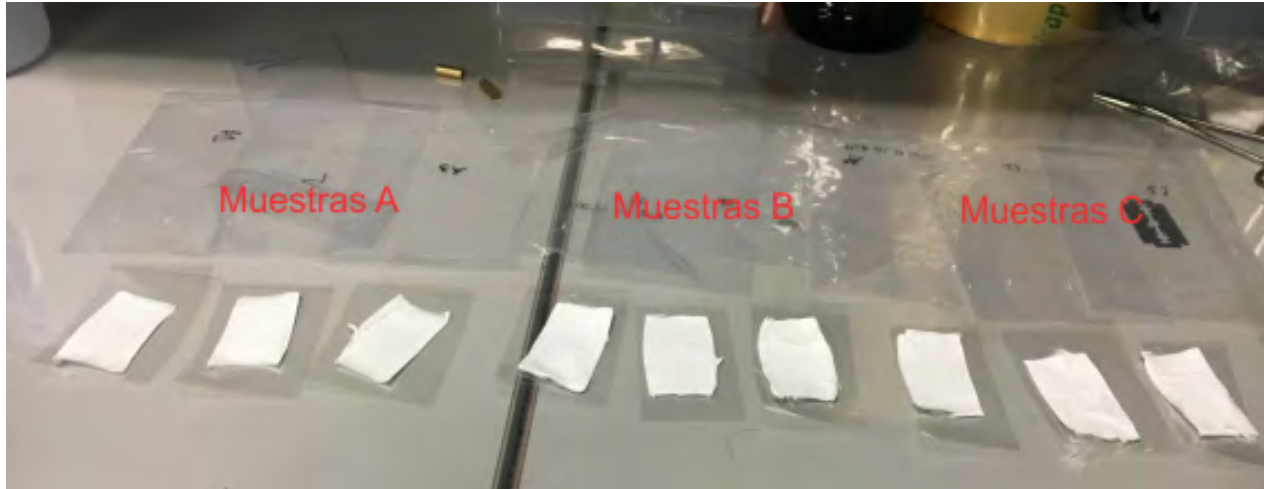


Figura 12. Imagen de las membranas electrohiladas para la medición en la dirección dos.

**Tabla 13. Nomenclatura general para las muestras.**

	A1
<b>A 13% PLA 0% GE</b>	A2
	A3
	B1
<b>B 13% PLA 15% GE</b>	B2
	B3
	C1
<b>C 13% PLA 20%GE</b>	C2
	C3

Para obtener la densidad experimental, se pesan en una balanza analítica marca PRECISA. Esta medición se realizó 5 veces por muestra y se obtiene un peso promedio por muestra, ver [Figura 13](#). Primeramente, se realiza la medición del espesor de cada uno de los vidrios obteniendo un espesor promedio. Posteriormente, se mide el espesor colocando la muestra entre las dos láminas de vidrio, realizando un barrido de 10 puntos sobre la superficie. Esto se hizo 5 veces en las 9 muestras. Este dato se le resta del valor del espesor promedio de los dos vidrios y así se obtiene el espesor de cada membrana. Finalmente, se calcula el volumen de las muestras a partir de cuyo valor se obtiene la densidad y el espacio de cada una de las muestras.

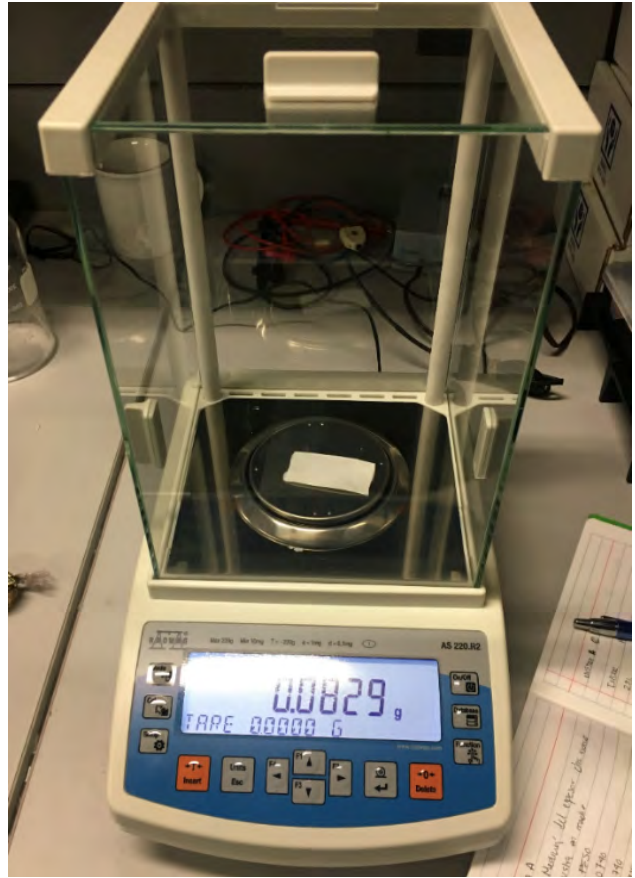
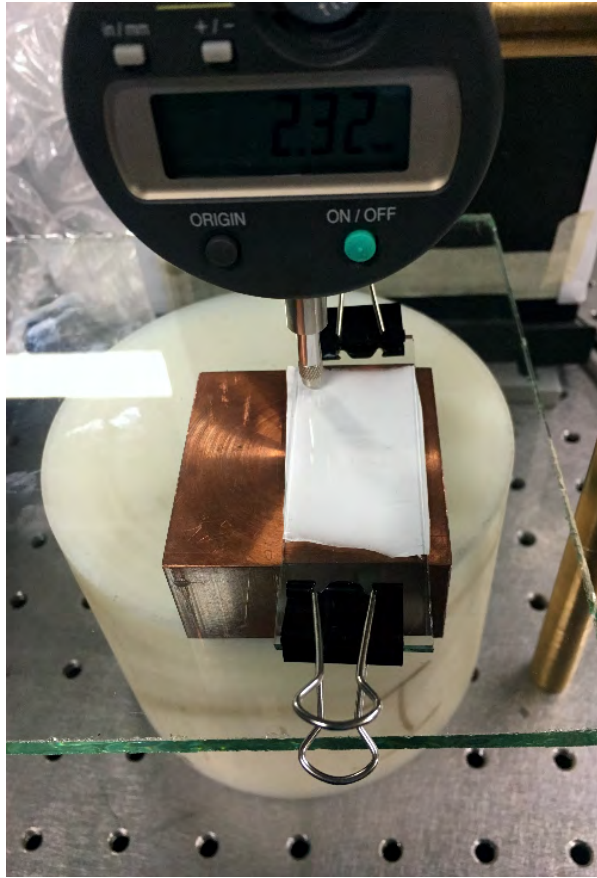


Figura 13. a) Medición del peso en la balanza analítica b) Medición del espesor de la membrana colocada con un micrómetro.

Tabla 14. Densidad y cantidad de espacio en las muestras planas.

Muestra	Espesor de la membrana [μm]	Masa [mg]	Volumen [mm <sup>3</sup> ]	Densidad [kg/m <sup>3</sup> ]	Espacio [%]
A1	322±110	73.94±0.05	402.5±15	183.70±7	0.85
A2	360±102	81.44±0.05	400.0±12.8	180.98±5	0.85
A3	368±103	82.98±0.13	460.0±13.0	180.39±5	0.85
B1	182±117	20.80±0.0	227.5±14.7	91.43±6	0.93
B2	180±102	20.30±0.0	225.0±12.7	90.22±5	0.93
B3	168±090	19.6±0.11	210.0±14.4	93.14±6	0.93
C1	230±142	18.56±0.11	235.0±15.9	78.81±5	0.94
C2	156±124	18.52±0.11	195.0±15.6	95.69±8	0.93
C3	122±110	17.3±0.07	152.5±13.8	113.44±10	0.91

## 4.6 Cálculo de la densidad de las muestras para la prueba tipo barra

Las muestras son cortadas y enrolladas con un longitud y diámetro específico, tal y como se muestran en la [Figura 14](#). Para tener una caracterización de las muestras estas se pesan en una balanza analítica y se miden con un vernier, ver [Figura 15](#).

A partir de los valores de volumen y peso se obtiene la densidad y la cantidad de espacio vacío en cada uno de los rollos, el resumen de los datos está en la [Tabla 15](#).



Figura 14. Imagen donde se muestran las membranas enrolladas dentro del porta muestras de vidrio, para la medición en la dirección uno.



Figura 15. a) Medición de la longitud de la muestra b) Registro del peso de las muestras tipo barra en una balanza analítica. Se observa la muestra en el centro del plato de la balanza.

Tabla 15. Densidad y cantidad de espacio de las muestras tipo barra.

<b>Muestra</b>	<b>Peso</b>	<b>Volumen</b>	<b>Densidad</b>	<b>Espesor</b>	<b>Espacios vacíos</b>
	<b>[mg]</b>	<b>[mm<sup>3</sup>]</b>	<b>[kg/m<sup>3</sup>]</b>	<b>[mm]</b>	<b>[%]</b>
A1	21.86±0.09	101.7±13.3	214.9±28.9	4.13±0.13	0.82
A3	25.20±0.10	107.4±2.5	234.7±6.4	4.36±0.02	0.81
A2	16.76±0.11	93.7±7.5	178.9±15.6	3.80±0.08	0.85
B2	13.66±0.15	87.9±5.8	155.4±12.1	3.57±0.07	0.88
B1	13.40±0.07	81.2±5.1	165.0±11.1	3.30±0.06	0.87
B3	15.18±0.11	84.2±13.3	180.3±29.8	3.42±0.16	0.86
C2	14.20±0.12	87.9±21.4	161.5±40.8	3.57±0.24	0.87
C3	13.80±0.07	85.8±6.7	160.9±13.4	3.48±0.08	0.87
C1	12.92±0.08	84.8±18.5	152.3±34.2	3.44±0.22	0.88

# CAPÍTULO 5

## Diseño

*El capítulo inicia con la descripción general de la evaluación mecánica de un material a través de la técnica fotoacústica pulsada. Posteriormente, se describen dos conceptos de acondicionamiento de la membrana electrohilada para ser evaluada elásticamente en dos direcciones.*

*Subsiguientemente, se mencionan los parámetros de diseño que deben cumplir los arreglos experimentales y se describe la instrumentación para la generación y medición de las ondas.*

*El capítulo queda dividido en las siguientes secciones:*

*5.1 Diseño conceptual.*

*5.2 Requerimientos técnicos.*

*5.3 Equipo*

*Generación de ondas*

*Detección de ondas superficiales*

*Detección de ondas de volumen*



## 5.1 Diseño conceptual.

Con base en lo visto en el capítulo uno, sobre las técnicas de caracterización elástica de materiales basadas en la generación y medición de ondas ultrasónicas, el proceso para la caracterización elástica de membranas electrohiladas se divide en tres etapas a saber:

1. La generación de ondas fotoacústicas y su adquisición.
2. La medición de las ondas en función del tipo de onda y dirección.
3. El análisis de las señales para determinar el tiempo de arribo de las ondas.
- 4.

### Etapa uno, generación.

La primera etapa del proceso es, la generación, en donde retomando la información del capítulo uno, se sabe que hay diferentes maneras para generar ondas de volumen ó superficiales y que con ambas se recuperan las constantes elásticas conociendo las velocidades de onda y la densidad del material. Se selecciona un láser pulsado como generador de ondas ultrasónicas y se incluye un material que recubra la membrana, para aislar las fibras de la radiación láser y que al mismo tiempo sea una fuente de emisión de ondas. Ver [Figura 16](#). Este material se agrega para amplificar la absorción de la energía y en consecuencia incrementar la amplitud señal fotoacústica, además de proteger la muestra de algún tipo de ablación o fractura.

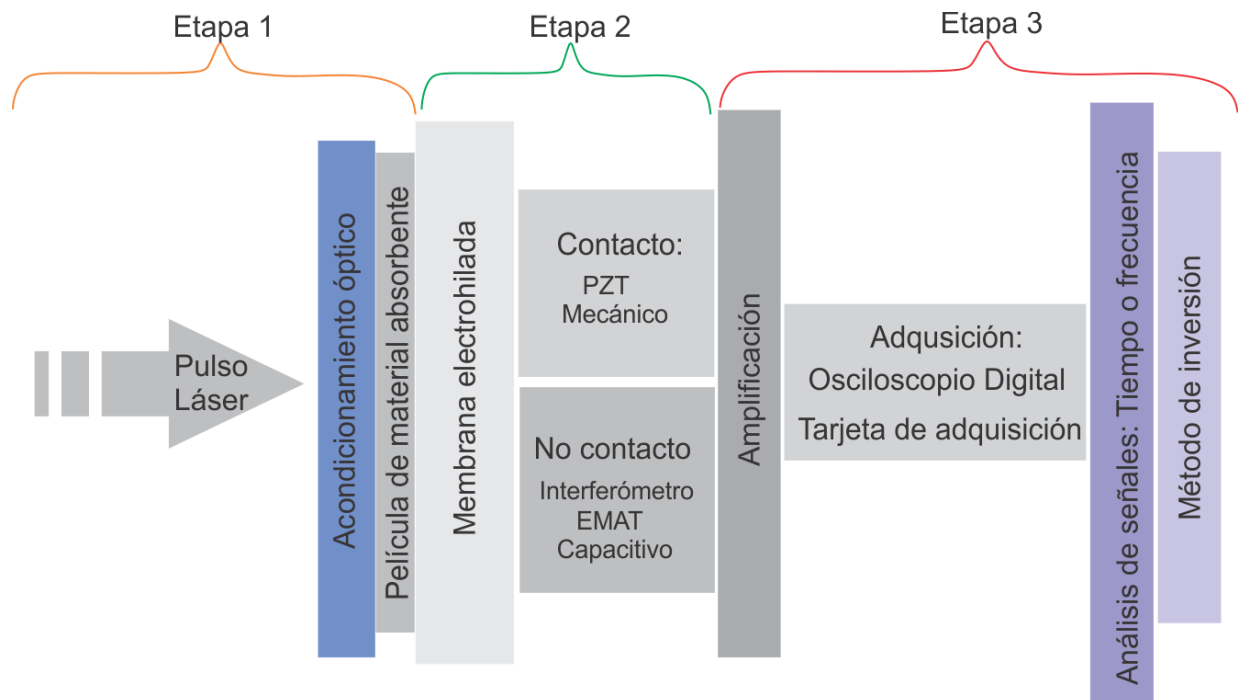


Figura 16. Diagrama del proceso general a seguir para la caracterización mecánica de la membrana, dividido en tres etapas, en la que se describen cada una de las partes que la integran.



## Etapa dos, medición.

En el capítulo tres se ha considerado que el comportamiento elástico de la membrana electrohilada se supone como un material homogéneo y transversalmente isótropo con un plano de simetría en (2, 3), ver **Figura 17**.

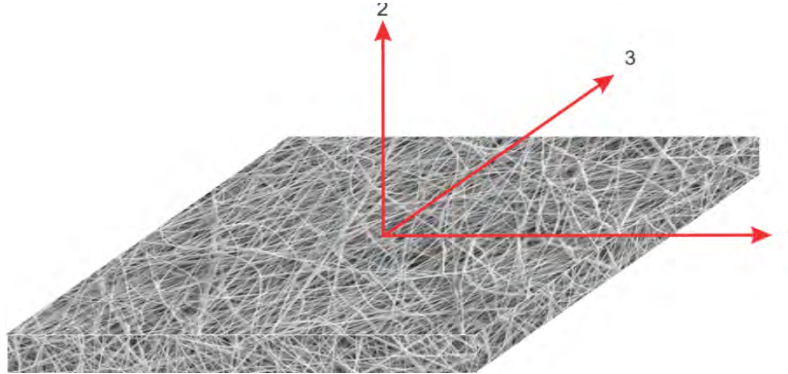


Figura 17. Imagen representativa de una membrana electrohilada con tres ejes ortogonales que son las direcciones de la membrana.

Para calcular las cinco constantes ingenieriles ( $E_1$ ,  $E_2$ ,  $\nu_{12}$ ,  $\nu_{23}$ ,  $G_{13}$ .) se deben adquirir señales fotoacústicas que incluyen ondas superficiales y de volumen en dos direcciones de la membrana (1 y 2), ver **Figura 17**. Por lo anterior, para generar y medir ondas de volumen y superficiales en la dirección 1, se requiere de dos configuraciones de acondicionamiento. Para la dirección 2 se requiere de una configuración de acondicionamiento para medir ondas de volumen. Todas estas propuestas se fundamentan en los arreglos experimentales mostrados en el capítulo uno.

## Medición en la dirección 1

---

### Configuración 1, esquema de medición con el interferómetro

Para generar y medir ondas superficiales de tipo Rayleigh, en el plano 1,2, y calcular el módulo elástico  $E_1$  y la relación de Poisson  $\nu_{12}$  se requiere de la instrumentación descrita en la Tabla 3 del capítulo 1. En Figura 18, se representa un sólido en donde una onda de tipo Rayleigh la cual viaja a través de la interfaz formada por dos medios, película y substrato, cuya velocidad está en función de las propiedades elásticas del medio por el que viaja. Además se observa que este tipo de onda se introduce en el medio una profundidad igual a su longitud de onda.

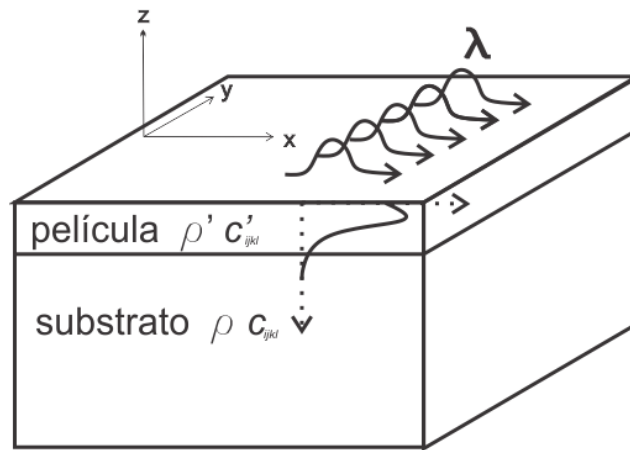


Figura 18. Sistema coordinado para un substrato con densidad  $\rho$  y un tensor elástico de constantes  $c_{ijkl}$ , cubierto con una capa con una densidad  $\rho'$  y tensor de constantes elásticas  $c'_{ijkl}$ . Se ilustra una onda de tipo Rayleigh que viaja a lo largo del recubrimiento.

Para generar una onda superficial sin contacto en el material se requiere un láser pulsado. Para medir el desplazamiento perpendicular al plano (3, 1) provocado por el paso de la onda superficial (SR) se requiere de un Interferómetro de Michelson, cuyo brazo de medición se coloca en el mismo plano de generación, teniendo un arreglo fuente-detección en la cual se cambia la distancia que hay entre ellos, para obtener la dispersión y velocidad de las ondas superficiales.

Debido a que los materiales electrohilados abarcan un área grande con poca cantidad de material se dejan espacios entre las fibras los cuales, encuentran llenos de aire (huecos) por lo que requieren de un material auxiliar para sostenerse debido a su nula rigidez. Además, dado que los diámetros de las fibras de la membrana están en el intervalo de los cientos de nanómetros a hasta algunas micras son frágiles a cualquier esfuerzo externo. Por lo que la incidencia directa de pulso láser en la membrana sólo lograría hacer un agujero en el material en vez de inducir ondas elásticas.

Derivado de esto se propone usar la técnica de capa absorbente; la cual consiste en utilizar un material con un coeficiente de absorción alto, en el que se hace incidir el pulso láser. Permitiendo trabajar en el régimen ablativo para generar ondas y transferirlas a la membrana.

Además, la película de material absorbente debe cubrirse con un material transparente como vidrio o cuarzo para tener una fuente confinada y así incrementar la amplitud de la onda superficial en un 30 % según la referencia [46]. Todas las capas de material se sujetan para forzar a la muestra a tener un espesor constante y emular una muestra tipo lámina, y que las ecuación 2.18 y 2.19 sean aplicables para calcular los módulos elásticos. La configuración uno se muestra la **Figura 19**.

Los materiales seleccionados son el vidrio y el aluminio porque son materiales cuya información de sus propiedades físicas y químicas es muy fácil de encontrar. Además, los valores de la profundidad

de absorción y la energía mínima del láser para generar señales fotoacústicas han sido calculadas y medidas por Scruby [66] en comparación con el grafito que era la segunda opción.

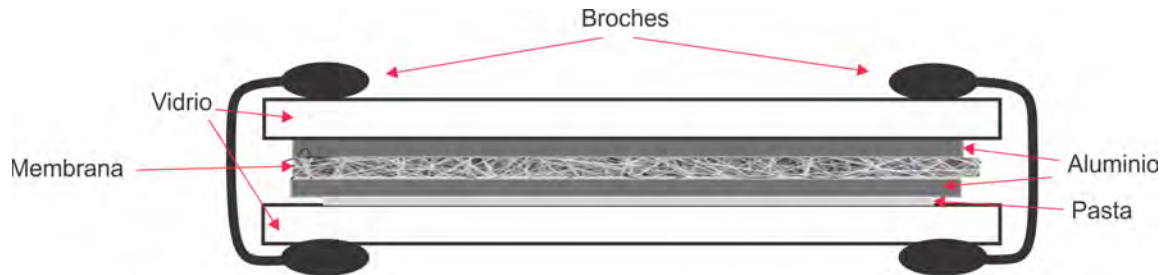


Figura 19. Acondicionamiento de las muestras (membranas electrohiladas) tipo lámina. Se describen los materiales que integran esta configuración.

## Medición en la dirección 2

### Esquema de medición con transductores ultrasónicos

Para medir en la dirección 2, se utiliza el acondicionamiento de la **Figura 19** donde la adición de capas de materia incrementa el volumen del arreglo, es decir el espesor.

En este arreglo se mide el tiempo de arribo de las ondas longitudinal con sensores piezoeléctricos, los cuales son colocados en una cara del arreglo (Ver **Figura 20**) y el pulso láser incide en el lado opuesto. Las ondas se producen en el aluminio y viajan a través de todas las capas de material en la dirección 2, ver **Figura 20**. La adquisición del tiempo de arribo de las ondas de volumen permite calcular  $E_2$ ,  $\nu_{23}$  y  $G_{23}$  utilizando las ecuaciones 3.1 a la 3.10 del capítulo tres.

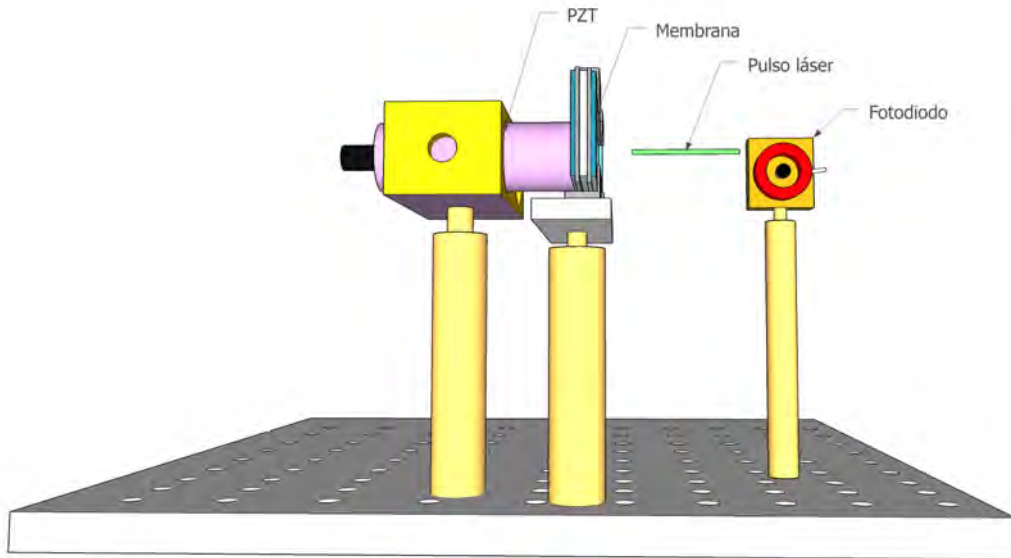


Figura 20. Se muestra el arreglo experimental donde se indica la zona de generación y medición sobre la membrana acondicionada.

## Medición en la dirección 1

### Configuración 2, esquema de medición con transductores ultrasónicos.

En este arreglo al igual que en la configuración uno se requiere de un material de soporte y un material para producir la señal fotoacústica. El material de soporte es un tubo de vidrio el cual tiene un diámetro interior constante, con una longitud mayor que su diámetro. Y para generar y transmitir las ondas se utilizan barras de aluminio con las mismas condiciones geométricas que el tubo de vidrio. La segunda barra de vidrio se agrega en el arreglo para aislar la membrana de algún esfuerzo externo que la deforme o dañe, cambiando la longitud del rollito el cual debe permanecer constante en todas las mediciones. Para que la membrana tome la forma del material de soporte se enrolla y corta con una longitud igual a dos veces su diámetro y se introduce en el tubo de vidrio.

Para que la transmisión de las ondas solamente se de en la membrana se coloca una película de teflón en uno de los extremos de las barras de aluminio y la membrana se envuelve en una lámina de Maylar. Todo el arreglo es introducido en un tubo de vidrio y se debe asegurar que las caras laterales de las barras están en contacto con la membrana, tal y como se muestra en la [Figura 21](#).

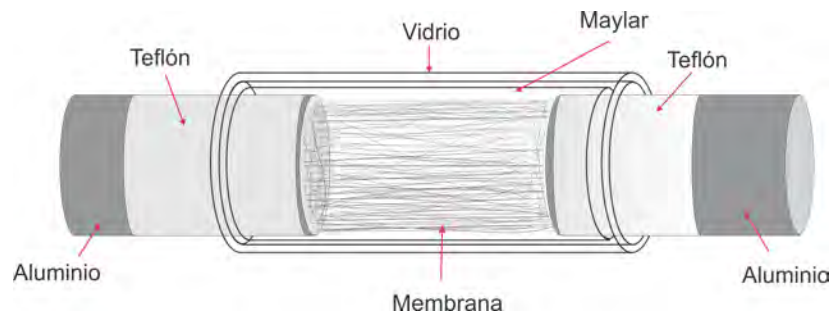


Figura 21. Diseño del acondicionamiento de las membranas electrohiladas para las muestras tipo barra. Se señalan todos los materiales que integran esta configuración.

Con el objetivo de medir la onda longitudinal la dirección 1 con transductores ultrasónicos, se acondiciona la membrana como lo muestra la **Figura 21**, donde se emula un material elástico (barra), para calcular el módulo elástico  $E_1$  utilizando la ecuación 2.19. Para generar la señal fotoacústica se hace incidir el pulso láser en una de las caras de la primera barra aluminio y se debe tomar cuenta que el tamaño del haz sea de al menos la mitad del diámetro de la barra, o de lo contrario este pasara de forma directa al transductor PZT. Para medir la señal fotoacústica se coloca el transductor ultrasónico en la segunda barra de aluminio, tal y como se muestra en la **Figura 22**. El acoplamiento entre la barra y el transductor se hace con una sustancia líquida (pasta blanca) la cual asegura la transmisión de las ondas al sensor. La adquisición del tiempo de arribo de las ondas de volumen permite calcular el módulo elástico  $E_1$ ,  $\nu_{12}$  utilizando las ecuaciones 3.1 a la 3.10 del capítulo tres.

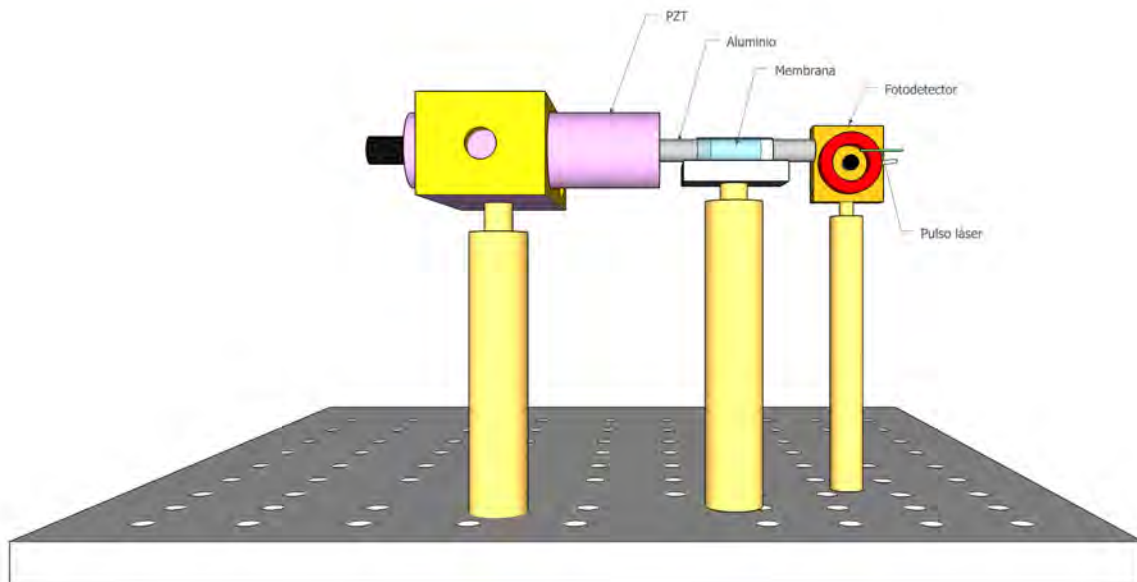


Figura 22. Diseño de arreglo experimental para la generación y medición del módulo elástico en la dirección uno. En la imagen se describe la zona de generación y medición en la muestra tipo barra.

## 5.2 Características de los sensores y materiales a utilizar en los arreglos experimentales

Todas estas características se obtienen de la revisión hecha en el capítulo uno y de algunas referencias teóricas del capítulo dos.

1.-Fuente láser con un ancho de pulso menor a los 10 nanosegundos (ns), para producir ondas de ultrasonido en un intervalo de frecuencia alrededor de los 100 MHz, según  $\tau \Delta\nu = 1$  [33].

Utilizando una fuente láser con duración de pulso de 3-5 ns, se tienen ondas ultrasónicas con componentes en frecuencia en un intervalo de 300 a 200 MHz, que sería la frecuencia máxima si no se tiene atenuación. Así las ondas ultrasónicas en Aluminio 6061 tendrán longitudes de onda entre 18 y 32 micras.

2.-La amplitud de la señal fotoacústica superficial es proporcional a la intensidad de la radiación láser. Para generar ondas en una lámina de aluminio, se requiere una energía de pulso dentro del intervalo de 20 a 500 micro-Jules ( $\mu\text{J}$ ) [46]. Utilizando la ecuación de Scruby [66] la amplitud máxima del desplazamiento perpendicular a la superficie sobre aluminio es de 75 nm.

3.- Con la técnica de fuente confinada [50] utilizada en la configuración uno, se tiene una onda superficial con una amplitud 4 veces mayor, en comparación que si solo se aplica la técnica de capa absorbente.

4.- Según el trabajo de G. Veith M. Kowatsch [46], la amplitud de la señal acústica superficial aumenta cuando se enfoca con un lente cilíndrico en comparación con uno esférico. Para generar ondas acústicas superficiales se enfoca el haz láser en una línea con una longitud dentro del intervalo de 12 a 20 milímetros (mm).

5.- Según Scruby [66] la profundidad de penetración alcanzada con un láser YAG:Nd de 1064 nm es alrededor de 5 nm en aluminio 6061. Por lo que, el límite inferior del espesor del material absorbente está restringido por este valor.

## 5.3 Equipo

---

### Generación de ondas

Como fuente de ondas ultrasónicas se utiliza un láser de estado sólido YAG: Nd (1064 nm, frecuencia fundamental) marca EKSPLA, modelo NHL301HT-10-SH-AW, con una duración de pulso de 4-6 nanosegundos, energía de (40 a 400 mJ) y una tasa de repetición de 10 Hz.

Para enfocar el pulso láser se utiliza un lente cilíndrico, sin recubrimiento con una distancia focal de 10 mm. A partir del cual se obtiene una línea con una longitud promedio de 9 a 10 mm.

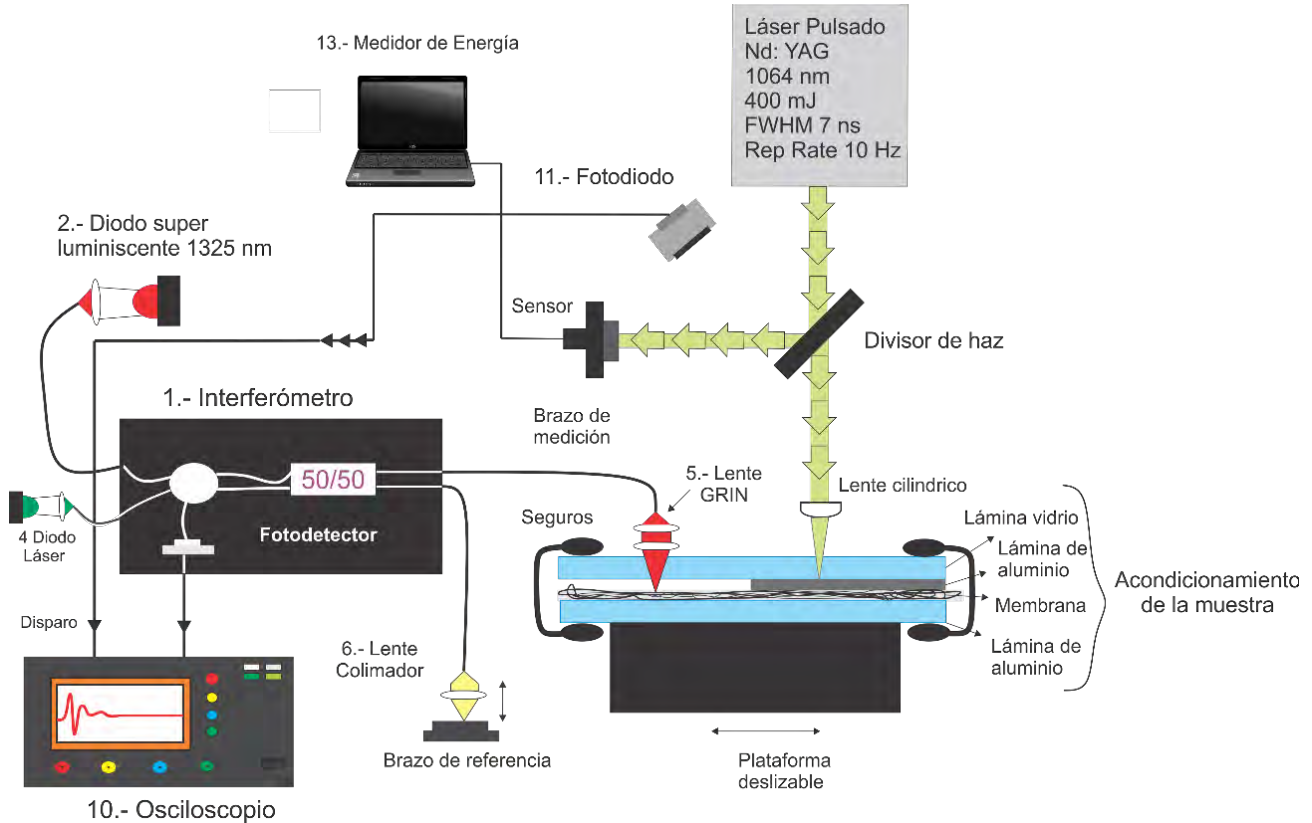


Figura 23. Diseño de arreglo experimental para la generación y medición del módulo elástico en la dirección uno. En la imagen se describe la zona de generación y medición en la muestra tipo barra.

## Detección de ondas Superficiales

Con el objetivo de detectar la dispersión de las ondas superficiales en varias posiciones, se usa una plataforma deslizable sobre un eje, con resolución micrométrica para trasladar el haz de generación a través de la muestra, tal y como se indica en la [Figura 23](#). La amplitud del desplazamiento perpendicular al plano de la superficie de la muestra se detecta con un interferómetro de Michelson de fibra óptica.

El arreglo experimental para la medición consta de los siguientes dispositivos.

1. Módulo de interferómetro de Michelson OCT de fibra óptica
2. Un Diodo Súper Luminiscente de 1322.4 nm de longitud de onda
3. Una fuente de control y alimentación para SLD
4. Diodo láser de 650 nm, para alinear el instrumento.

5. Lente GRIN para fibra monomodo
6. Lente para colimación
7. Sistema de espejos Galvos
8. Espejo de primera superficie
9. Como sistema de adquisición, Osciloscopio LeCroy 1 GHz de ancho de banda y una velocidad de muestreo 1 GS/s
10. Un fotodiodo PIN, Thorlabs det-210, empleado como disparo.
11. La muestra acondicionada.
12. Medidor de energía Coherent.

Tanto el brazo de medición como el de generación permanecen en una posición fija para mantener la estabilidad en la medición de la señales.

---

## Detección de ondas de volumen

Para medir las ondas de volumen en la dirección 1 y 2, generadas con un pulso láser menor a 10 nanosegundos, se requiere de sensores con frecuencias centrales en el intervalo de los MHz. Por lo que el arreglo experimental debe estar compuesto por la siguiente instrumentación. La medición se realiza con el circuito de transmisión mencionado en el capítulo uno:

1. Sensor Longitudinal PZT V310 Olympus 10 MHz, diámetro de 12.5 mm.
2. Sensor Longitudinal PZT V327 Olympus 5 MHz diámetro de 9 mm.
3. Un fotodiodo PIN, Thorlabs det-210, empleado como disparo.
4. Como sistema de adquisición, Osciloscopio LeCroy 1 GHz de ancho de banda y una velocidad de muestreo 1 GS/s.



# CAPÍTULO 6

## Implementación de arreglos experimentales

*En este capítulo se realiza una descripción de los sistemas que se implementan para generar y medir ondas superficiales y de volumen en materiales isótropos y elásticos. Primeramente, se hace una descripción general de todas las configuraciones realizadas con el módulo Interferométrico de Michelson de fibra óptica para medir ondas superficiales y después se muestran las configuraciones para medir ondas de volumen con transductores PZT. Por último, se seleccionan las configuraciones que se adaptan a las características del material a evaluar y se realizan las corridas experimentales sobre las membranas utilizando el diseño de concepto desarrollado en el capítulo 5. Este capítulo se divide en las siguientes secciones:*

*6.1 Arreglos experimentales para la medición de ondas superficiales*

*6.2 Arreglos experimentales para la medición de ondas de volumen*

*6.3 Análisis de los arreglos experimentales*

*6.4 Preparación de las muestras*

*Tipo lámina*

*Tipo barra*

## 6.1 Arreglos experimentales para medición de ondas superficiales

Para determinar el arreglo experimental adecuado que permite medir ondas superficiales se probaron cuatro arreglos experimentales, los cuales se fundamentan en el arreglo básico que se muestra en la [Figura 24](#). Para hacer las pruebas lo único que se cambió del arreglo experimental fue la forma del alineamiento de los lentes utilizados en el brazo de medición del interferómetro. Las configuraciones implementadas se resumen a continuación.

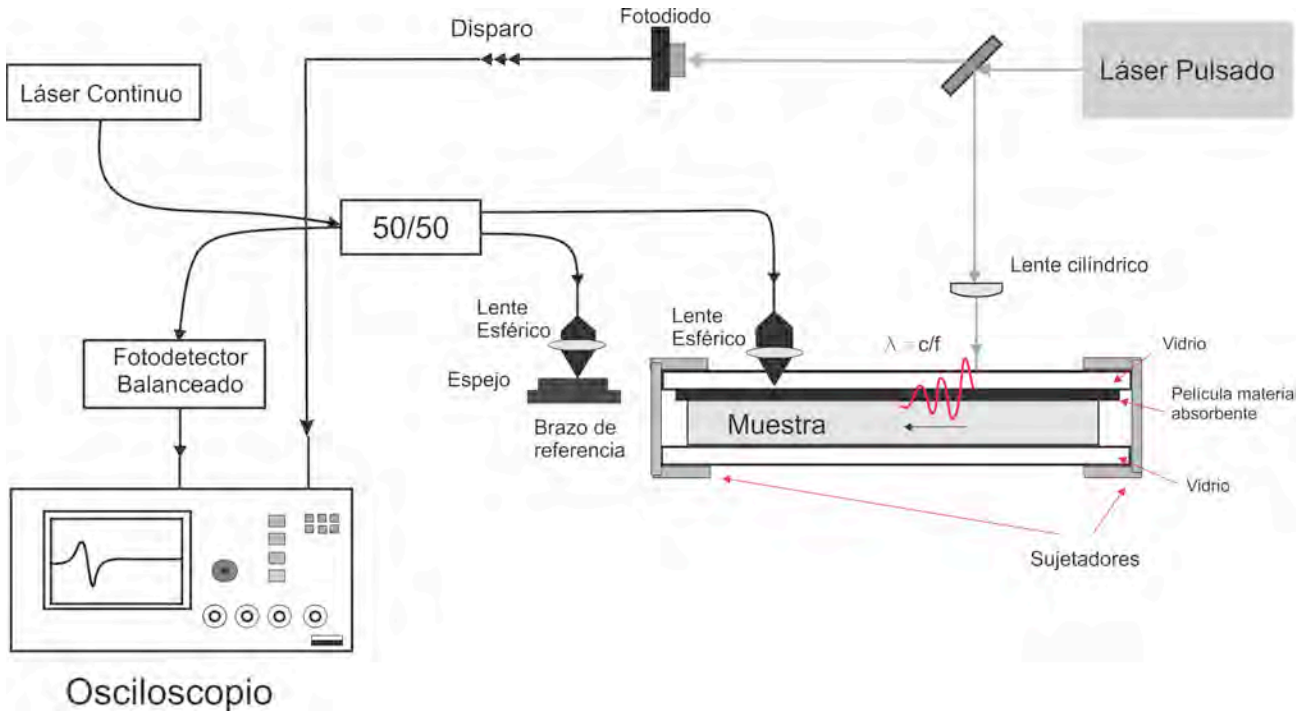


Figura 24 Configuración básica reportada en la literatura para la medición de ondas superficiales en una muestra metálica.

### I) Alineamiento con sistema de espejos galvos

Se enfoca el haz láser con un lente cilíndrico colocado sobre la superficie de una placa de aluminio (20 x 10 cm y 1.2 cm de espesor). De lado derecho de la zona de generación a una distancia de 10 mm se coloca un sensor piezoeléctrico marca Panametrics V310 5MHz 9.5 mm de diámetro, este sensor es colocado para corroborar la existencia de señales fotoacústicas en el material y del lado contrario a la misma distancia se coloca el brazo de medición del interferómetro, cuyo brazo de medición está integrado por el lente colimador, el sistema de espejos galvos<sup>3</sup> 2D para hacer un barrido de la superficie en conjunto con un lente de escaneo. [Figura 25](#).

<sup>3</sup> El galvo consiste en un motor de barrido basado en un galvanómetro con un espejo montado en un eje y un detector que proporciona retroalimentación de posición al tablero de control. Sirve para hacer un barrido de una superficie en uno o dos ejes con un haz láser.

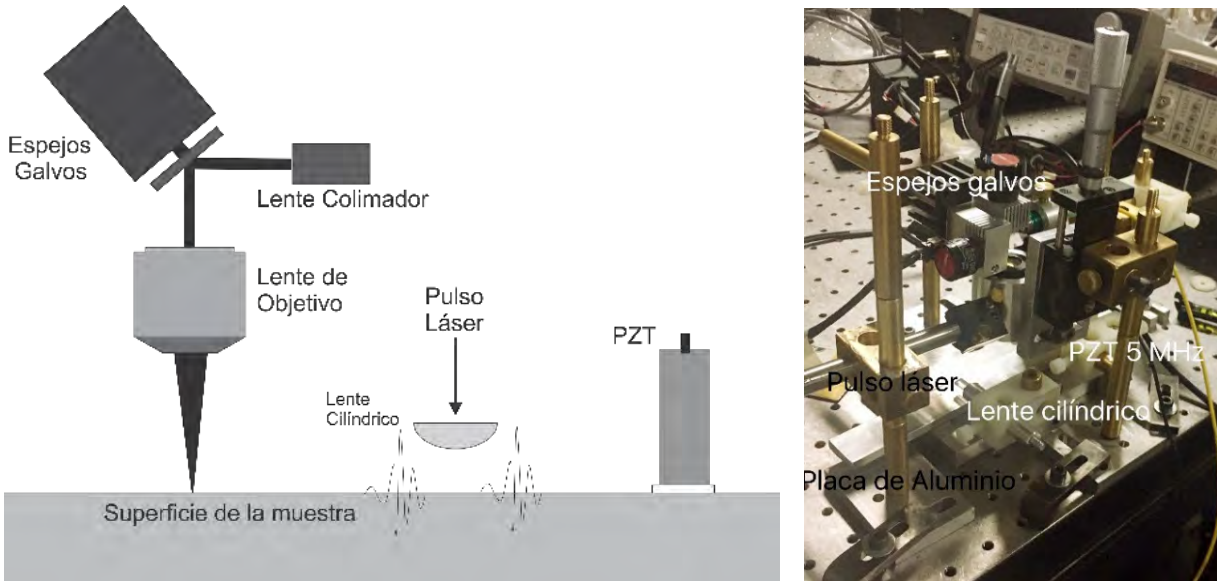


Figura 25. Alineamiento del brazo de medición del interferómetro de Michelson con un lente colimador un sistema de espejos galvanométricos de dos ejes.

## II) Alineamiento con un lente colimador

En esta configuración se alinea el brazo del interferómetro utilizando un lente colimador y el lente objetivo. Para la generación se hace el mismo procedimiento que el esquema anterior ver [Figura 26](#).

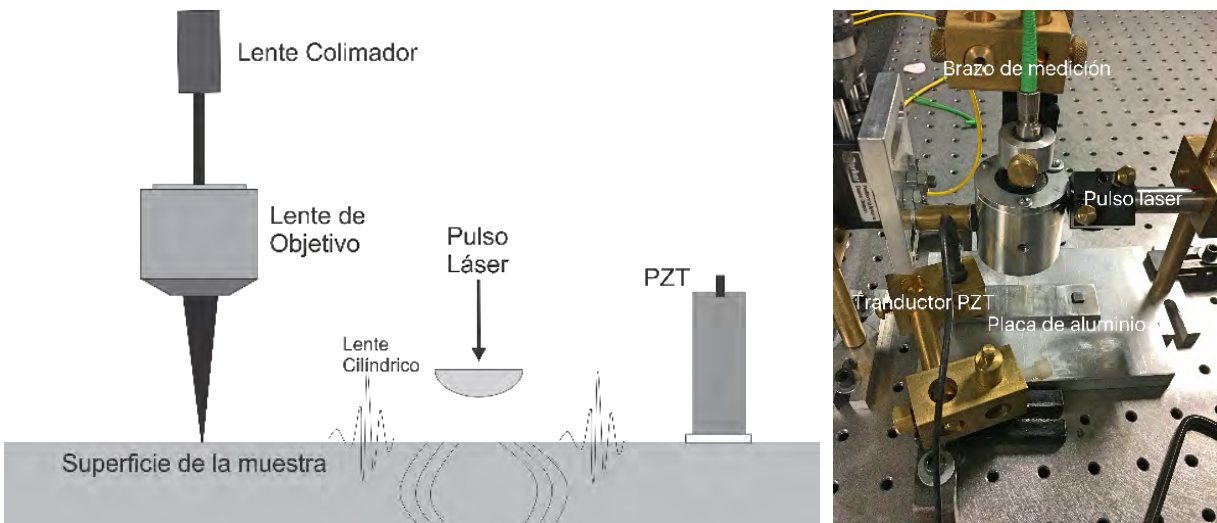


Figura 26. Alineamiento del brazo de medición del interferómetro de Michelson con un lente colimador.

De esta pruebas se propone que el interferómetro no está trabajando en su punto de máxima resolución debido a;

- a) Que la diferencia de longitud entre los brazos está por encima de la longitud de coherencia del Led Super Luminiscente (SLD).
- b) La amplitud de las ondas superficiales en el aluminio es menor a una micra.

Se descarta la posibilidad de que el detector del interferómetro este dañado porque en la prueba con los espejos galvos en movimiento, se produce una señal eléctrica debida al cambio de la longitud del camino óptico, producto del movimiento del espejo.

Para comprobar la hipótesis del inciso b), se realiza la siguiente prueba.

### III) Transmisión y medición de ultrasonido a través de transductores PZT y el interferómetro acoplado de forma directa.

En esta prueba se utiliza el PR5000, que es un dispositivo que envía pulsos de alto voltaje a transductores PZT y la señal que recibe la acondiciona y amplifica. Este dispositivo trabaja en dos modos; transmisión y pulso eco. Para nuestro caso utilizaremos el dispositivo en modo transmisión, bajo el arreglo experimental dela [Figura 27](#).

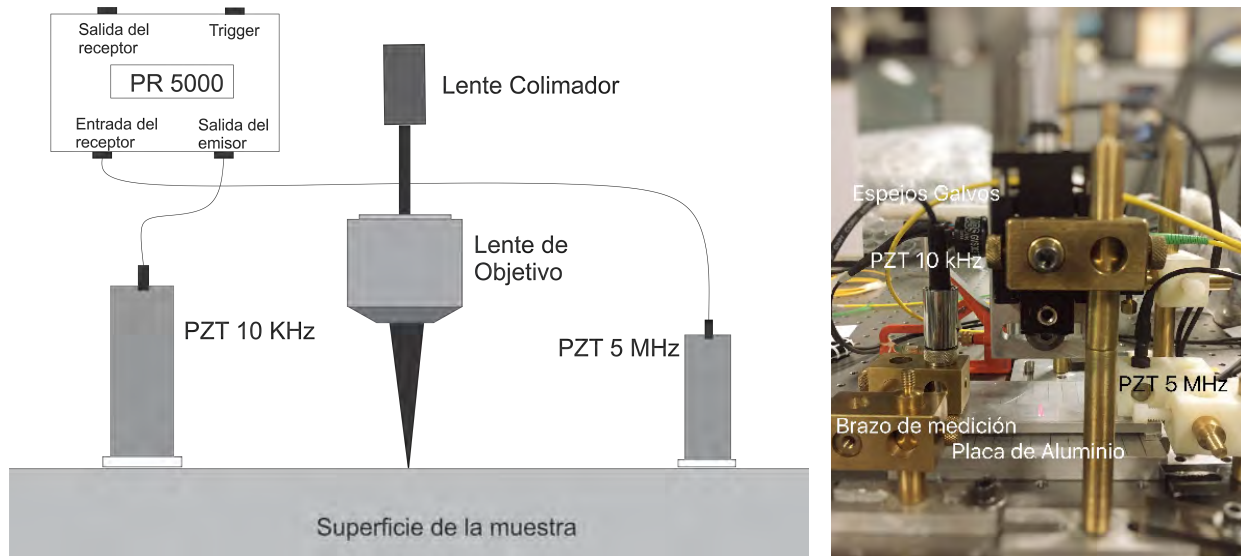


Figura 27. Generación y medición de ultrasonido en una muestra de aluminio 6061, con un PZT de 1MHz y uno de 5 MHz en un circuito de transmisión con el dispositivo PR500. Medición de ultrasonido con el interferómetro alineado con el lente colimador y un lente objetivo.

En este arreglo la idea principal es enviar ondas ultrasónicas a la placa de aluminio a través de un sensor piezoeléctrico Panametrics de 1 MHz, el cual es acoplado a la superficie del material con pasta blanca, posteriormente a una distancia de 2 cm se coloca el haz de medición del interferómetro de Michelson y a 7 cm del sensor de generación se coloca un sensor piezoeléctrico de 5 MHz. El objetivo es que el interferómetro detecte el paso de las ondas en la superficie del aluminio y se coloca el transductor piezoeléctrico para corroborar la presencia de ondas en el material. Con este arreglo se pretende encontrar la distancia correcta de alineación para el interferómetro.

Para comprobar la hipótesis del inciso a) se realizan cambios en los brazos de medición del interferómetro, bajo la siguiente configuración.

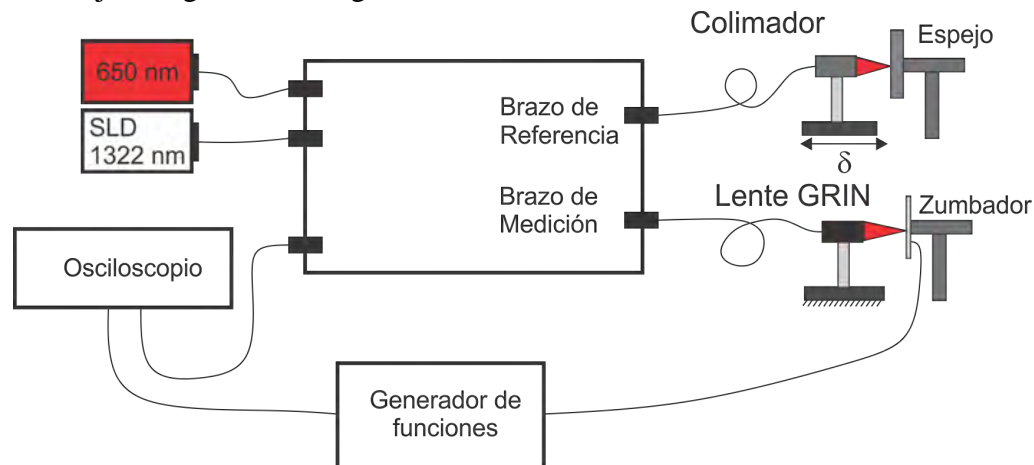


Figura 28. Arreglo experimental para la medición de micro desplazamientos producidos en un Zumbador con una onda senoidal de en un intervalo de frecuencia de 5 a 20 MHz, con el interferómetro alineado con un lente tipo GRIN.

## Reconfiguración del brazo de referencia y de medición

En el brazo de referencia se coloca un lente colimador, cuya salida se dirige hacia un espejo de primera superficie en donde la distancia se varía a través una plataforma micrométrica.

Mientras que en el brazo de medición se le coloca un lente GRIN que permite un fácil acoplamiento con la fibra óptica, para producir una salida colimada la cual se dirige hacia la superficie perfectamente pulida de un zumbador piezoeléctrico.

Para generar desplazamientos, se envía una señal senoidal que excita el zumbador y dicha señal también se utiliza como referencia para el osciloscopio. Con este arreglo se pretende encontrar la distancia en la cual la longitud de coherencia coincida con la diferencia de longitud en los brazos. Esto ocurrirá cuando en el osciloscopio se muestre la señal que está siendo enviada como referencia al zumbador, en el canal de medición.

Con este arreglo se encontró que la distancia necesaria para el acoplamiento es de 2.5 cm. Además se hizo un barrido en frecuencias para conocer como varia la amplitud de la señal medida por el interferómetro.

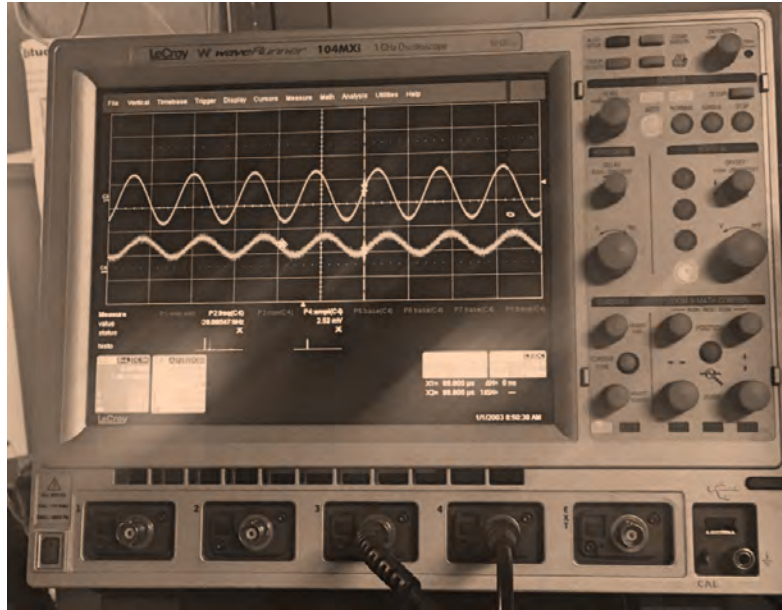


Figura 29. Imagen donde se muestra una captura del osciloscopio LeCroy de 1Gs/s donde se tiene la excitación senoidal enviada un zumbador y la señal medida con el interferómetro.

#### IV) Medición de ultrasonido con el interferómetro y lente tipo GRIN

Conocida la distancia de ajuste del interferómetro se realiza la medición de ondas superficiales en la placa de bronce con una superficie pulida. El arreglo experimental utilizado de la Figura 30:

Se enfoca el haz láser con un lente cilíndrico sobre una cara de una placa de bronce, a una distancia conocida se coloca un transductor PZT 5 MHz para medir ondas de volumen de tipo longitudinal, mientras que el haz de medición del interferómetro se coloca sobre la superficie de una muestra metálica, (ver Figura 30) a una distancia del 3 cm del borde.



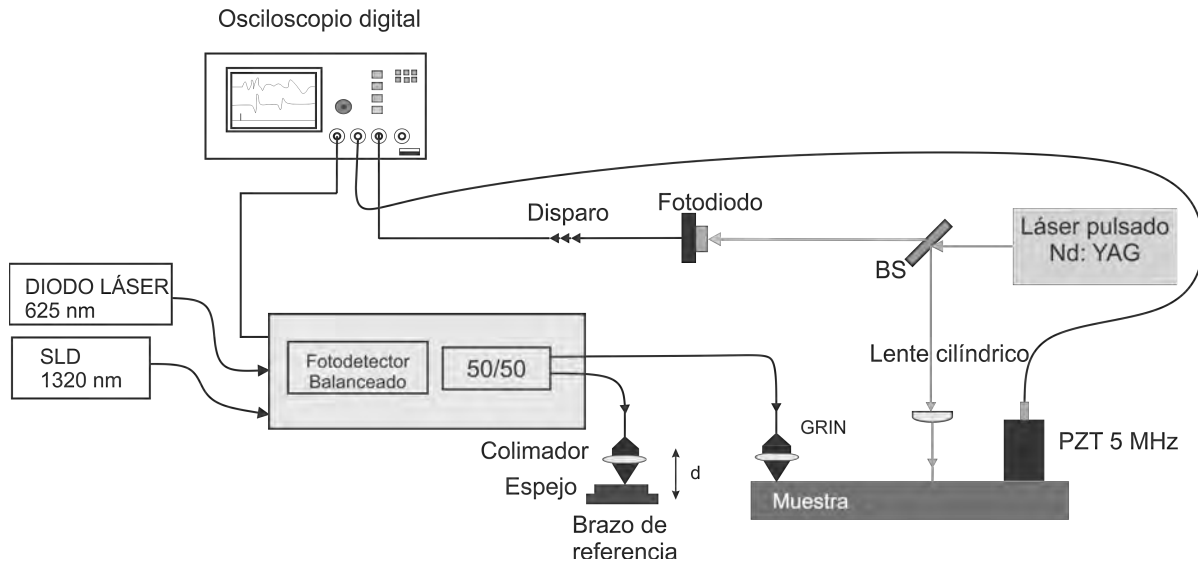


Figura 30. Arreglo experimental que incluye la instrumentación necesaria para medir ondas superficiales y de volumen en una muestra metálica.

## 6.2 Arreglos experimentales para medición de ondas de volumen.

Para la medición de ondas de volumen, se tomó como base el arreglo experimental mostrado en la [Figura 31](#), donde se cambia el tipo de lente para generar la señal fotoacústica y la posición del transductor PZT. Con esta configuraciones se comprueba la generación y transmisión de la señal fotoacústica con una película absorbente de aluminio.

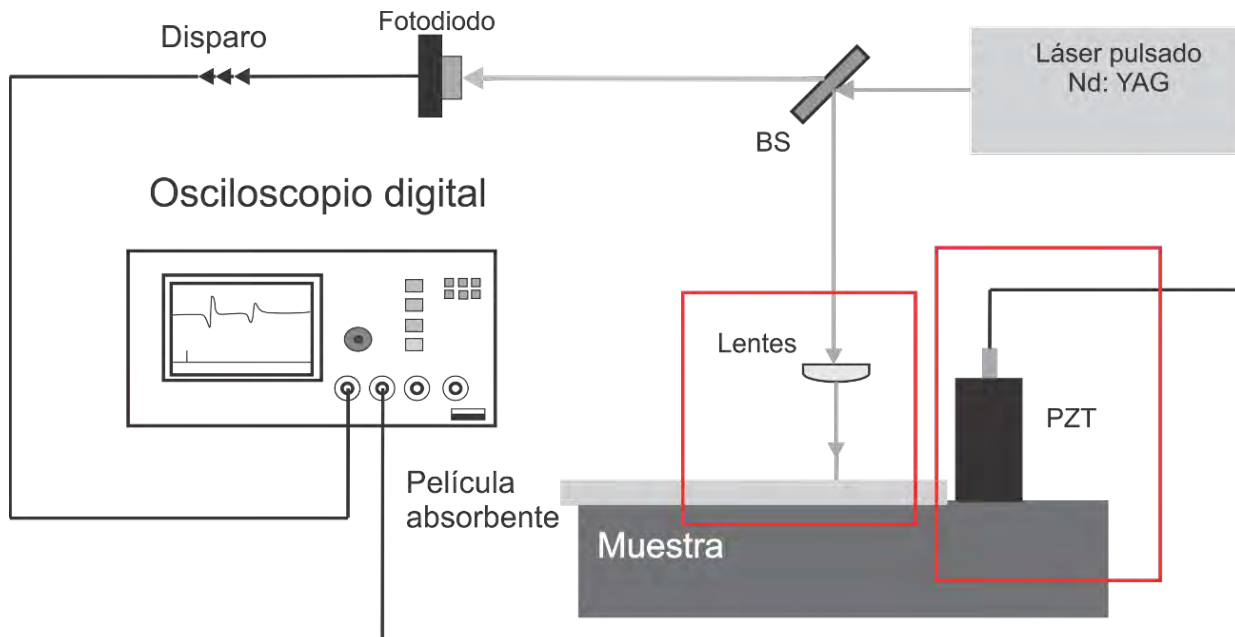


Figura 31. Arreglo experimental básico para la medición de ondas de volumen.

Las configuraciones implementadas se describen a continuación y se da un resumen de lo obtenido en una **Tabla 16**.

**i) Generación de ondas con un lente esférico.**

Se enfoca el haz láser con un lente esférico, el cual produce un punto de 2 mm de diámetro. Se coloca un transductor piezoeléctrico sobre el mismo lado de excitación pegado con pasta blanca a una distancia conocida. La medición se realiza en una placa de aluminio 6061 (10 x2.54 cm 1.2 cm espesor).

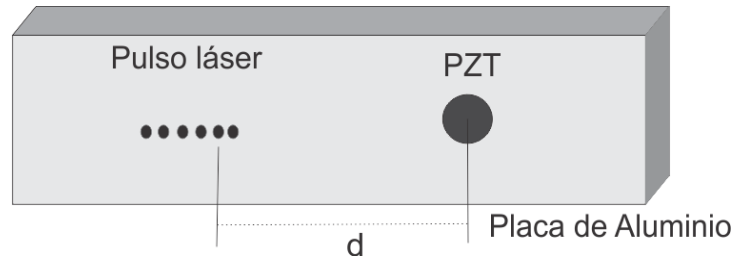


Figura 32. Generación fotoacústica con el láser enfocado en un punto, medición con un transductor PZT.

**ii) Generación de ondas con un lente cilíndrico.**

Se enfoca el haz láser con un lente cilíndrico, con longitud focal de 10 mm. Se coloca un transductor piezoeléctrico PZT de 5 MHz, sobre el mismo lado de excitación. La medición se realiza en una placa de aluminio 6061 (10 x2.54 cm 1.2 cm espesor).

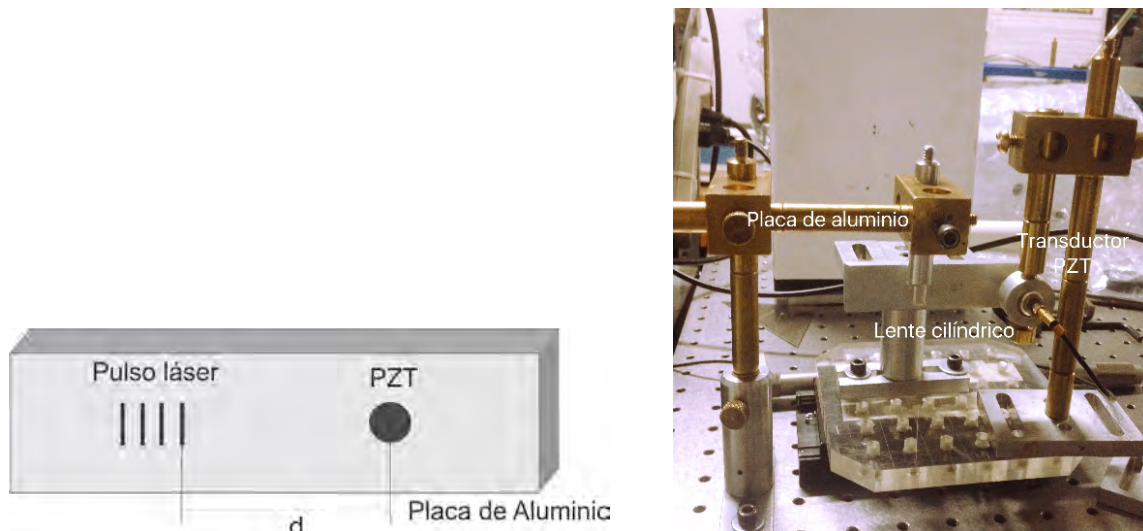


Figura 33. Generación fotoacústica con el láser enfocado en una línea, medición con un transductor PZT.



iii) **Generación de ondas superficiales con el método de capa absorbente y una línea enfocada**

El objetivo de esta prueba es generar ondas ultrasónicas sobre una película de aluminio y transferirlas a una placa de acrílico, se realiza la configuración mostrada en la **Figura 34**. La película de aluminio se pega a la superficie de acrílico con pasta blanca y para generar el ultrasonido se enfoca el haz láser con una línea.

Dichas ondas son detectadas a una distancia de separación conocida, con un transductor piezoeléctrico colocado sobre una placa de acrílico. La medición se realiza con transductor PZT de 5 MHz.

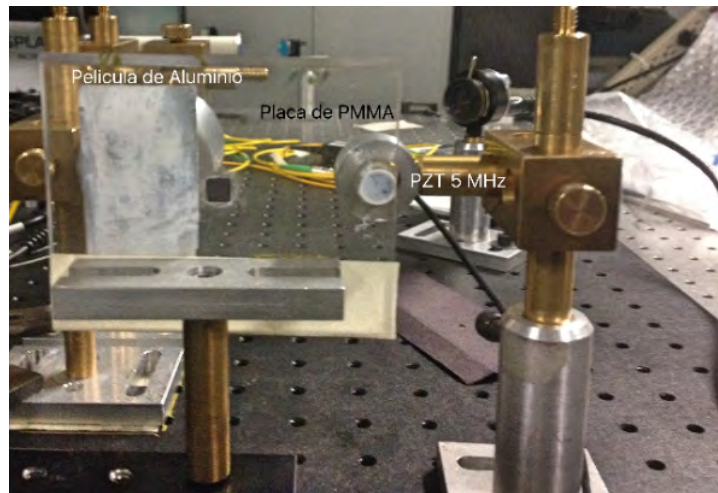
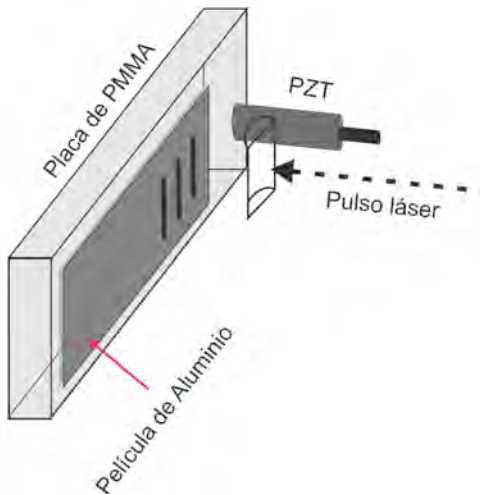


Figura 34. Generación de ultrasonido sobre una película absorbente de aluminio, con el láser enfocado con un lente cilíndrico.

Para la medición del tiempo de arribo de la onda longitudinal y transversal en una placa de PMMA (5.4 mm de espesor), utilizando la configuración punto-punto, ver **Figura 35**.

Se hace incidir el haz láser en un lado de la muestra sobre una lámina de aluminio y se coloca el transductor en el lado opuesto pegado con pasta blanca sobre la placa de acrílico. Como fuente de excitación se utiliza el láser Ekspla en su frecuencia fundamental 1064 nm y energía 40 mJ (Baja energía). Se enfoca el haz láser con un lente esférico La medición de las ondas se hace con un transductor PZT centrado en 2.5 MHz.

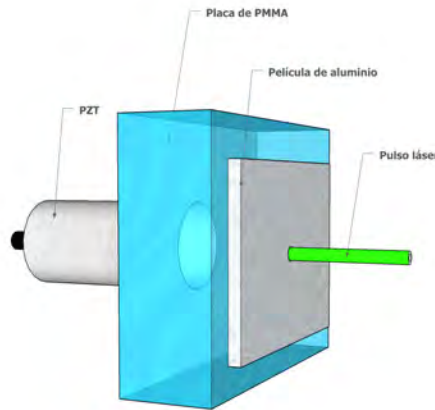


Figura 35. Generación de ultrasonido sobre una película absorbente de aluminio, sin enfocar el pulso láser.

### 6.3 Análisis de los arreglos experimentales

A partir de las mediciones hechas con la configuración experimental para medir ondas superficiales se descarta el uso del módulo de Michelson de fibra, para la medición ya este no cuenta con la resolución para medir en un material que presenta una alta atenuación de las ondas, como las membranas electrohiladas, esto con base en una búsqueda de los desplazamientos generados por ondas superficiales de tipo Rayleigh en materiales volumétricos como aluminio son de decenas a cientos de nanómetros [81,84,144] los cuales no son medibles con un SLD de 1320 nm de longitud de onda, por lo que solo se utilizara el arreglo experimental para medir ondas de volumen, tomando como base el esquema de la [Figura 36](#).

Tabla 16. Resumen de los resultados de las pruebas hechas para la generación y medición de ondas ultrasónicas.

Prueba	Análisis
<b>Alineamiento con sistema de espejos galvos.</b>	El interferómetro observa el cambio de camino óptico producido por el movimiento de los espejos galvos. El transductor PZT detecta las ondas ultrasónicas producida por el pulso láser
	El transductor PZT detecta las ondas ultrasónicas producidas por el pulso láser. El interferómetro no detecta
<b>Alineamiento con el lente colimador</b>	El transductor PZT detecta las ondas ultrasónicas producidas por el pulso láser. El interferómetro no mide nada.
<b>Transmisión y medición a través de transductores PZT y el interferómetro</b>	El transductor PZT detecta las ondas enviadas por el transductor de 10 KHz. El interferómetro no mide el desplazamiento perpendicular a la superficie.
	El transductor PZT detecta las ondas enviadas por el transductor de 10 KHz. El interferómetro no mide el desplazamiento perpendicular a la superficie.
<b>Reconfiguración del alineamiento del brazo de referencia</b>	El interferómetro mide el desplazamiento perpendicular en la superficie del Buzzer piezoeléctrico

**Medición de ultrasonido con el interferómetro y el lente tipo GRIN**

El interferómetro mide un desplazamiento vertical a la superficie de la placa bronce. El instrumento mide solo micro-desplazamientos.

**Generación de ultrasonido con un lente esférico**

Cuando se tiene una longitud de desplazamiento tan pequeña como en este caso que en promedio es de 4 mm no existen una dispersión apreciable de las ondas, lo que significa que requiere una longitud de desplazamiento mayor. Lo que es importante rescatar es la amplitud de la señal obtenida que oscila entre los 2 y 2.5 mV pico-pico.

**Generación de ultrasonido con un lente cilíndrico**

El objetivo de utilizar una línea en vez de un punto es disminuir la difracción de las ondas e incrementar su amplitud, en esta prueba eso no se ve reflejado ya que la amplitud de la onda disminuyo, ya que las señales registradas tienen una amplitud de 1.5 mV pico-pico. Pero la dispersión de las señales es más marcada lo que permite calcular de una forma más sencilla las velocidades.

**Generación de ondas superficiales con el método de capa absorbente y una línea enfocada**

Con esta prueba se comprueba que la lámina de aluminio transfiere las ondas acústicas a la placa de acrílico. Como se observa en las gráficas.

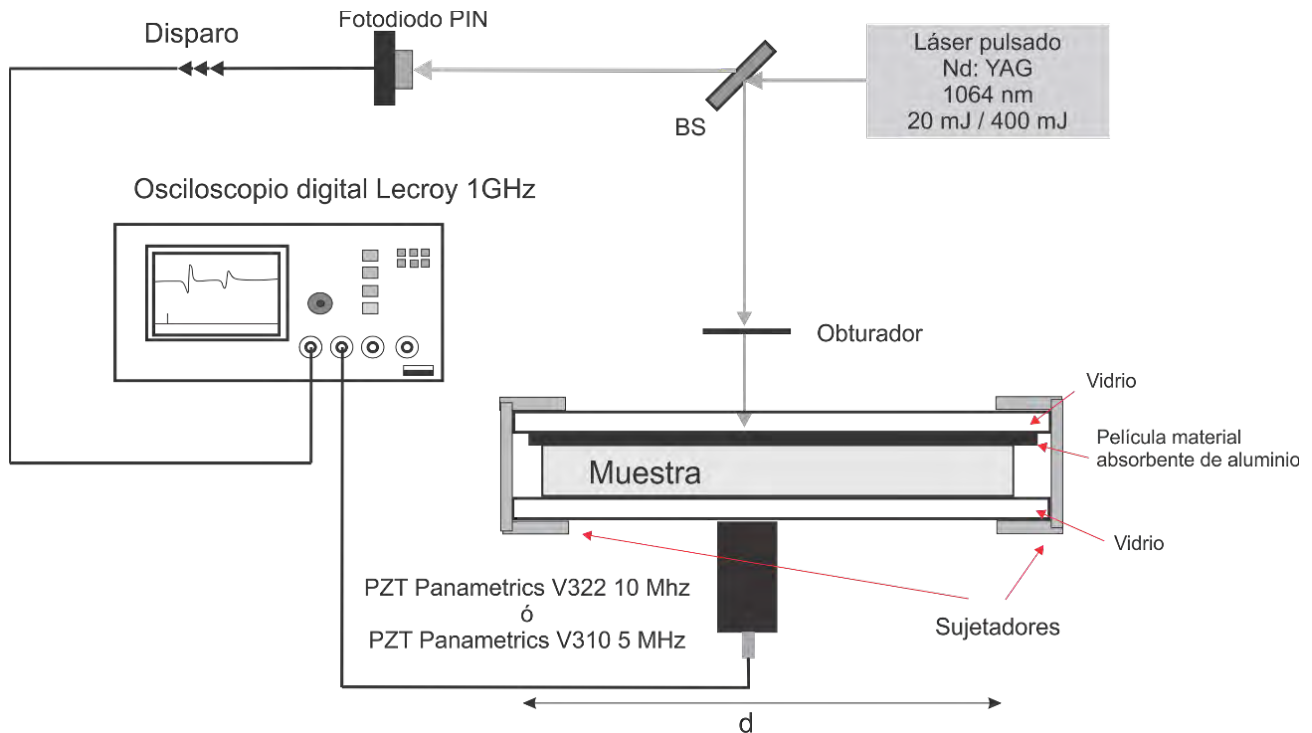


Figura 36. Arreglo experimental para la medición de ondas de volumen en una muestra.

## 6.4 Preparación de muestras

### Muestras tipo lámina

Para determinar el módulo elástico en dirección dos: la membrana se coloca entre dos láminas de aluminio con un espesor de  $137.78 \pm 4.04 \mu\text{m}$  y dos láminas de vidrio de  $25 \times 75 \times 1.09 \text{ mm}$ , donde una lámina es pegada a un vidrio con pasta de silicón, todos estos materiales son sujetos con cuatro broches para simular una lámina con un espesor constante, y con esto mejorar la señal medida con el sensor, ver [Figura 37](#).

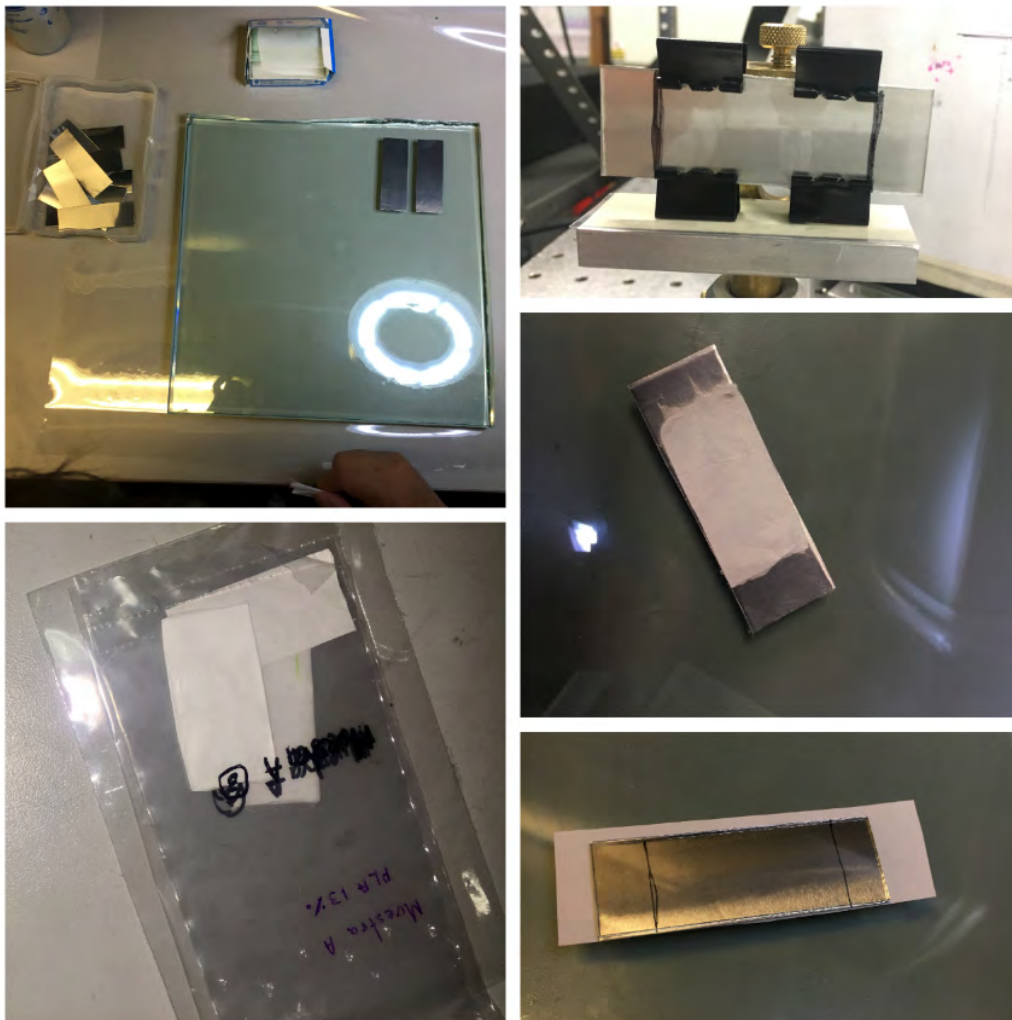


Figura 37. Proceso de acondicionamiento de las muestras planas. a) Se recortan las muestras, b) las laminas de aluminio se recortan, c) se coloca la muestra entre las laminas y d) el arreglo se introduce en las laminas de vidrio y se colocan los seguros.

La medición se realiza utilizando el esquema de la [Figura 36](#), con el láser en modo de alta energía 400 mJ y el sensor de 10 MHz, tal y como se muestra en la [Figura 38](#).

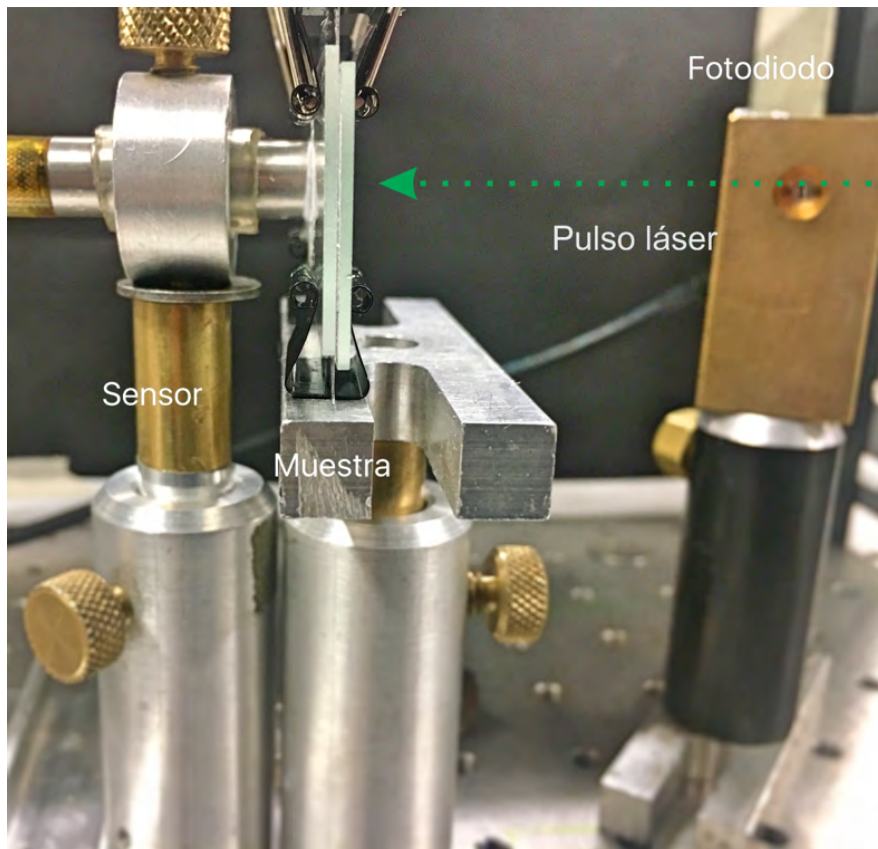


Figura 38. Fotografía de la generación y medición de señales fotoacústicas en las muestras tipo lámina.

## Metodología para la medición en la muestra tipo lámina con el arreglo experimental de la Figura 36.

1. Las muestras se cortan con un ancho de 5 cm por 2.5 cm de largo.
2. Se coloca dentro del sistema de acondicionamiento.
3. El haz láser se dirige hacia una posición definida.
4. El transductor PZT se fija en una posición de manera que el haz incida en el centro de la cara plana del sensor.
5. El fotodiodo empleado como disparo se coloca en su posición de medición.
6. Se selecciona el umbral de disparo en el osciloscopio y se verifica el funcionamiento del disparo.
7. La muestra se adhiere al transductor PZT con pasta blanca colocándola en la posición número uno de medición.
8. Se envía un pulso de alta energía hacia la muestra.
9. La señal adquirida por el osciloscopio digital se guarda en un archivo ASCII
10. La posición de medición se cambia a la siguiente y se repite el procedimiento desde el punto 8) tres veces, por muestra.



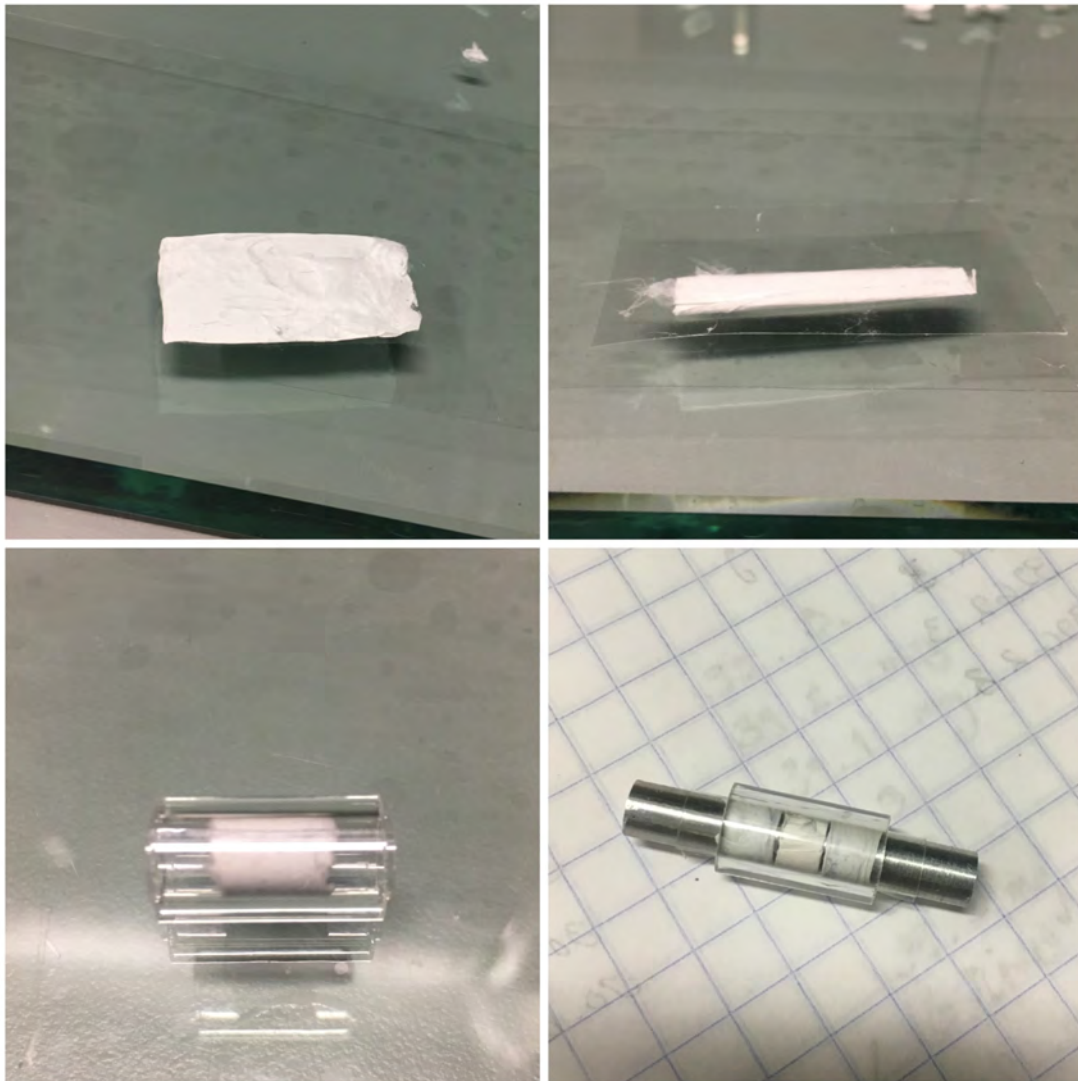


Figura 39. Fotografías de la preparación de las muestras para la medición en la dirección uno, a) Membrana electrohilada, b) se doble la muestra, c) se enrolla y se introduce en el tipo de vidrio c) se coloca el teflón y se introducen las barras de aluminio.

## Corridas experimentales

La configuración de los canales en el osciloscopio es:

	Canal 3/ Disparo	Canal 4/ Señal fotoacústica	Muestreo
Dispositivo	PZT 10 MHz	Fotodiodo Pin	100 KS
Ancho del filtro	20 MHz	20 MHz	5 micro- segundos/ div
Impedancia	50 Ohm	50 Ohm	5 Gs/s
Promedio	1	1	

<b>Filtro digital</b>	Ninguno	Ninguno
-----------------------	---------	---------

Se obtuvieron 25 señales en total en la caracterización de las membranas electrohiladas presentadas en este arreglo. Cada señal adquirida tiene 100'000 puntos para cada coordenada (A, t) y se guardaron con el siguiente formato; CXNOMBRE00000#.txt, donde la "X" representa el canal de adquisición y "#" el número de la señal adquirida. A continuación en las tablas se muestran las señales adquiridas por el transductor piezoeléctrico y el fotodiodo, con los nombres con las que fueron guardadas.

*Arreglo sin membrana*

<i>Canal 3</i>	<i>Canal 4</i>
C3100000	C4100000
C3100001	C4100001
C3100002	C4100002
C3100003	C4100003
C3100004	C4100004
C3100005	C4100005
C3100006	C4100006

*Muestra A*

<b>A1</b>		<b>A2</b>		<b>A3</b>	
<i>Canal 3</i>	<i>Canal 4</i>	<i>Canal 3</i>	<i>Canal 4</i>	<i>Canal 3</i>	<i>Canal 4</i>
C3A100000	C4A100000	C3A200000	C4A200000	C3A300000	C4A200000
C3A100001	C4A100001	C3A200001	C4A200001	C3A300001	C4A200001
C3A100002	C4A100002	C3A200002	C4A200002	C3A300002	C4A200002

*Muestra B*

<b>B1</b>		<b>B2</b>		<b>B3</b>	
<i>Canal 3</i>	<i>Canal 4</i>	<i>Canal 3</i>	<i>Canal 4</i>	<i>Canal 3</i>	<i>Canal 4</i>
C3B1-1	C4B1-1	C3B200000	C4B200000	C3B3R00000	C4B3R00000
C3B1-2	C4B1-2	C3B200001	C4B200001	C3B3R00001	C4B3R00001
C3B1-3	C4B1-3	C3B200002	C4B200002	C3B3R00002	C4B3R00002

*Muestra C*

<b>C1</b>	<b>C2</b>	<b>C3</b>

Canal 3	Canal 4	Canal 3	Canal 4	Canal 3	Canal 4
C3C1R00000	C4C1R 00000	C3C200000	C4C200000	C3C3R00000	C4C3R00000
C3C1R00001	C4C1R00001	C3C200001	C4C200001	C3C3R00001	C4C3R00001
C3C1R00002	C4C1R00002	C3C200002	C4C200002	C3C3R00002	C4C3R00002

## Muestra tipo barra

Con el objetivo de medir el módulo elástico en la dirección uno (dirección de las fibras) la membrana se enrolla en forma cilíndrica y se envuelve dentro de una lámina de Maylar, para luego introducirle en un tubo de vidrio (15 mm de longitud y 6 mm de diámetro interior). Posteriormente se corta dos barras de Aluminio con el mismo diámetro de la membrana enrollada (5.6 mm) se colocan y se fijan en cada lado de la muestra. Se comprimen las barras hasta que sus caras tocan las paredes de la membrana enrollada, tratando de reducir al mínimo la interfaz de aire y lograr con esto la transmisión de las ondas acústicas. Todo este arreglo se observa en la [Figura 39](#).

Para generar la señal fotoacústica, se utiliza un láser YAG: Nd en un intervalo de energía de (10 a 120 mJ) y diámetro de spot de  $1.88 \pm 0.148$  mm y para detectar la señal se utiliza un transductor PZT de 5 MHz. La configuración experimental es la misma que la anterior, lo único que cambia es el acondicionamiento de la muestra. Ver [Figura 40](#).

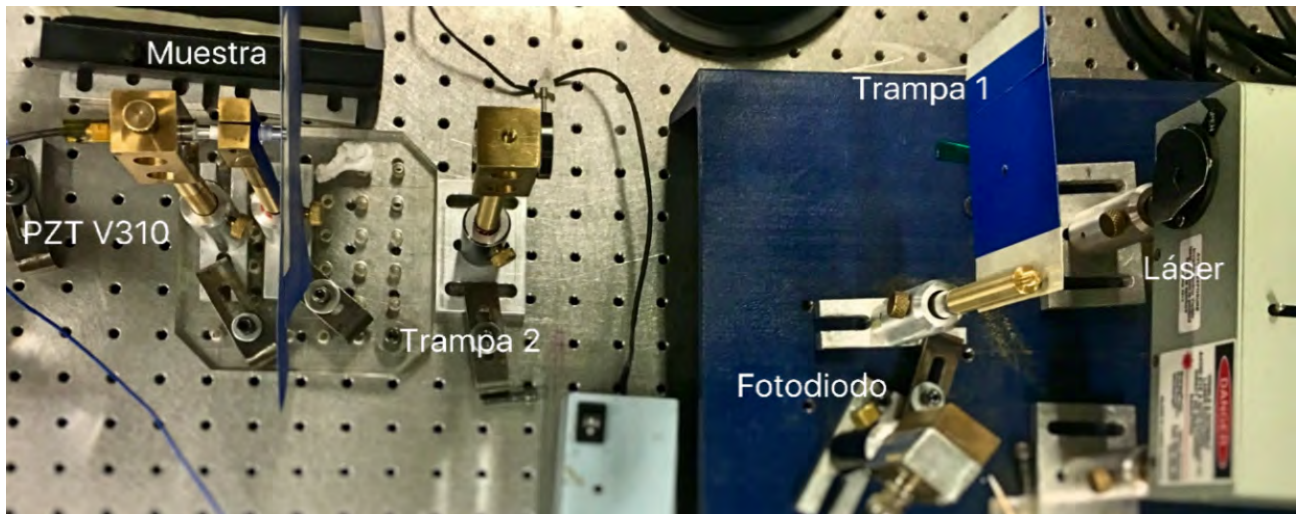


Figura 40. Fotografía del arreglo experimental para la medición de la señal fotoacústica en las muestras tipo barra.



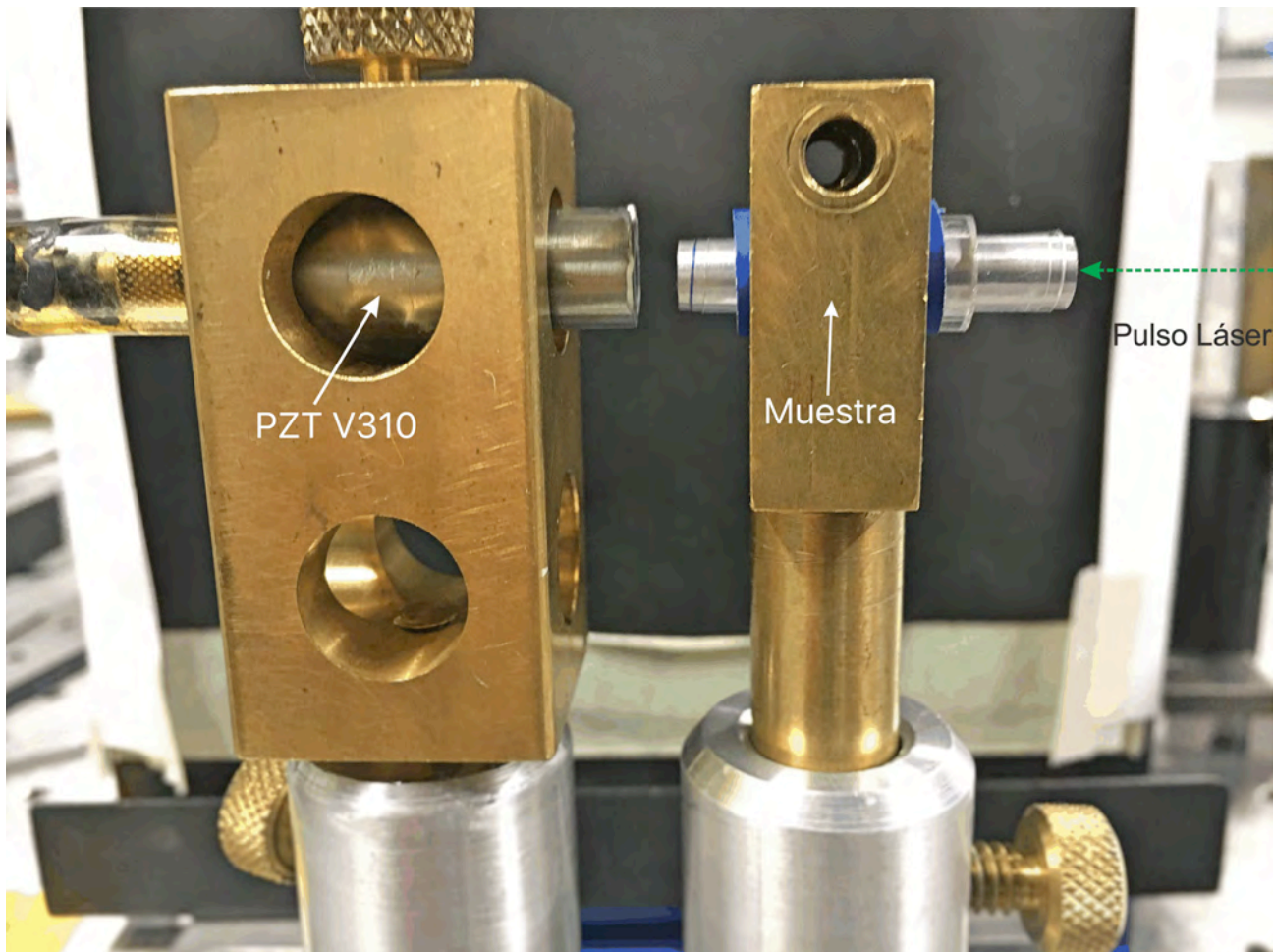


Figura 41. Fotografía del arreglo experimental donde se muestra el acoplamiento del transductor PZT y la muestra tipo barra.

## Metodología para la medición para la muestra tipo barra con el arreglo experimental de la Figura 36.

1. La membrana se despegó de la lámina de aluminio que se utilizó como colector y se colocó sobre una lámina de Maylar.
2. Se comienza a enrollar la membrana hasta tener un cilindro con un diámetro cercano a 6 mm.
3. El cilindro se envuelve en una lámina de Maylar (2.5 cm de longitud y 2.00 cm de ancho) y se introduce dentro del tubo de vidrio.
4. Se introduce y se fijan las barras de Aluminio al tubo.
5. El arreglo completo se pesa en una balanza analítica (Aluminio + Rollito + Aluminio).
6. El transductor PZT se fija en una posición de manera que el haz incida en el centro de la cara plana del sensor.
7. El fotodiodo utilizado como disparo se coloca en su posición de medición.

8. Se selecciona el umbral de disparo en el osciloscopio y se verifica el funcionamiento del disparo.
9. La muestra se adhiere al transductor PZT a una de las barras de aluminio.
10. Se envía un pulso de alta energía hacia la muestra.
11. La señal adquirida por el osciloscopio digital se guarda en un archivo ASCII
12. La cara de la barra de aluminio donde incidió el pulso se limpia.
13. Se repite el procedimiento desde el punto 10) cinco veces, por muestra.
14. El procedimiento completo se repite cada una de las muestras

## Corridas experimentales

La configuración de los canales en el osciloscopio es la siguiente:

	<b>Canal 3/ Disparo</b>	<b>Canal 4/ Señal fotoacústica</b>	<b>Muestreo</b>
<b>Dispositivo</b>	PZT 5 MHz	Fotodiodo	500 KS
<b>Ancho del filtro</b>	20 MHz	20 MHz	10 micro- segundos/ div
<b>Impedancia</b>	1M Ohm	50 Ohm	5 Gs/s
<b>Promedio</b>	1	1	
<b>Filtro digital</b>	Ninguno	Ninguno	

Se obtuvieron 37 señales en total en la caracterización de las membranas electrohiladas presentadas en este arreglo. Cada señal adquirida tiene 50'000 puntos para cada coordenada (x, y) y se guardaron con el siguiente formato; CXNOMBRE00000#.txt, donde la "X" representa el canal de adquisición y "#" el número de la señal adquirida. A continuación se muestran las señales adquiridas por el transductor piezoeléctrico y el fotodiodo, con los nombres que fueron guardadas.

### Arreglo sin membrana

<i>Canal 3</i>	<i>Canal 4</i>
<i>C3alumi1000000</i>	<i>C4alumi1000000</i>
<i>C3alumi1000001</i>	<i>C4alumi1000001</i>
<i>C3alumi1000002</i>	<i>C4alumi1000002</i>
<i>C3alumi1000003</i>	<i>C4alumi1000003</i>

### Muestra A

<b>A1</b>		<b>A3</b>	
<i>Canal 3</i>	<i>Canal 4</i>	<i>Canal 3</i>	<i>Canal 4</i>

<i>C3A1prueba200001</i>	<i>C4A1prueba200001</i>	<i>C3A300000</i>	<i>C4A300000</i>
<i>C3A1prueba200002</i>	<i>C4A1prueba200002</i>	<i>C3A300001</i>	<i>C4A300001</i>
<i>C3A1prueba200003</i>	<i>C4A1prueba200003</i>	<i>C3A300002</i>	<i>C4A300002</i>
<i>C3A1prueba200004</i>	<i>C4A1prueba200004</i>	<i>C3A300002</i>	<i>C4A300002</i>

**Muestra B**

<b>B1</b>		<b>B2</b>		<b>B3</b>	
<i>Canal 3</i>	<i>Canal 4</i>	<i>Canal 3</i>	<i>Canal 4</i>	<i>Canal 3</i>	<i>Canal 4</i>
<i>C3B100005</i>	<i>C4B100005</i>	<i>C3B200000</i>	<i>C4B200000</i>	<i>C3B300000</i>	<i>C4B300000</i>
<i>C3B100006</i>	<i>C4B100006</i>	<i>C3B200001</i>	<i>C4B200001</i>	<i>C3B300001</i>	<i>C4B300001</i>
<i>C3B100007</i>	<i>C4B100007</i>	<i>C3B200002</i>	<i>C4B200002</i>	<i>C3B300002</i>	<i>C4B300002</i>
<i>C3B100008</i>	<i>C4B100008</i>	<i>C3B200003</i>	<i>C4B200003</i>	<i>C3B300003</i>	<i>C4B300003</i>
<i>C3B100009</i>	<i>C4B100009</i>	<i>C3B200004</i>	<i>C4B200004</i>	<i>C3B300004</i>	<i>C4B300004</i>

**Muestra C**

<b>C2</b>		<b>C1</b>	
<i>Canal 3</i>	<i>Canal 4</i>	<i>Canal 3</i>	<i>Canal 4</i>
<i>C3C200000</i>	<i>C4C200000</i>	<i>C3c100000</i>	<i>C4c100000</i>
<i>C3C200001</i>	<i>C4C200001</i>	<i>C3c100001</i>	<i>C4c100001</i>
<i>C3C200002</i>	<i>C4C200002</i>	<i>C3c100002</i>	<i>C4c100002</i>
<i>C3C200003</i>	<i>C4C200003</i>	<i>C3c100003</i>	<i>C4c100003</i>
<i>C3C200004</i>	<i>C4C200004</i>	<i>C3c100004</i>	<i>C4c100004</i>

# CAPÍTULO 7

## Análisis de las señales fotoacústicas

*En esta sección se describe el tratamiento y análisis de los datos obtenidos en el capítulo 6, se inicia con el análisis de las señales de la muestra tipo lámina. En la segunda parte se hace el análisis de la señales de la muestra tipo barra en el dominio de la frecuencia donde se determina el tiempo de arribo de la onda longitudinal, a partir de la cual se calcula el módulo elástico en dirección longitudinal utilizando las ecuaciones del capítulo dos.*

*7.1 Metodología para la determinación del tiempo de arribo de las ondas de volumen en las membranas*

*7.2 Análisis de las señales*

*7.2.1 Tiempo de arribo en las muestras tipo lámina*

*7.2.1 Tiempo de arribo en las muestras tipo barra*

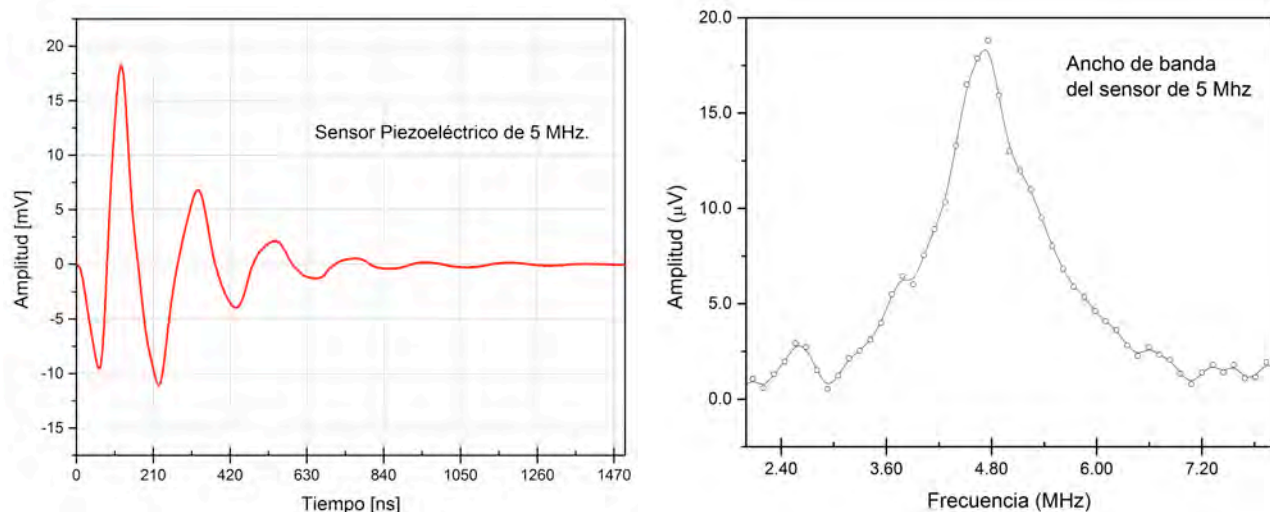
## 7.1 Metodología para la determinación del tiempo de arribo de las ondas de volumen en las membranas

- i. El tiempo de respuesta del transductor PZT se obtiene con un pulso láser.
- ii. Se caracteriza el arreglo experimental (portamuestras) sin la muestra.
- iii. Se caracteriza el arreglo experimental (portamuestras) con la muestra.
- iv. Con un algoritmo hecho en Matlab se analizan las señales para obtener los tiempos de arribo promedio de la onda longitudinal en cada una de las muestras.
- v. Con el Software OriginLab se hace un análisis de las señales en el dominio del tiempo
- vi. Se calcula el tiempo de arribo promedio para cada muestra
- vii. El tiempo de arribo para cada una de las muestras es calculado, así como también la velocidad de cada modo de onda en las muestras.
- viii. Se calcula el módulo elástico utilizando las ecuaciones del capítulo dos y tres.

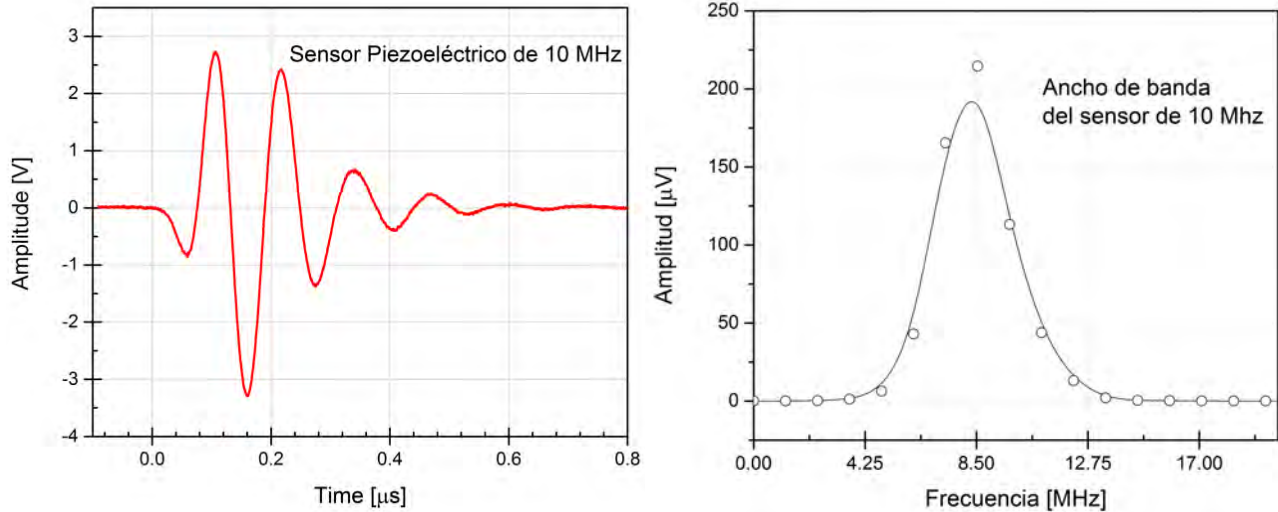
## 7.2 Análisis de las señales

### i) Caracterización de los transductores

Para conocer la forma de onda y tiempo de respuesta de los transductores (Olympus, V327 con frecuencia central en 10 MHz, y el transductor Panametrics, V310 de centrado en 5 MHz) se les envía un pulso de luz en el orden de los 3 a 5 nanosegundos, obteniendo los resultados de las **Gráficas 3 y 4**.



Gráfica 3. Transductor Olympus PZT, V322, lado izquierdo señal en el dominio del tiempo, señal en el dominio de la frecuencia, lado derecho.



Gráfica 4. Transductor Panametrics PZT, V310, lado izquierdo señal en el dominio del tiempo, señal en el dominio de la frecuencia, lado derecho.

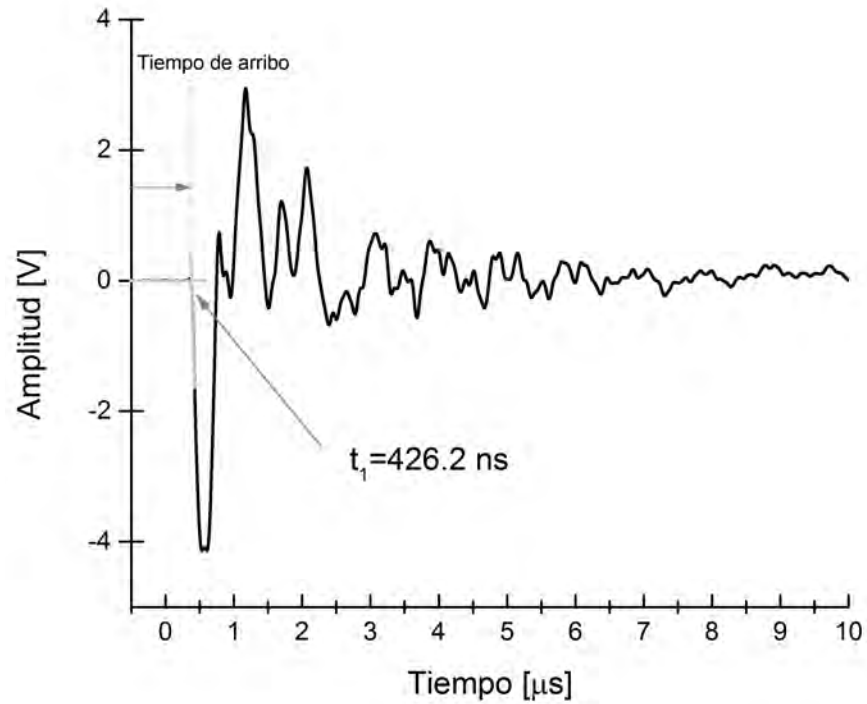
Para la obtención de las señales siguientes se utiliza el láser Ekspla en longitud de onda fundamental en modo de alta energía 400 mJ, con un haz de 5 mm de diámetro. Se acopla el transductor al Osciloscopio LeCroy con 50 Ohms.

## ii) Caracterización del arreglo sin muestra

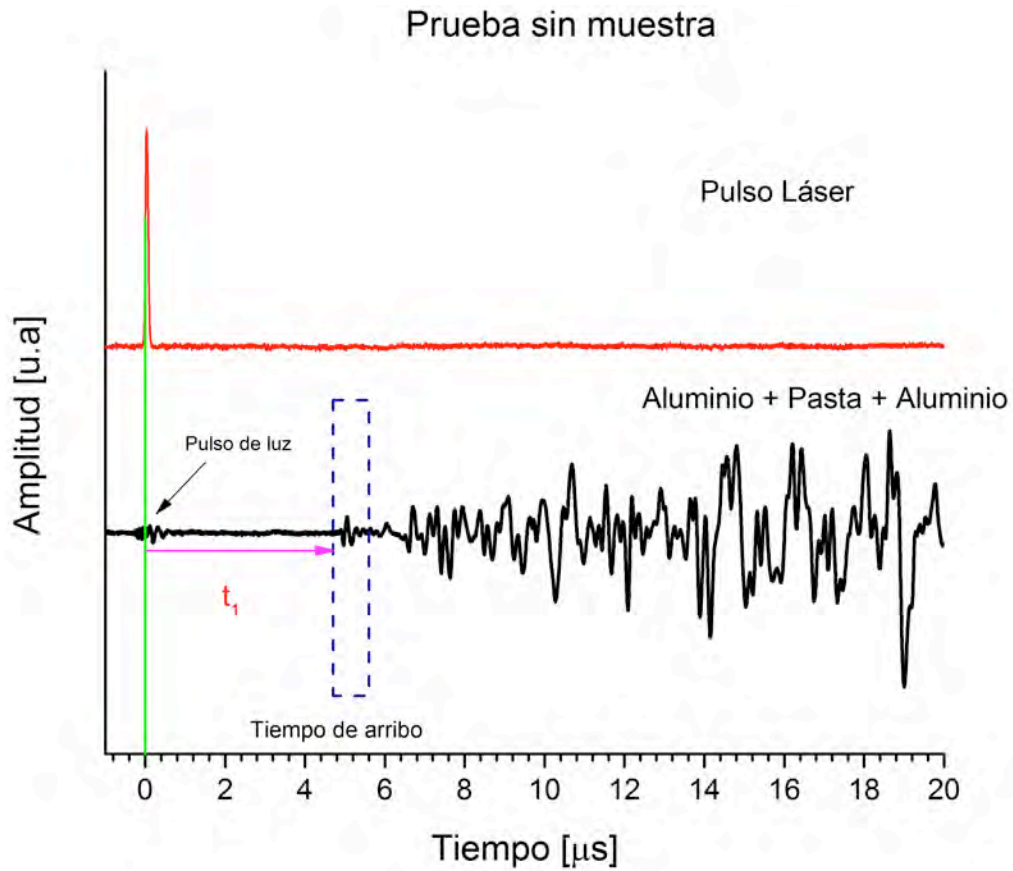
En este trabajo se le nombra, “porta muestra”, a todos los materiales que se le agregan al acondicionamiento de la muestra (dos láminas de aluminio y dos láminas de vidrio).

Para determinar la velocidad de las ondas de volumen en la membrana primero se mide el tiempo de arribo y la forma de onda del acondicionamiento sin la muestra y después se mide en el mismo arreglo pero incluyendo las muestras. Se toman 5 señales del porta muestra y se obtiene un valor de tiempo promedio, las señales obtenidas son como las que se muestran en la [Gráfica 5](#).

Igual que en la medición anterior, para las muestras tipo barra primero se encuentra el tiempo de arribo promedio de la señal fotoacústica en el acondicionamiento (dos barras de aluminio guiadas en un tubo de vidrio). Se adquieren cinco señales como las de la [Gráfica 6](#), y se calcula un tiempo promedio.



Gráfica 5. Señal fotoacústica del acondicionamiento para la muestra tipo lámina sin la muestra en su interior.

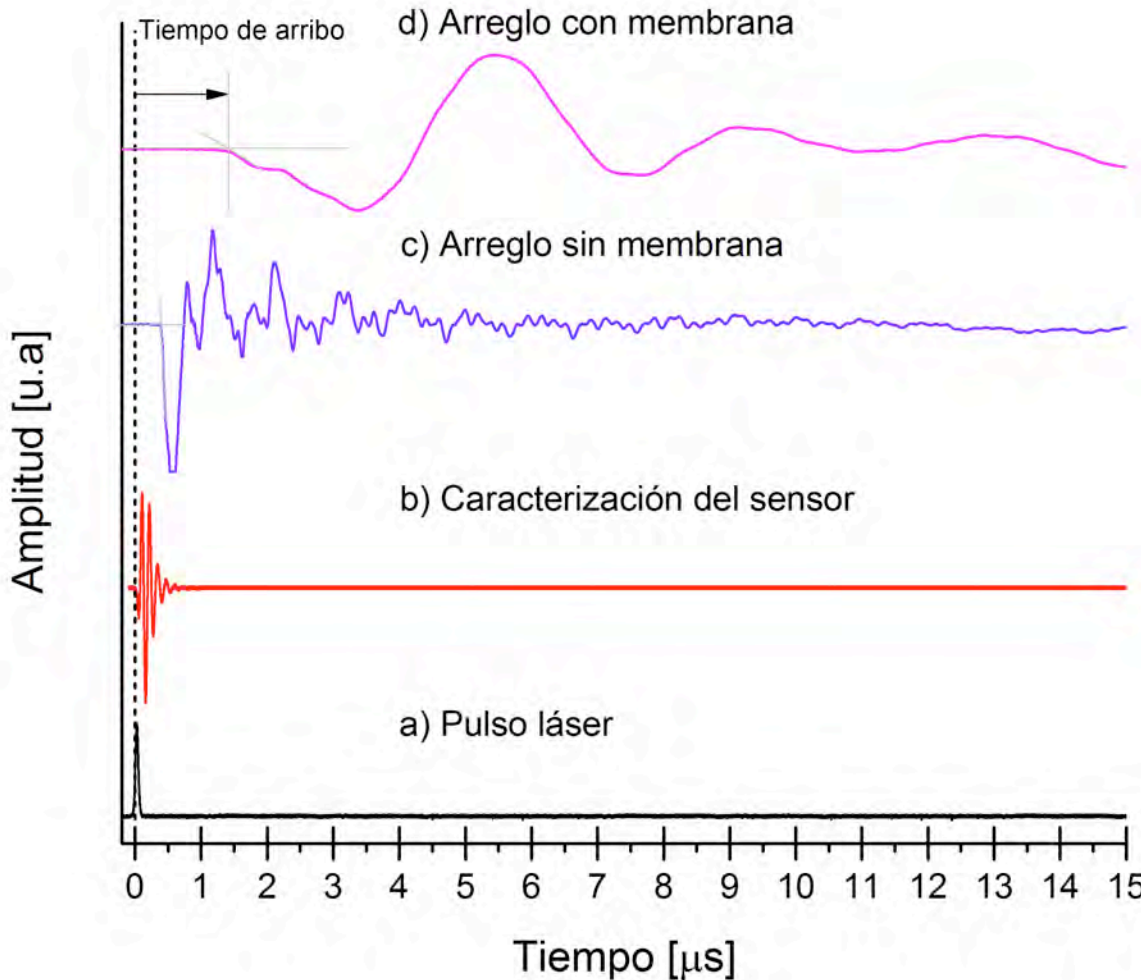


Gráfica 6. Señal fotoacústica adquirida del acondicionamiento para muestra tipo barra sin la muestra.



## iii) Señales del arreglo experimental (portamuestras) con la membrana.

Cuando se introduce la membrana en el arreglo experimental se produce un retardo de la señal debido a las propiedades elásticas de la membrana así como también a la cantidad de espacios vacíos que contiene la muestra. Se toma como base el desplazamiento para realizar el análisis de las señales. En la **Gráfica 7** se muestra un ejemplo de las señales adquiridas, donde el tiempo de arribo de la señal fotoacústica se va incrementado en función de la cantidad de materiales que se interponen entre el pulso de luz y el transductor PZT, según lo refiere [4].



Gráfica 7. Comparación de las señales donde se observa que hay un desplazamiento del tiempo de arribo de la señal fotoacústica conforme se interponen materiales entre el pulso láser y el PZT. La señal identificada con a), es la señal eléctrica generada por el fotodetector cuando detecta el pulso láser, esta señal es usada como punto de referencia en tiempo para las mediciones, la señal b), es la señal que genera el transductor PZT cuando se le hace incidir de forma directa el pulso de luz láser, la señal c), es la señal fotoacústica del arreglo conocido como portamuestra, la señal d) es la señal fotoacústica del arreglo "portamuestra" con la membrana en su interior. A partir de los tiempos de arribo de estas señales se obtiene el tiempo de retardo que hay encada una de las membranas electrohiladas.



## vi) Tiempo de arribo promedio del arreglo sin la muestra (portamuestras).

Para llegar al paso seis (vi) se realizan los pasos iv y v de la metodología. Las señales fotoacústica obtenidas en el “porta muestra” se acondicionan para ser analizadas en el dominio del tiempo y en frecuencia para establecer el tiempo promedio de arribo de la señal fotoacústica.

Las señales fueron suavizadas con 100 puntos, y el análisis en tiempo se realizó midiendo la desviación del eje temporal producida por el primer pico.

**Tabla 17. Tiempo de arribo de la onda longitudinal en el arreglo sin membrana.**

Tiempo arribo de la onda Longitudinal en arreglo con: Vidrio+ Pasta+ Aluminio+ Pasta+ Aluminio+ Pasta, [ns]					Tiempo Promedio [ns]
360.09	354.49	401.28	362.49	324.20	360.51 ± 24.57

## Tiempo de arribo en las muestras tipo lámina

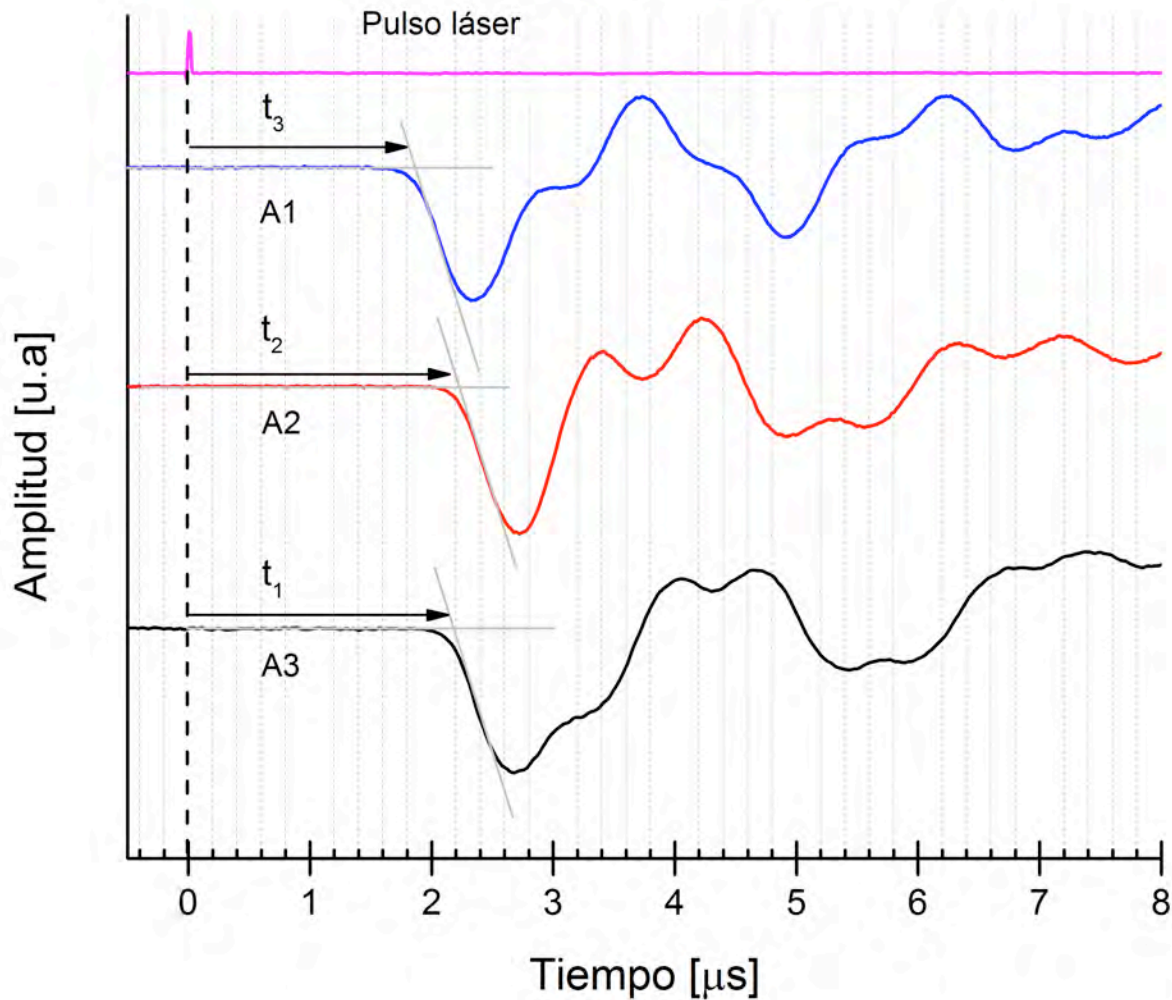
## vii) Tiempo de arribo promedio en las membranas

Las señales fotoacústicas de los arreglos experimentales con las membranas se muestran en la [Gráfica 8](#). Los tiempos promedio calculados se resumen en la [Tabla 18](#).

**Tabla 18. Tiempo de arribo de la onda longitudinal en el porta muestra con membrana.**

Muestra	Gelatina [%]	T <sub>a</sub> longitudinal [ns]			Tiempo [μs]
<b>A1</b>	0	1628.8	1701.6	1610.3	1.6469± 0.0482
<b>A2</b>	0	2111.1	1963.3	1987.0	2.0202±0.0793
<b>A3</b>	0	1957.1	1927.6	1846.6	1.9104± 0.0572
<b>B1</b>	15	1250.0	906.0	831.0	0.9956± 0.2234
<b>B2</b>	15	1245.9	906.0	831.4	0.9944± 0.2209
<b>B3</b>	15	1067.5	960.6	1156.2	1.0614± 0.0979
<b>C1</b>	20	997.5	957.6	963.6	0.9729± 0.2150
<b>C2</b>	20	867.8	848.8	927.0	0.8812±0.4075
<b>C3</b>	20	836.9	888.1	608.2	0.7777± 0.1489

## Muestra A1, 13% PLA - 0% Gelatina



Gráfica 8. Señales fotoacústicas de las muestras tipo lámina con la membrana A. De las cuales se obtiene el tiempo de arribo promedio.

Para conocer el tiempo solo en la membrana se procede con lo siguiente:

$$\text{Tiempo en la membrana} = \text{Tiempo arreglo con muestra} - \text{Tiempo arreglo sin muestra}.$$

Además como el espesor de cada una de las membranas es un dato medido, a partir de esto se obtiene la velocidad de la onda longitudinal a través del espesor.

Tabla 19. Tiempo de arribo de la onda longitudinal en la configuración experimental tipo lámina.

Muestra	Gelatina [% v/v]	Tiempo de arribo [μs]	Velocidad [m/s]
A1	0	1.2864 ± 0.075	250.3 ± 10.73

<b>A2</b>	0	1.6600 ±0.107	216.9 ±7.55
<b>A3</b>	0	1.5499 ±0.084	237.4 ±7.99
<b>B1</b>	15	0.6351 ±0.25	169.3 ±11.55
<b>B2</b>	15	0.633 ±0.24	286.6 ±29.8
<b>B3</b>	15	0.701 ±0.125	284.0 ±27.2
<b>C1</b>	20	0.612 ±0.048	339.69 ±23.2
<b>C2</b>	20	0.521 ±0.068	299.61 ±27.8
<b>C3</b>	20	0.417 ±0.176	292.4 ±38.8

### viii) Cálculo del módulo elástico

Una vez conocidos el tiempo de arribo de la onda longitudinal se calcula el tiempo de arribo de la onda transversal utilizando la ecuación (2.14) y se hace una aproximación de la relación de Poisson con base en los datos reportados para membranas de PLA al 13%, tomados del capítulo 3 de este trabajo.

**Tabla 20. Tiempo de arribo de la onda transversal en la configuración experimental de las muestras tipo lámina.**

<b>Muestra</b>	<b>Gelatina [% v/v]</b>	<b>Tiempo de arribo [μs]</b>	<b>Velocidad [m/s]</b>
<b>A1</b>	0	2.901 ±0.327	110.1 ±5.37
<b>A2</b>	0	3.796 ±0.436	94.8 ±3.78
<b>A3</b>	0	3.532 ±0.415	104.7 ±4.16
<b>B1</b>	15	2.063 ±0.115	88.21 ±6.20
<b>B2</b>	15	1.931 ±0.329	93.22 ±9.61
<b>B3</b>	15	1.354 ±0.121	124.08 ±.843
<b>C1</b>	20	1.582 ±0.116	118.80 ± 8.90
<b>C2</b>	20	1.266±0.578	123.2 ±15.48
<b>C3</b>	20	1.013±0.168	120.4 ±12.8

Tabla 21 Relación de Poisson calculada en las muestras.

Muestra	Gelatina [% v/v]	$K$	Relación de Poisson
A1	0	$2.255 \pm 0.20$	$0.378 \pm 0.035$
A2	0	$2.287 \pm 0.17$	$0.382 \pm 0.029$
A3	0	$2.279 \pm 0.16$	$0.381 \pm 0.028$
B1	15	$3.248 \pm 0.26$	$0.448 \pm 0.044$
B2	15	$3.046 \pm 0.52$	$0.440 \pm 0.080$
B3	15	$1.932 \pm 0.28$	$0.317 \pm 0.046$
C1	20	$2.584 \pm 0.39$	$0.412 \pm 0.062$
C2	20	$2.432 \pm 0.33$	$0.398 \pm 0.053$
C3	20	$2.428 \pm 0.58$	$0.398 \pm 0.95$

A partir de este cálculo se obtiene la velocidad de onda transversal la cual es requerida para hacer la sustitución en las ecuaciones (2.16 y 2.17) junto con el espesor y la densidad de las membranas. Ambos datos se encuentran reportados en las tablas del capítulo 6. A partir de la sustitución se obtiene el módulo elástico en dirección del espesor para cada una de las muestras. Ver Tabla 22

A partir de los datos anteriores se calculan los módulos elásticos promedio para las muestras A, B y C, es decir en función de la concentración de gelatina. Los valores para cada una se despliegan en la [Tabla 22](#).

Tabla 22 Módulo elástico en la dirección dos. Densidad y cantidad de espacio entre las fibras de las muestras tipo lámina.

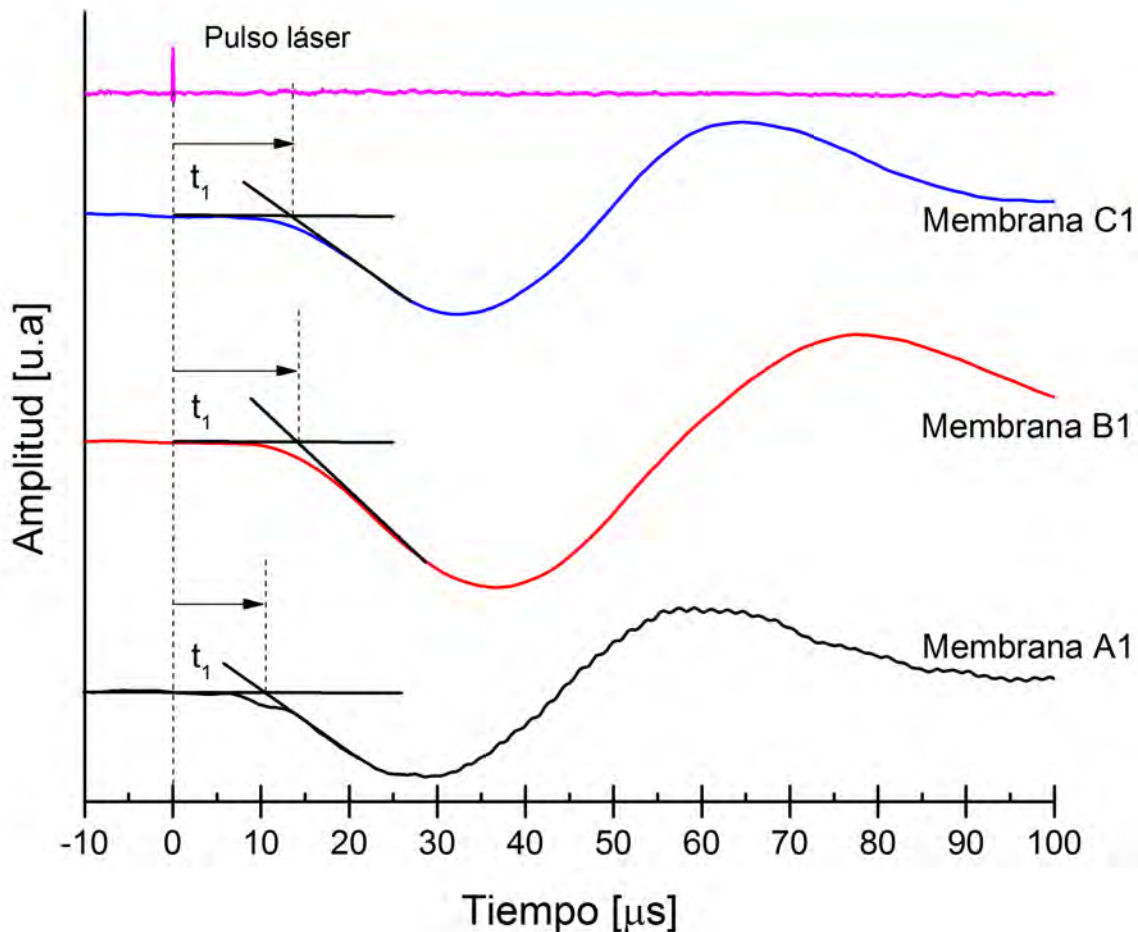
Muestra	Gelatina [% v/v]	Densidad [kg/m <sup>3</sup> ]	Huecos $\epsilon$	$E_2$ [MPa]
A1	0	$183.7 \pm 6.84$	0.848	$5.380 \pm 0.70$
A2	0	$180.98 \pm 5.15$	0.850	
A3	0	$180.39 \pm 5.19$	0.851	
B1	15	$91.43 \pm 5.91$	0.928	$2.698 \pm 0.77$
B2	15	$90.22 \pm 5.23$	0.929	
B3	15	$93.14 \pm 5.52$	0.927	

<b>C1</b>	20	78.81 ±5.37	0.938	
<b>C2</b>	20	95.69 ±7.70	0.925	3.934±0.60
<b>C3</b>	20	113.04 ±9.11	0.911	

## Tiempo de arribo en las muestras tipo barra

### vii) Tiempo de arribo promedio en las membranas

Como en la configuración anterior primero se obtiene el tiempo de arribo de la onda longitudinal en el arreglo experimental sin muestra.



Gráfica 9. Señales fotoacústicas en la muestra tipo barra, de las membrana A, B y C.

Después se obtiene y acondicionan las señales del arreglo experimental con muestra cuyas señales se muestran en la **Gráfica 9**. De la sustracción de estos dos tiempos se obtiene el tiempo de arribo promedio en las muestras.

## viii) Cálculo del módulo elástico

Con el tiempo promedio y el espesor de las muestra, se calcula la velocidad de la onda longitudinal en dirección uno (longitudinal) cuyos datos se despliegan en la [Tabla 23](#).

Tabla 23. Velocidad de onda en la dirección uno.

Muestra	Gelatina [% v/v]	Tiempo de arribo en el arreglo [ $\mu$ s]	Tiempo de arribo en la membrana [ $\mu$ s]	Velocidad [m/s]
A1	0	9.3 $\pm$ 0.2	4.13 $\pm$ 0.13	442.8 $\pm$ 37
A3	0	10.8 $\pm$ 1.3	4.36 $\pm$ 0.02	403.9 $\pm$ 92
A2	0	9.2 $\pm$ 1.7	3.80 $\pm$ 0.08	412.7 $\pm$ 169
B2	15	13.4 $\pm$ 2.5	3.57 $\pm$ 0.07	265.3 $\pm$ 84
B1	15	12.2 $\pm$ 0.7	3.30 $\pm$ 0.06	270.4 $\pm$ 31
B3	15	15.0 $\pm$ 1.3	3.42 $\pm$ 0.16	227.3 $\pm$ 40
C2	20	13.1 $\pm$ 1	3.57 $\pm$ 0.24	258.2 $\pm$ 52
C3	20	12.0 $\pm$ 3.6	3.48 $\pm$ 0.08	290.4 $\pm$ 156
C1	20	13.3 $\pm$ 0.6	3.44 $\pm$ 0.22	262.0 $\pm$ 37

Utilizando las ecuaciones (2.18, 2.19) del capítulo 2 se calcula el módulo elástico en dirección longitudinal para cada una de las muestras. Se hace un promedio y se obtiene el módulo elástico en función de la concentración de gelatina, ver [Tabla 24](#).

Tabla 24. Módulo elástico en dirección uno.

Gelatina [% v/v]	Densidad [kg/m <sup>3</sup> ]	Huecos [ε]	Velocidad [m/s]	$E_1$ [MPa]
0	214.9 $\pm$ 28.9	0.82	442.8 $\pm$ 37	37.0 $\pm$ 5.95
0	234.7 $\pm$ 6.4	0.81	403.9 $\pm$ 92	
0	178.9 $\pm$ 15.6	0.85	412.7 $\pm$ 169	
15	155.4 $\pm$ 12.1	0.88	265.3 $\pm$ 84	10.8 $\pm$ 1.38
15	165.0 $\pm$ 11.1	0.87	270.4 $\pm$ 31	
15	180.3 $\pm$ 29.8	0.86	227.3 $\pm$ 40	

---

<b>20</b>	161.5±40.8	0.87	258.2±52	12.1±1.35
<b>20</b>	160.9±13.4	0.87	290.4±156	
<b>20</b>	152.3±34.2	0.88	262.0±37	

---

# CAPÍTULO 8

## **Análisis de resultados**

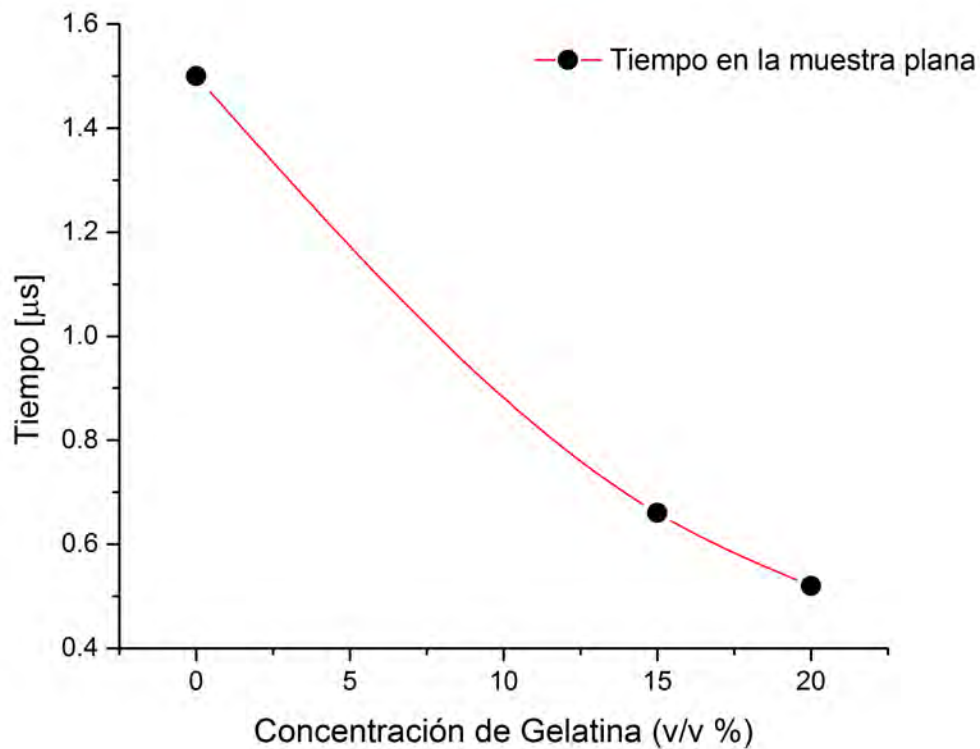
*8.1 Gráficas del comportamiento elástico de las membranas*

*8.2 Comparación del módulo de elasticidad con los reportados en la literatura*

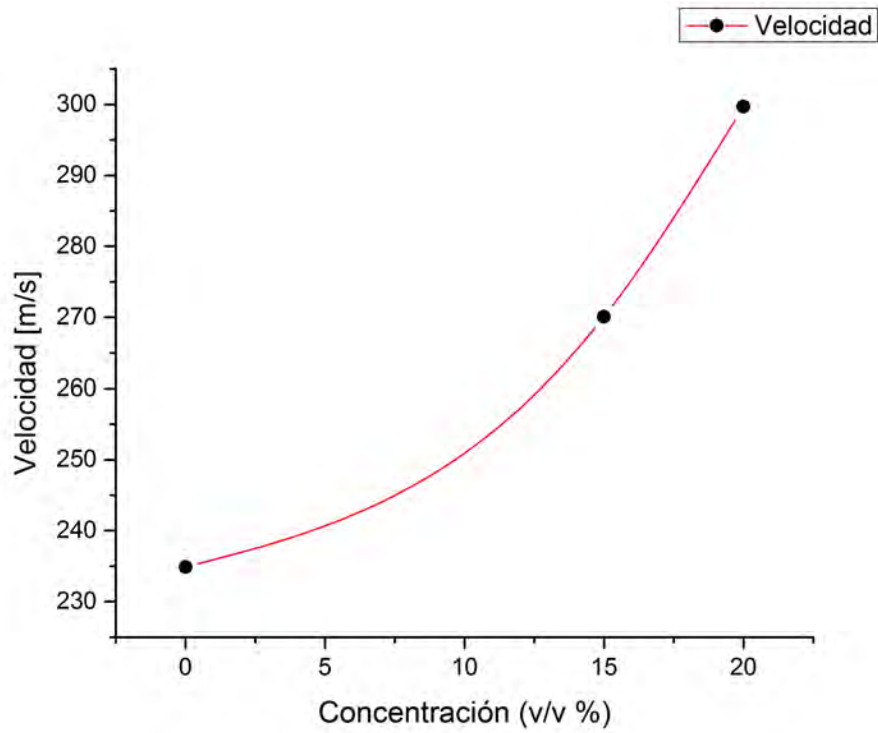


## 8.1 Gráficas del comportamiento elástico de las membranas

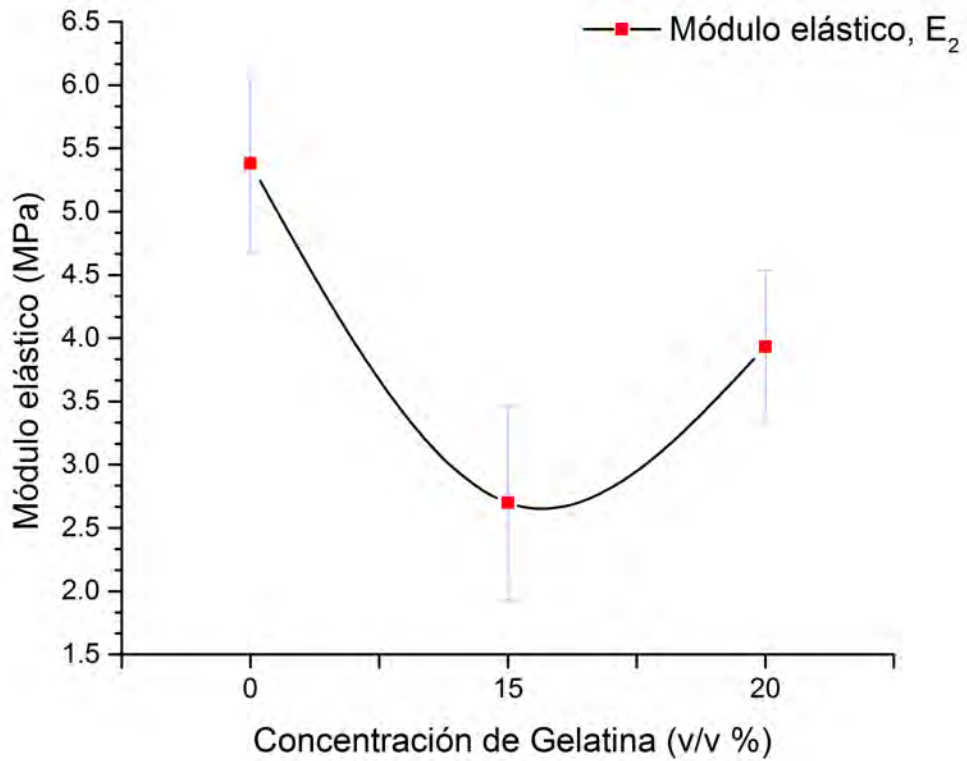
En las Gráficas 10 y 11 se muestra como el tiempo de arribo de la señal fotoacústica disminuye en función de la concentración de gelatina. Es decir la onda acústica viaja más rápido en las membranas que tienen una concentración mayor de gelatina. Esta misma respuesta se tiene en la dirección longitudinal y transversal de la membrana. Así mismo en contraparte la velocidad de la onda longitudinal se va incrementando. Este comportamiento es similar en ambas direcciones en las que se hicieron mediciones en la muestra.



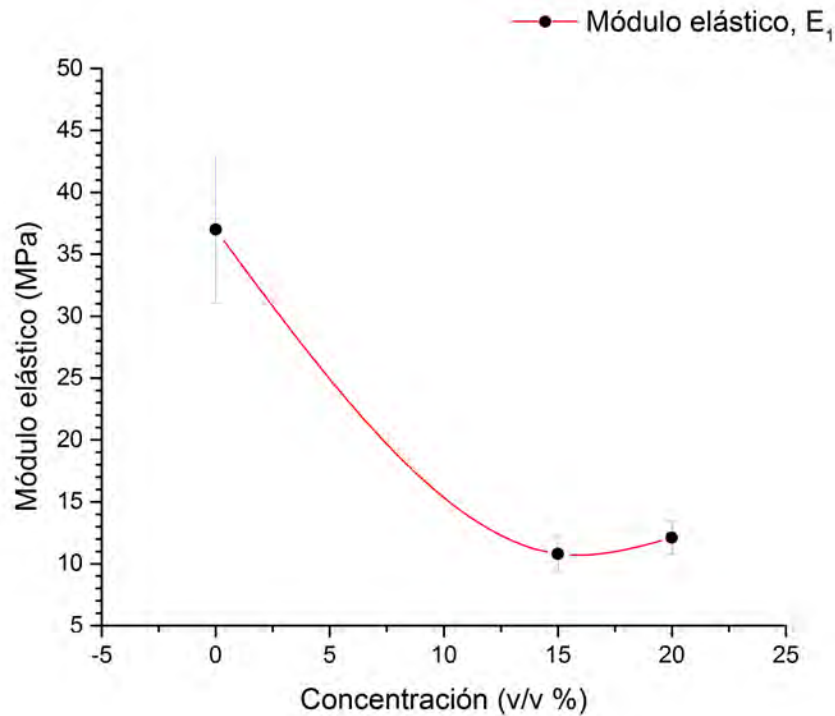
Gráfica 10. Tiempo de arribo de la onda longitudinal en función de la concentración de gelatina.



Gráfica 11. Velocidad de la onda longitudinal en función de la concentración de gelatina.



Gráfica 12. Módulo elástico en dirección dos en función de la concentración de gelatina.



Gráfica 13. Módulo elástico en dirección uno en función de la concentración de gelatina.

En la **Gráfica 12** se muestra el comportamiento del módulo elástico en función del porcentaje de gelatina, en la dirección 2. De las gráficas se interpreta que las membranas PLA/GE, tienen un módulo menor en comparación con las de PLA. Además la diferencia que hay entre las muestra con 15% y 20% de gelatina es de 1.2 MPa, lo que nos hace pensar que el cambio en la forma de colección de las membranas no tiene influencia marcada en su módulo elástico.

Para el módulo elástico en la dirección uno ( $E_1$ ) se tiene un comportamiento similar al de la dirección dos donde el módulo se reduce conforme la concentración de gelatina se incrementa. Si se comparan los módulos medidos en ambas direcciones se presenta una diferencia entre ellos, es decir el módulo elástico en la dirección uno es mayor que el que se tiene en la dirección dos.

A partir del análisis de las señales y la teoría propuesta en capítulo 3, se tienen las cinco constantes elásticas del material las cuales se resumen en la **Tabla 25**.

**Tabla 25. Constantes elásticas medidas en membranas de PLA/Gelatina con la técnica fotoacústica.**

Gelatina [%]	$E_1$ [MPa]	$E_2$ [MPa]	$G_{13}$ [MPa]	$\nu_{12}$	$\nu_{23}$	$G_{23}$ [MPa]
0	37.0±5.95	5.38±0.7	1.95±0.3	0.38±0.002	0.056±0.01	17.5±2.91
15	10.8±1.38	5.70±0.8	0.97±0.4	0.40±0.036	0.098±0.03	4.9±0.74
20	12.1±1.95	5.93±0.6	1.40±0.3	0.40±0.051	0.132±0.03	5.4±0.71

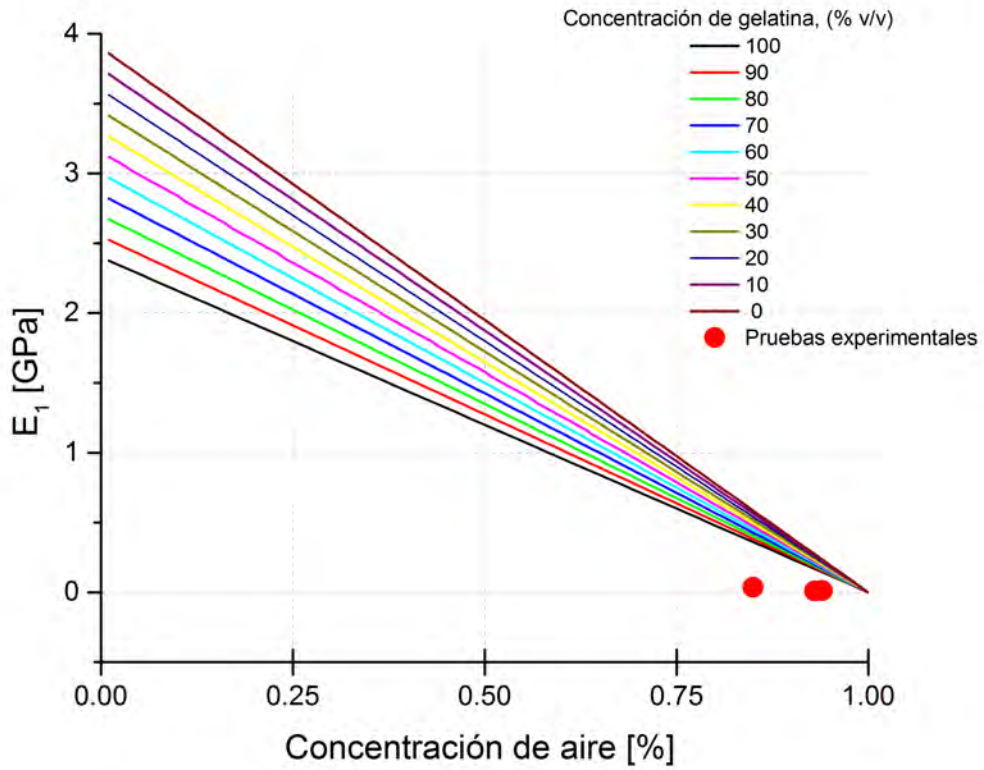
Las membranas de PLA con gelatina tienen un módulo elástico menor que se traduce en una menor rigidez, lo que significa que cuando estas membranas se someten a tensión presentan una deflexión mayor en comparación con las electrohiladas solamente con PLA.

## 8.2 Comparación del módulo de elasticidad con los reportados en la literatura

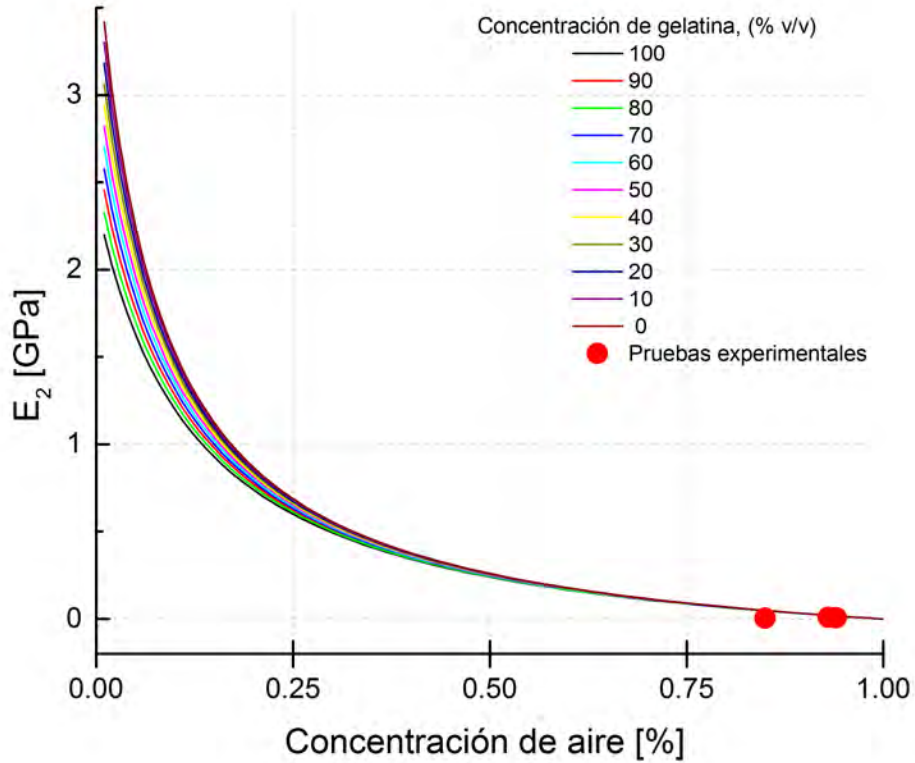
Si se compara el módulo medido con el modulo elástico calculado en el capítulo tres (ver [Gráfica 14](#)) se observa que el módulo medido está por debajo del calculado por alguna decenas de MPa, lo que significa que las ecuaciones para mezclas utilizadas en el capítulo tres sirven para tener las cotas inferior y superior e inferir el comportamiento de las muestras, esto con base en la comparación de se ve en las [Gráficas 14-18](#).

Si se comparan los valores del módulo medido con la técnica fotoacústica y la prueba de tensión en membranas de PLA/Gelatina el orden esta alrededor de la decenas de MPa, sin embargo se tienen valores por encima y por debajo del módulo medido con fotoacústica. Estas diferencias se atribuyen a las condiciones de manufactura de las membranas, la cantidad de concentración de gelatina en las mezclas y al tipo de gelatina y ácido láctico (D, L) utilizado en la solución ya que aunque sean similares no tiene las mismas propiedades lo que repercute en la medición final.

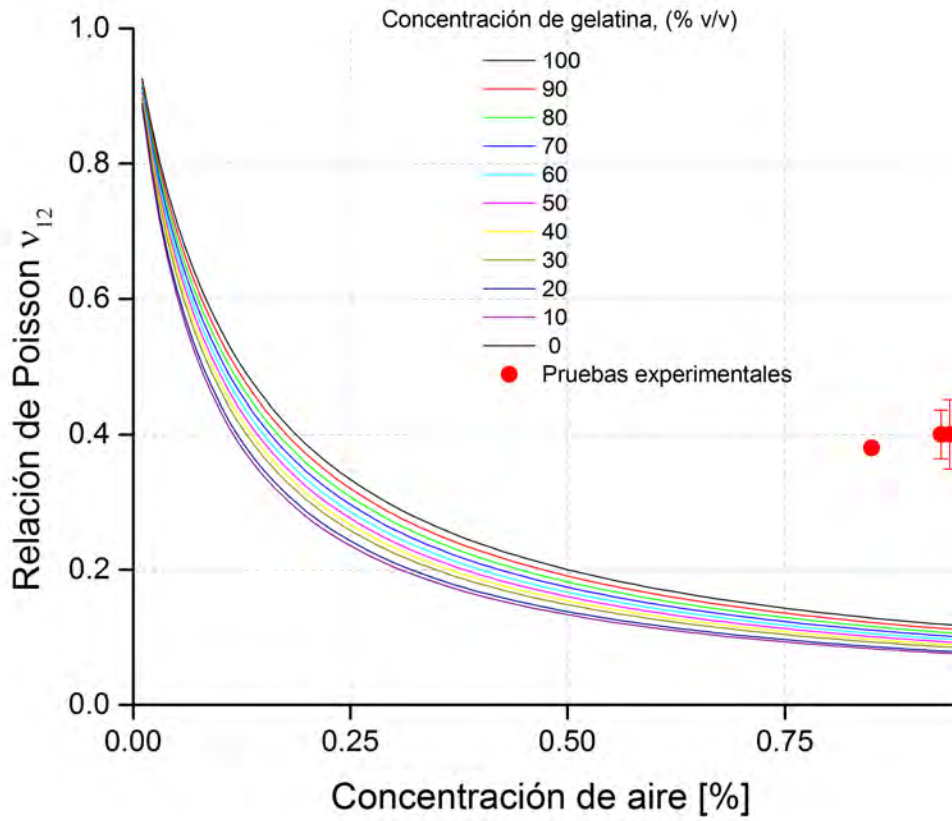
Además si se observan los datos reportados en la [Tabla 26](#) para PLA se ve que el comportamiento elástico va disminuyendo conforme la escala de los materiales se reduce desde el volumen, a películas delgadas (2D), nano láminas y materiales electrohilados. Por lo tanto el módulo elástico disminuye de los GPa a algunas decenas de MPa.



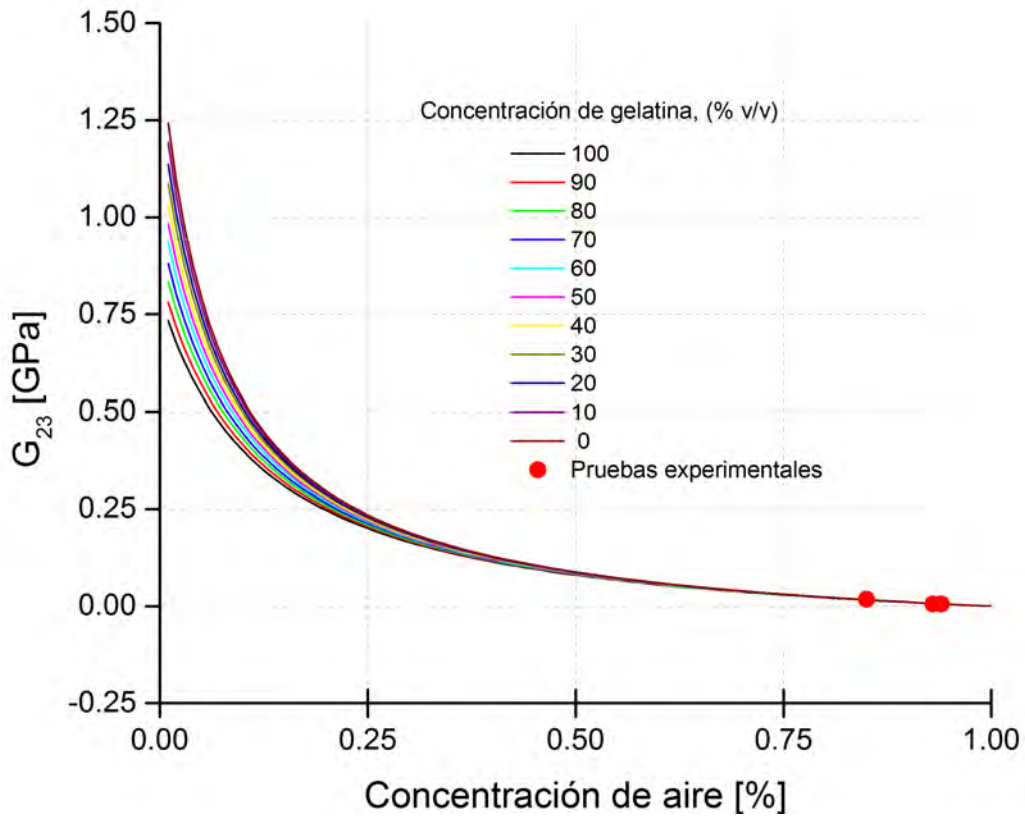
Gráfica 14. Comparación del módulo elástico calculado y medido en la dirección 1.



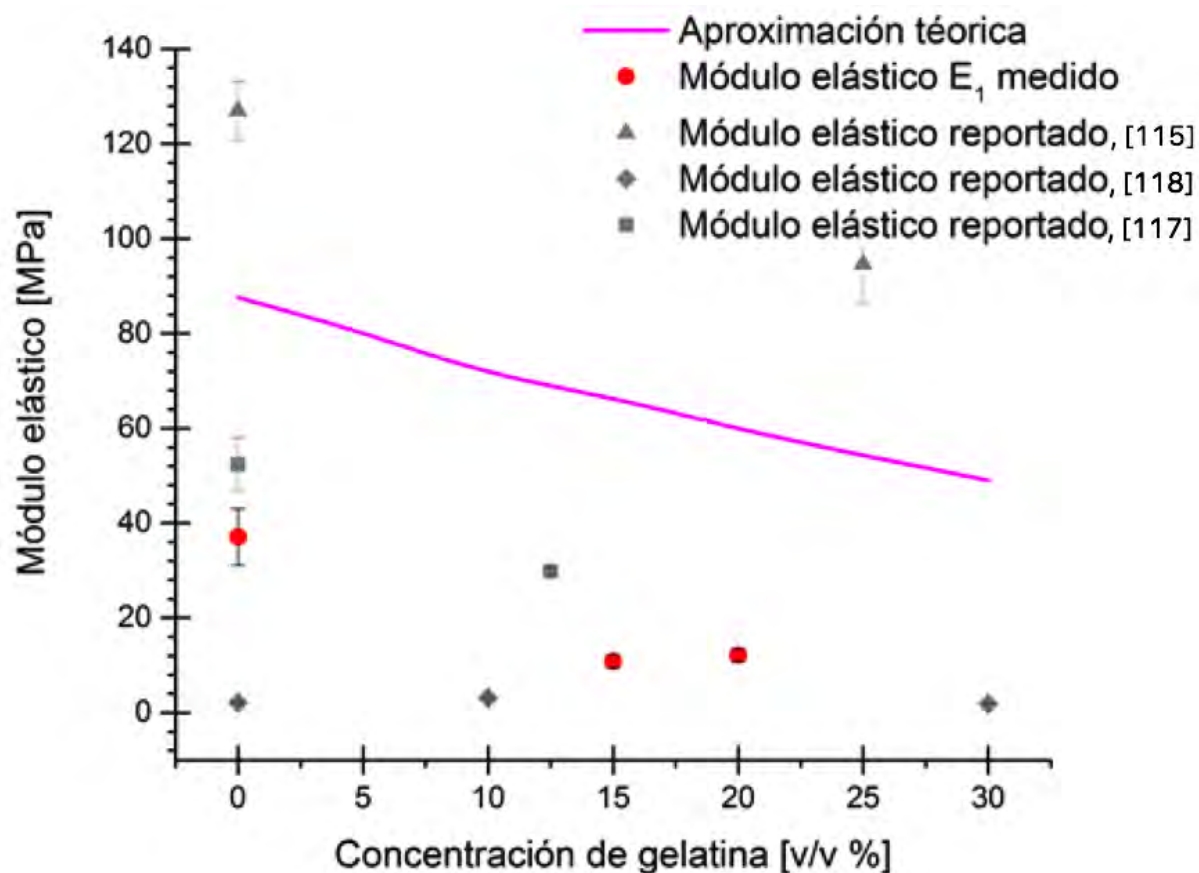
Gráfica 15. Comparación del módulo elástico calculado y medido en la dirección 2.



Gráfica 16. Comparación de la relación de Poisson calculada y medida.



Gráfica 17. Comparación de módulo de cortante calculado y medido.



Gráfica 18. Comparación entre los resultados reportados en la literatura y con los medidos teórica y experimentalmente en este trabajo.

**Tabla 26 Modulo elástico reportado en membranas electrohiladas con características similares a las de este trabajo pero medido con el método de tensión.**

Material	Concentración [% v/v]	Diámetro de fibra [μm]	Espesor [μm]	Porosidad [%]	Módulo elástico [MPa]	Ref
PLLA/Col (Bovine skin) Alineadas	75/25	0.31± 0.09			100	[115]
	50/50	0.33± 0.08			75	
PLLA/Gelatina (Tipo A, Porcino) Desordenadas	8/0				52.4± 5.64	[116]
	7/1				29.74±0.57	
	1/7				57.68 ± 11	
PLLA/ Gelatina (Fish Gelatin) Desordenadas	4/0		134± 14		127 ± 6.2	[117]
	3/1		115± 9		94.6± 8.3	
	0/4		96± 5		66.3 ± 9.6	
PGLA/Gelatina Alineadas	10/0	1.174±350		83.55	0.67 ± 0.01	[118]
	9/1	0.774±181		82.98	0.96 ± 0.02	
	7/3	0.479±307		78.41	0.29± 0.02	

PGLA/Gelatina Desordenadas	10/0	0.594± 226	78.57	2.11±0.35	[118]
	9/1	0.560± 124	75.14	3.10 ± 0.18	
	7/3	0.568± 280	74.85	1.84 ± 0.06	
PGLA/Gelatina Desordenadas				18	[120]
Mezcla de PLLA				19.8± 3.0	[119]
Mezcla de PDLLA				2.8 ±0.4	
Película de Gelatina de pescado		0.05		2050± 97	[121]
Película de PLLA		100± 5		1054	[122]
PLLA Bulk				7000-10000	[124]
Nanosheets PLLA		0.023±0.05		1700±100	[123]



# Conclusiones

En este trabajo se propone una metodología para la caracterización mecánica de membranas electrohiladas partiendo de que son materiales transversalmente isótropos con cinco constantes elásticas:  $E_1$ ,  $E_2$ ,  $G_{23}$ ,  $\nu_{23}$ ,  $\nu_{12}$ .

En la metodología se aplica la fotoacústica pulsada como fuente de ondas ultrasónicas y un receptor piezoeléctrico como sensor. Para determinar dichas constantes, se acondicionan las membranas en dos configuraciones geométricas (plana y cilíndrica), se realizan mediciones fotoacústicas en dos diferentes direcciones y se debe conocer a priori tanto la densidad como la porosidad de las muestras.

La metodología se prueba en membranas electrohiladas de poli(ácido láctico) y gelatina a diferentes porcentajes de concentración [v/v]. Los valores de las constantes elásticas calculadas usando los valores experimentales medidos, los teóricos aproximados y los reportados; indican que se encuentran globalmente en un mismo intervalo de valores, los MPa con respecto a la constante elástica  $E_1$ .

Los valores  $E_2$ ,  $G_{23}$ ,  $\nu_{23}$ ,  $\nu_{12}$ , solo se comparan con los valores calculados usando la aproximación de (Halpin-Tsai), ya que no existen estos valores reportados. Los valores en que se coincide en orden de magnitud son  $E_2$ ,  $G_{23}$ , mientras que para la relación de Poisson  $\nu_{12}$ , el comportamiento calculado difiere del medido en un 40%.

## RECOMENDACIONES PARA MEJORAR LA METODOLOGÍA

- Efectuar más pruebas con membranas electrohiladas de diferentes polímeros.
- Realizar ensayos de tensión para determinar la relación de Poisson.
- Comprobar los tiempos de arribo de las ondas elásticas con mediciones interferométricas
- Incluir en el modelo la distribución de las fibras y su orientación.

# Referencias

1. S. Chakraborty, I.C. Liao, A. Adler, K. W. Leong, *Adv Drug Deliv Rev*, 61(12) 1043,2009
2. T. Ondarcuhu, and C. Joachim, *Europhys Lett* (2),215, 1998
3. C. R. Martin. *Chem Mater*(8), 1739, 1996
4. P. X. Ma, R. Zhang, *J Biomed Mat Res*, (46), 60, 1999.
5. G. M. Whitesides and B. Grzybowski. *Science*,295, 2418, 2002
6. W. J. Morton, *Method of Dispersing Fluids*, US 705,691, 1902
7. A. Arinstein, M. Burman, O. Gendelman, E. Zussman. *E. Nature Nanotech* (2), 59, 2007
8. T. Stylianopoulos, V. H. Bocaras. *Comput. Methods Appl. Mech. Engrg*, 196, 2981, 2007
9. J.C. Halpin, S.W. Tsai, *Effects of environmental factors on composite materials*, Air Force Material Laboratory Technical Report, AFML-TR 67-423, 1969
10. T. Mori, K. Tanaka. *Acta Metall* (5), 571, 1973.
11. T.-W. Chou, S. Nomura, M. Taya. *J. Compos. Mater* (14), 178, 1980.
12. B. Benedikt, M.Kumosa. P. Predecki. *ActaMater.*53, 4531, 2005
13. B. Benedikt, P. Rupnowski, M. Kumosa. *Acta Mater.* 51, 3483, 2003
14. N.J. B Driessen, C.V. C. Bouten. F.P.T. Baaijens, *Journal of Biomechanical Engineering* (3), 494, 2005
15. N.J.B. Driessen, C.V.C. Bouten, F.P.T. Baaijens. *J. Biomech. Engrg.* 127 (3), 494, 2005.
16. T. Stylianopoulos, V.H. Bocaras. *Comput. Methods Appl. Mech. Engrg* (196) 2981, 2007
17. T. Stylianopoulos, C. Bashur, A. Goldstein, V.H. Borocas. *J. Mechanical behavior of biomedical material* , 326, 2008
18. B. E. Pobedrya. *Mechanics of Composites Materials*. Moscow State University Press, Moscow, 1984
19. R. Rodríguez-Ramos, F. J. Sabina, F. J. R. Guinovart- Díaz, J. Bravo-Castillero. *Mech. Mat.*, (33) 223, 2001
20. G. H. Kim, H. Han, J. H. Park, W.D. Kim. *Polym Eng Sci* (47), 707, 2007
21. E.P.S Tan, C. N. Goh, C. H. Sow, C. T. Lim . *Appl Phys Lett* (6) 86, 073115, 2005
22. E.P.S Tan, S. Y. Ng, C. T. Lim. *Biomaterials* 26, 1453,2005
23. G.H Kim, H Han, J.H Park, W.D. Kim. *Polym Eng Sci* 47, 707, 2007
24. K.H Lee, H. Y Kim, M. S. Khil, Y. M. Ra, D. R. Lee. *Polymer* 44, 1287, 2003
25. Thomas V, Jose MV, Chowdhury S, Sullivan JF, Dean DR, Vohra YK. *J Biomater Sci, Polym Ed* 17, 969, 2006
26. N. Bolgen, Y. Z. Menceloglu, K. Acatay, I. Vargel, E. Piskin. *J Biomater Sci, Polym Ed* 16, 1537, 2005
27. E.P.S Tan, S. Y. Ng, C. T. Lim. *Appl Phys Lett*, 87, 123106/1-3, 2005
28. E.P.S Tan, S. Y. Ng, C. T. Lim. *Appl Phys Lett* 84, 1603, 2004
29. E.P.S Tan, S. Y. Ng, C. T. Lim. *Nanotechnology* 17, 2649, 2006
30. L. Yang , K.O Van Der Werf , B.F.J.M Koopman, V. Subramaniam, M.L Bennink, P. J. Dijkstra, et al. *J Biomed Mater Res* , 82A, 160, 2007
31. F. Croiser, A.-Z. Duwez, C. Jérôme, A.F. Leonard, K.O. van der Werf, P.J. Dijkstra, M.L. Bennink. *Acta Biomaterialia* (8) 218, 2012
32. S. Gholizadeh. *Procedia Structural Integrity* (1) 050, 2016
33. C. Tam, *Reviews of Modern Physics*, 2, 1986
34. T. Kundu, *Ultrasonic nondestructive evaluation*. Washington: CRC PRESS, 2003
35. D. C. Hurley, V. K. Terway, A. J. Richard, *J. Phys. Publishing* (12) 1486, 2001
36. B. E. Pobedrya. *Mechanics of composite materials*, Moscu University Press, Moscu, 1984
37. N. Yang, J. H. Kim, J.T.Jeffrey, O. Balogun, and S. Krishnaswamy. *AIP Conference Proceedings* (1211), 1541, 2010
38. C. M. Hernandez, T. W. Murray, S. Krishnaswamy. *AIP Conference Proceedings* (615) 1187, 2002
39. J. P. Mochilan. *IEEE Transactions on ultrasonic* (5), 485,1986
40. R. Hamidzadeh, *Wave propagation in solid and porous half-space media*, New York, Springer,2014
41. J.W.S. Rayleigh. *Proc. London Math. Sco* (12) 4, 1885.
42. F. Merino Lewis. *Eur. J. Phys.* 16 1995
43. R. E Lee y R. M. White. *Appl. Phys. Lett* (12) 12, 1968
44. H. M. Ledbetter and J. C. Moulder. *J. Acoust. Soc. Am* (3) 65, 1979
45. F. A. Ash, e. Dieulesaint, and H. Rakouth, *Electron. Lett.* (16) 470,1980
46. G. Veith and M. Kowastsch, *Appl. Phys. Lett.* (41) 1045, 1982
47. M. Aindow, R. J. Dewhurst, and S. B. Palmer, *Opt. Commun.* (42) 116, 1982
48. M. Yamanaka. B. P. Dykhne and R. Poverkhnost. *Review of Progress in Quiantitative Nondestructive Evaluation* (11) 633, 1992
49. S. R. J. Brueck, T. E. Deutsch, and D. e. Oates, *Appl. Phys. Lett.* (43) 157, 1983
50. B. Sherman, H. Liou, O. Balogun, *J. App. Phys.* 118, 2015
51. A. Lomonosov and P. Hess, *Phys. Rev. Lett.* (83) 3876, 1999

52. V. V. Kozhushko and P. Hess. *Ultrasonics* (48) 488, 2008
53. H. L. Berto. *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.* (MIT- 17) 873, 1969.
54. E. G.H. Lean, C. C. Tseng, and C. G. Powell, *Appl.Phys.Lett.* (16) 32, 1970.
55. E. G. H. Lean and C. C. Tseng. *IEEE Ultrasonics Symp.*, 24, 1969
56. R. M. Arzt and K. Dransfeld. *Appl.Phys.Lett* (7), 156, 1965.
57. G. A. Coquin and H. F. Tiersten. *J. Acoust. SOC. Am* (41), 921, 1967
58. W. R. Smith, H. M. Gerard, J. H. Collins, T. M. Reeder, and H. J. Shaw. *IEEE Trans. Microwave Theory Tech* (MTT-17), 856, 1969.
59. B.A. Richardson. G.S.Kino. *Appl. Phys. Letv.* (16) 15, 1970
60. V. O. Blackledge and I. Kaufman. *Appl.Phys. Lett.* (15) 127, 1969.
61. R. J. Serafin, D. Fryberger, and M. Epstein. *Rev.Sci.Instr* (38) 1395, 1967
62. D. C. Auth and W. G. Mayer. *J.Appl. Phys* (38) 5138, 1967.
63. J. Krokstad and L. O. Svaasand. *Appl. Phys. Lett.* (11) 155, 1967
64. H. Ludloff. *The Journal of the Acoustical Society of America* (12) 193, 1940
65. D. P. Morgan. *PROC. IEE* (116) 11025, 1969
66. C.S Scruby and L.E Drain, *Laser Ultrasonics: Techniques and Applications*, 215, 1990
67. A.M. Lomonosov, A.P. Mayer, P. Hess, *Modern Acoustical Techniques for the Measurement of Mechanical Properties*, 39, ed. By M. Levy, H. E. Bass, R. Stern Academic Press, San Diego, 2001.
68. P. Hess, *Physical Acoustics*, New York, 551, 1991,
69. Schneider D. Thoma S. Bernd S. *Thin Solid Films* (219) 92, 1992
70. Neurband A. Hess. P. *J. Appl. Phys.* (71) 227, 1992
71. Y. Shen and P. Hess. *J. Appl. Phys.* (82) 4758, 1997
72. J. F. Sprouse, K. M. Jackson, T. A. Raju, and M. K. Testerman. *J. Appl. Phys.* 2939, 1965
73. P. Burgholzer. C. Hofer, B. Reitingner, A. Mohammed A. Degischer. H. P. Loidl D. Shulz P. *Composite Science and Technology* (65) 301, 2005
74. J. Rogers, A. Maznev, M. J. Banet and K. A. Nelson, *Annu. Rev. Mater. Sci.* 30 117, 2000
75. Harata, Nishimura y Sawada. *App. Phys. Lett.* (57) 132, 1990
76. P. Hess, A.M. Lomonosov, Nocontact. *Int J Thermophys* (34) 1367, 2013 -2
77. A.K Kromine., P.A Fomitchov., S Krishnaswamy. and J.D Achenbach. *Materials Evaluation* (2) 173, 2002
78. R.S Edwards, B. Dutton, A.R Clough and M.H Rosli. *Applied Physics Letters* (99) 094104, 2011.
79. B. Dutton, A.R Clough. R.S and Edwards. *J. Nondestruct. Eval.* (2) 64, 2011.
80. P.J Burnett, G. A. D. Briggs, S. M. AlShukri, J. F Duffy. *J. App. Physics.* (60) 2517, 1986
81. Berezina, Zhin, S. Schneider, Rebinsky. *Ultrasonics* (43) 87, 2004
82. M. H. Kuok, S.C. Ng, V.L. Zhang. *J.Appl. Phys* (89), 7902, 2001
83. M. Szabadi, P. Hess, A. J. Kellock, H. Coufal, and J. E. E. Baglin. *Phys. Rev. B* (58) 8941, 2008
84. K. Yamanaka. *J appl. Phys.* (36) 2939, 1997
85. D. Royer E. Dieulesaint. *Elastic Waves in Solids I free and guided propagation*, Springer, 267, 1996
86. J. Jeremianh, F. Rushchitsky, *Foundations of Engineering Mechanics, Nonlinear Elastic Waves*, Spriger, 2014
87. J.E. Sinclair *J. Appl. Phys.* (12) 1309, 1982
88. D. Royer E. Dieulesaint. *Elastic Waves in Solids I free and guided propagation*, Springer, 1996
89. JD Achenbach. *Wave propagation in elastic solids*. Amsterdam: North-Holland, 1973
90. G B Chapman II, *Nondestructive evaluation of adhesive bonds*, Bloomington, 2014
91. F. Gaff K. *Wave Motion in Elastic Solids*. New York: Dover, 1991
92. R. B. Ashman, J.D. Corin., *J Biomechanics* (20) 979, 1987.
93. R. B. Ashman, J.Y. Rho. *J Biomechanics* (21) 177, 1988
94. R. B. Ashman, J.Y. Rho, CH Turner. *J Biomechanics* (22) 895, 1989
95. M. A. Biot. *J Acoust Soc Am* (28) 168, 1956
96. T. Sanderson Ume C. Jarzynski *J. Ultrasonics* 35, 553, 1998
97. K. Chun, H. Lai. *Department of Applied Physics and Materials Research Centre, The Hong Kong Polytechnic University*, Tech. Rep 0-7893-6714, 2001.
98. A. Oppenheim, A. Willsky, *Señales y Sistemas*, Prentice Hall, México, 1998
99. J. Proakis, D. Manolakis, *Tratamiento digital de señales*, Prentice Hall, Madrid, 1998.
100. D. Halliday R. Resnick, *Física parte II*, Jonh Wiley and sons. Inc. 1481 1974]
101. S. Donati, *Electro-Optical Instrumentation sensing and measuring with lasers*, Pearson Education, 2004.-6
102. G. J Churchman., D. Payne. *J. Soil Sci.* (34) 437, 1983
103. Z-M Huang, Y-Z Zhang, M. Kotaki. S. Ramakrishna. *Composites Science and Technology* (63) 2223, 2003
104. 41B. Lictner, Hund J. *Medida de porosidad en mortero de cemento y en hormigón, Materiales de la construcción* 24 (53), 1974
105. JC, Halpin, JL Kardos. *Polym Eng Sci* (16) 344, 1976
106. R. Hill. *J Mech Phys Solids* (11) 357, 1963
107. D. Garlotta. *J. Polymers and Environment* (9) 2, 2001

108. [http://fluidos.eia.edu.co/fluidos/propiedades/elasticidad\\_gases.html](http://fluidos.eia.edu.co/fluidos/propiedades/elasticidad_gases.html)
109. <http://silver.neep.wisc.edu/~lakes/PoissonIntro.html>, visitado 22 Mayo 2017
110. M. Broz, D. VanderHasrt, D. Washurn. *N. Biomaterials* (24) 4181, 2003
111. B. S Chiou, R. J Avena-Bustillos, P. J. Bechtel, H Jafri, R Narayan, S. Imam, W. Orts, *J. European Polymer Journal* (44) 3748, 2008
112. M. Jamshidian, E. A Tehrani, M. Imran, M. Jacquot, and Desobry, *Food Science and Food Safety* (9) 552, 2010
113. R. L. Coble and W. D. Kingery. *J. Am. Ceram. Soc.* (39) 377, 1956
114. J. P. Gospodyn, A. Sardarli, A. M. Brodnikovski and R. Fedosejevs. *J. App. Phys.* 92, 1, 2002
115. Sensini. C. Gualadi. L, Cristofolini, *Biofabrication* (9) 015025, 2017
116. Y. Su, X. Li. S. Liu. H. Wang. C. He. *Wiley InterScience* 544, 2010
117. K An., H Liu. S Guo.. Wang D.N.T. K. *International Journal of Biological Macromolecules* (47) 380, 2010
118. Z.X Meng, Y.S Wang, C, Ma. Zheng, L. Li, Y.F. Zheng, *M. Science and Engineering* (30), 1204, 2010
119. CC1 Chen. JY. Chueh H. Tseng HM. Huang SY. Lee *Biomaterials* (24) 1167, 2003
120. A. Yazdanpanah. M. Tahmasbi. G. Amoabediny. J. Nourmohammadi. F. Moztarzadeh. M. Mozafari. *Progress in Natural Science: Materials International* (25) 405, 2015
121. Bor-Sen Chiou. J Roberto. Avena-Bustillos. Peter J. Bechtel. Haani Jafri. Rajnesh Narayan. Syed H. Imama. Greg M. Glenn. William J. Orts. *European Polymer Journal* (44) 3748, 2008
122. Z. Grigale, M. Kalnins, A. Dzene, V. Tupureina, Biodegradable Plasticized Poly (lactic acid) Films, *Scientific Journal of Riga Technical University* (21) 97, 2010
123. W. Knoll. *Functional Polymer Films*, (2) Set, Willey-VCH, 2011
124. B Eling, , S Gogolewski, and Pennings, *A. J. Polymer* (23) 1587, 1982

## Programa para obtener el espectro de frecuencia de una señal

```

%CON EL RECORTE DE 2 AL N
clear all
clc
%CARGA LA SEÑAL
load ('C35 MHz solo00000.txt'); % carga el archivo de datos
y = C35_MHz_solo00000(:,2); % Amplitud
x= C35_MHz_solo00000(:,1); % Tiempo
N = length(y); % longitud del vector
% s= x(2)-x(1); %Intervalo de muestreo
num=1:1:N; %número de puntos en
% Fs=1/s; %frecuencia de muestreo
% T = 1/Fs; %
%t=(0:N-1)/Fs; %deklaralavariabletiempo
x=x-x(1); %Poner en cero la señal
g = mean(y);% calcula el valor medio para llevar a 0 la señal
y2=y-g;
Y = fftshift(fft(y2)); % N: longitud del vector y
Y2 = abs(Y);
s=x(2)-x(1);
FY=((1:length(y2))-ceil(length(y2)/2))/length(y2)/s;

% GRAFICA LA SEÑAL
figure (1);plot(FY,Y2,'k'),axis([0 60000000 0 10]), grid on
set(1, 'name', 'ESPECTRO DE FRECUENCIA');xlabel('Frecuencia Hz'); ylabel('Amplitud
ua ');

% ACONDICIONA LA SEÑAL A 2N
p=1-((log(size(x))./log(2))-fix(log(size(x))./log(2))+log(size(x))./log(2));
x23= linspace(x(1),x(end),2.^p(1));%nuevo x
RR=interp1(x,y2,x23,'linear');% nuevo y
c=length(x23);
num2=1:1:c; %numero de puntos en
% GRAFICA LA SEÑAL
figure(2);plot(num2,RR,'k'); grid on;
set(2, 'name', 'Señal original acondicionada VS No. de puntos');xlabel('No. de
puntos'); ylabel('Amplitud');
%Transformada
h=hamming(length(x23));
s=h.*RR;
delta = x23(2)-x23(1);
R=abs(fftshift(fft(s)/p(1)));
length(R)
T=[0:delta:((length(x23)*delta)-delta)];
f1=((1:length(T)) - ceil(length(T)/2)) / length(T) / delta;
Fs=1/delta; %frecuencia de muestreo
T = 1/Fs; %
% GRAFICA LA SEÑAL
figure (3);plot(f1,R),axis([0 7000000 0 1]), grid on
set(3, 'name', 'Espectro de la señal acondicionada ');xlabel('Frecuencia [Hz]');
ylabel('Amplitud');

%-----Filtro pasa banda
n = 2;
Wn = [1e6 7e6]/(Fs/2);
ftype = 'bandpass';

% Transfer Function design
[b,a] = butter(n,Wn,ftype); % This is an unstable filter
yf3 = filtfilt (b,a,RR);

% GRAFICA LA SEÑAL
figure (4);plot(num2,yf3,'.r'), grid on;

```

```
set(4, 'name', 'Señal filtrada VS No. de puntos');xlabel('No. Puntos');
ylabel('Amplitud');

%----- Transformada de la señal filtrada
Y2 = fftshift(fft(yf3)); % N: longitud del vector y
B2 = abs(Y2);
FY2=(1:length(num2))-ceil(length(num2)/2)/length(num2)/delta;
M=max(B2);
C=B2/M;
figure (4)
% GRAFICA LA SEÑAL
plot(FY2,C,'r','linewidth',2),axis([0 15000000 0 1.5]), grid on;
set(4, 'name', 'ANCHO DE BANDA');xlabel('Frecuencia Hz'); ylabel('Amplitud ua ');
```



```

disp('   Vf   |   Ex   |   Ey   |   nuxy   |
Gxy ')
for i=1:1:11
fprintf('   %3.2f   |   %3.4E   |   %3.4E   |   %3.4f   |
%3.4E\n',...
Vf(i),Ex(i),Ey(i),nuxy(i),Gxy(i))
end
%% Test 3
% Graph of elastic modulii and Poisson's ratios of a Unidirectional Lamina
% as a Function of Fiber Volume Fraction
for i=1:1:101
Vf(i)=i/10-0.1;
[moduli] = moduli_halphin(Ef,Em,nuf,numm,Vf(i),xi);
Ex(i)=moduli(1);
Ey(i)=moduli(2);
nuxy(i)=moduli(3);
Gxy(i)=moduli(4);
end
% Plot of elastic modulus
figure
hold on
plot(Vf,Ex,'b','LineWidth',2)
plot(Vf,Ey,'r','LineWidth',2)
grid
legend('Módulo Elástico Longitudinal','Modulo Elástico Transversal')
title('Módulo Elástico vs. Fracción Volumétrica de Fibras ')
xlabel('Fracción Volumétrica de Fibras')
ylabel('Módulo Elástico')
hold off
% Plot of Poisson's ratio
figure
hold on
plot(Vf,nuxy,'b','LineWidth',2)
grid
legend('Poisson')
title('Poisson vs. Fracción Volumétrica de Fibras')
xlabel('Fracción Volumétrica de Fibras')
ylabel('Poisson')
hold off
% Plot of shear modulus
figure
hold on
plot(Vf,Gxy,'b','LineWidth',2)
grid
legend('Módulo Cortante')
title('Módulo Cortante vs. Fracción Volumétrica de Fibras')
xlabel('Fracción Volumétrica de Fibras')
ylabel('Módulo Cortante')
hold off

```



## Programa que calcula el tiempo de arribo de la onda longitudinal y transversal de una señal fotoacústica

```

clear all
clc
load ('C33L00000.txt'); % carga el archivo de datos
y = C33L00000(:,2); % Amplitud
x= C33L00000(:,1); % Tiempo
N = length(y); % longitud del vector
% s= x(2)-x(1); %Intervalo de muestreo

num=1:1:N; %numero de puntos en

% Fs=1/s; %frecuencia de muestreo
% T = 1/Fs; %

%t=(0:N-1)/Fs; %declaralavariabletiempo

x=x-x(1); %Poner en cero la señal

g = mean(y);% calcula el valor medio para llevar a 0 la señal
y2=y-g;

Y = fftshift(fft(y2)); % N: longitud del vector y
Y2 = abs(Y);
s=x(2)-x(1);
FY=((1:length(y2))-ceil(length(y2)/2))/length(y2)/s;

%figure (1);plot(FY,Y2,'k'),axis([0 60000000 0 10]), grid on
%set(1, 'name', 'ESPECTRO DE FRECUENCIA');xlabel('Frecuencia Hz'); ylabel('Amplitud ua
');

% ACONDICIONA LA SEÑAL A 2N
p=1-((log(size(x))./log(2))-fix(log(size(x))./log(2))+log(size(x))./log(2));
x23=linspace(x(1),x(end),2.^p(1));%nuevo x
RR=interp1(x,y2,x23,'linear');% nuevo y
c=length(x23);
num2=1:1:c; %numero de puntos en

figure(2);plot(x23,RR,'.k'); grid on;
set(2, 'name', 'Señal original acondicionada VS No. de puntos');xlabel('No. de puntos');
ylabel('Amplitud');

%Tranformada
h=hamming(length(x23))';
s=h.*RR;
delta = x23(2)-x23(1);
R=abs(fftshift(fft(s)/p(1)));
length(R)
T1=[0:delta:((length(x23)*delta))-delta]';
f1=((1:length(T1)) - ceil(length(T1)/2)) / length(T1) / delta;

Fs=1/delta; %frecuencia de muestreo
T = 1/Fs; %

%figure (3);plot(f1,R),axis([0 7000000 0 1]), grid on
%set(3, 'name', 'Espectro de la señal acondicionada ');xlabel('Frecuencia [Hz]');
ylabel('Amplitud');

%-----Frltro pasa banda
n = 2;

```

```

Wn = [3e6 7e6]/(Fs/2);
ftype = 'bandpass';

% Transfer Function design
[b,a] = butter(n,Wn,ftype);      % This is an unstable filter
yf3 = filtfilt (b,a,RR);

figure (4);plot(x23,yf3,'.r'), grid on;
set(4, 'name', 'Señal filtrada VS No. de puntos');xlabel('No. Puntos');
ylabel('Amplitud');

%----- Transformada de la señal filtrada

Y2 = fftshift(fft(yf3)); % N: longitud del vector y
B2 = abs(Y2);
FY2=((1:length(num2))-ceil(length(num2)/2))/length(num2)/delta;

M=max(B2);
C=B2/M;

%figure (4)
%plot(FY2,C,'r','linewidth',2),axis([0 15000000 0 1.5]), grid on;
%set(4, 'name', 'ANCHO DE BANDA');xlabel('Frecuencia Hz'); ylabel('Amplitud ua ');

%CALCULO DE LAS VELOCIDADES

[A,I]=max(abs(yf3)); % I = posicion del %maximo
yh = hilbert(yf3); % transforma los datos discretos de (y), en forma compleja,

%utilizando la transformada de hilbert (calcula el contenido de frecuencia
%de una señal ya sea de energia o de potencia)
y3 = sqrt(yf3.*yf3+yh.*conj(yh)); %El cálculo de la fase P se realiza analizando

%la envolvente de la señal (normalizado a uno, es decir la amplitud máxima
%de la señal será igual a uno)se realiza mediante eta ecuacion
A2 = max(y3); %amplitud maxima de la onda p
y3 = y3/A2; % envolvente
comp = mean(y3(1:60));% calcula el valor medio de la matriz

%Gráfica de la transformada de hilbert
figure (6)
plot(x23,y3), grid on % normalizada

% [z,p]=findpeaks(y3);
%
%lee el punto y gurada hasta donde la amplitud se mayor que el umbral
%puesto
for n = 10:I %posicion del maximo
if y3(n) > 5.9*comp
    n;
break
end
end

%busca la posición donde la derivada de y3 sea negativa

m=4;

for k = 1:n
if (y3(m-k)-y3(m-k-1))<0 && (y3(m-k)<0.25)
Ip = n-k;
tp = (Ip)*T;
break
end
end

```

```

fprintf('%s%8.8f\n', ' Tiempo P = ',tp);

Ix = round((Ip+I)/2);%redondea los numero de IP+I/2al entero mas proximo
for n = Ix:I
if y3(n) > 0.45
n;
break
end
end

% Calculo de la fase S
for k = Ix:n+Ix
if (y3(n+Ix-k)-y3(n+Ix-k-1)<0)&& y3(n+Ix- k)<0.1
Is = n+Ix-k;
ts = (Is)*T;
break
end
end
fprintf('%s%8.6f\n', ' Tiempo S = ',ts);

```

## Información técnica del interferómetro.

Se emplea la interferometría de baja coherencia, un sistema OCT (Tomografía de coherencia óptica) en el dominio del tiempo para realizar la adquisición de las ondas acústicas superficiales desde una posición cercana hasta una posición lejana del campo de excitación.

La interferometría de baja coherencia permite localizar puntos de detección sobre la superficie de la muestra con una longitud de resolución axial que está determinada por la longitud de coherencia de la fuente de luz, esto concentra la detección solamente a ondas de tipo superficial por lo que se reduce el ruido ambiental. Este dispositivo se emplea en su configuración básica de medición en el dominio del tiempo el cuál se muestra en la **Figura 1** y los datos técnicos se muestran en la tabla 1.

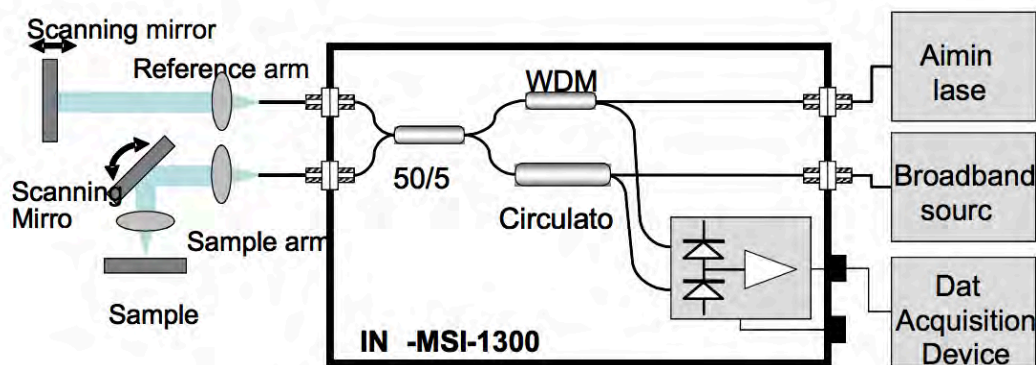


Figura 1. Esquema del interferómetro en el dominio del tiempo.

Tabla 1. Parámetros ópticos y eléctricos del interferómetro.

<b>Interferómetro de</b>	Longitud de onda : 1250-1350
<b>Michelson INTS-MSI-1300B</b>	Tipo de fibra: Cornin SMF28
	Perdida interna para 1300 nm IN: <4.2 dB
<b>Parámetros eléctricos.</b>	Diferencia de longitud de camino, brazo de referencia y de medición: <0.1 mm estándar < 0.2 mm máximo
	Potencia máxima de entrada en 1300 nm IN: 250 mW

### Parámetros ópticos

Detector: InGasAs/PIN

Intervalo de longitud de onda: 800-1700 nm

Reponsividad: 1.0 A/W

Ancho de banda de salida: DC- 100 MHZ

Potencia de saturación 35  $\mu$ W

Máxima potencia de entrada (umbral de daño del fotodiodo): 20 mW

Impedancia 50 Ohms

El máximo voltaje de oscilación a la salida es V (alta impedancia) y (50 Ohms)

Una vez conocidos los datos técnicos y el arreglo básico para la medición se seleccionan los elementos adicionales al instrumento, teniendo como parámetro crítico la longitud de onda de operación que es **1250-1350 nm**, la potencia máxima de entrada **250 mW** y el tipo de conexión empleado para fibra, **Cornin SMF28, fibra de un solo modo y conectores FC/APC**. Con base en la Figura 2 del comportamiento espectral se observa que para 1300 nm la señal de salida es independiente de los cambios de polarización y además es cuando se da el acoplamiento de los puertos del brazo de medición y de referencia. Es necesario operar cerca de esa longitud de onda para que el instrumento proporcione las señales de salida especificadas en el manual.

La fuente seleccionada es un SLD 1325, empaquetada con un TEC, termistor que permite el control de temperatura, cuyos datos técnicos están en la tabla siguiente.

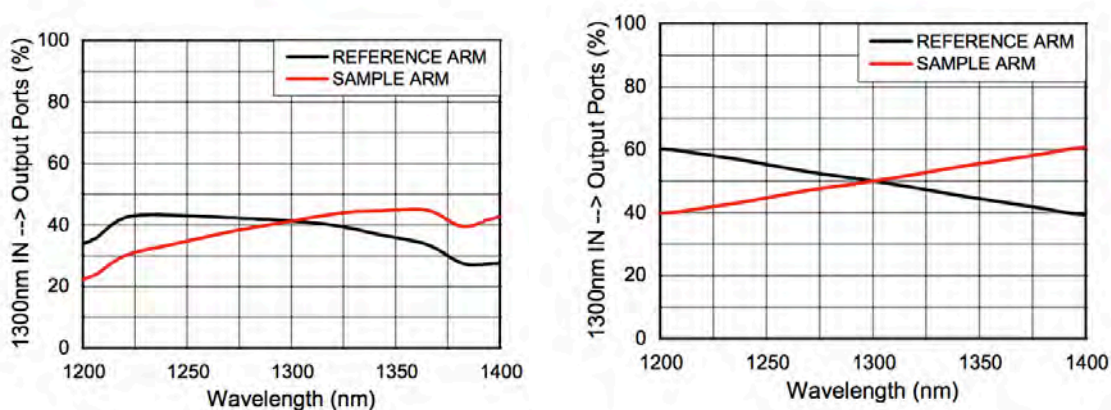


Figura 2. Comportamiento espectral del puerto de salida del interferómetro.

**Tabla 2. Características eléctricas y ópticas del SLD.**

<b>SLD 1325, LED súper luminiscente con un termistor(TEC) integrado para sistemas OCT</b>	Tipo; Butterfly Pkg
	Longitud de onda central: 1322.4 nm
	Ancho de banda (FWHM): 104.7 nm
	Potencia 15.9 mW
	Máxima inyección de corriente SDL: 780 mA
	Voltaje máximo: 4 V
	Voltaje directa 1.74 V
	Temperatura de operación: 0 a 40 °C
	Resistencia del termistor 10 K Ohms
	Tipo de fibra SMF-28e, FC/APC
	Longitud de la fibra 1m

Como se observa la potencia máxima de operación está por debajo del umbral de daño (15.9 mW) del fotodiodo del interferómetro, además de operar en el intervalo de longitud de onda requerido. Para este diodo láser es necesario emplear una fuente controlada en corriente o voltaje y que tenga un circuito de retroalimentado de control de temperatura para no dañar el diodo. Los datos críticos para la selección es que permita el control de corriente en un intervalo menor a la 780 mA, suministro de voltaje máximo de 4 V, la fuente seleccionada es CLC1015.

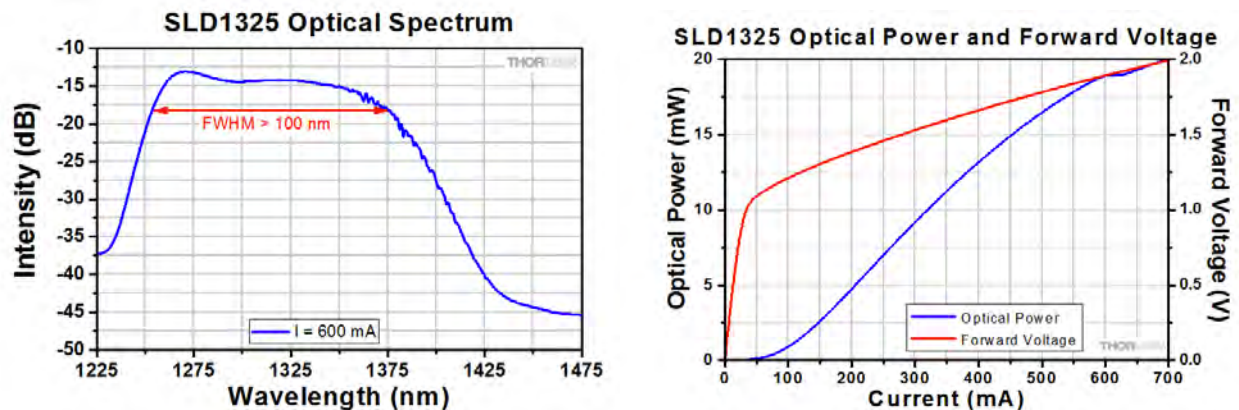


Figura 3. Comportamiento espectral del SLD 1325.

**Tabla 3. Parámetros eléctricos del controlador CLD1015.**

<b>Controlador de Diodo Láser CLD1015 para montajes Butterfly Pkg con TEC</b>	Intervalo de control: 0 a 1.5 A
	Suministro de voltaje: > 4 V
	Impedancia de entrada 10K Ohms
	Lazo de control PID
	Ajuste de temperatura TEC( Thermo Electric Cooler)

El láser para alineamiento tiene que trabajar en una longitud de onda alrededor de 600 nm, el cual es un valor por debajo del intervalo de detección del fotodiodo PIN del interferómetro. Para ingresarlo al módulo del interferómetro se requiere acoplarlo a una fibra.

**Tabla 4. Parámetros ópticos del láser para alinear y la fibra óptica.**

<b>Diodo láser para alinear</b>	Longitud de onda central: 650 nm
	Potencia: 5mW
	Voltaje: 5 a 12 VDC
<b>Cable de fibra SAM450</b>	Un solo modo FC/PC
	Intervalo de operación 633-780 nm
	NA 0.10-0.141
	1 metro.

## Acoplamiento de los brazos de medición y de referencia

### Brazo de referencia

Para tener la configuración de un interferómetro de Michelson se requiere tener una longitud fija en el brazo de referencia por lo cual se pretende colocar al final de una longitud de fibra. Esto es especialmente útil en interferómetro de fibra, ya que proporciona un brazo de referencia estático sin necesidad de acoplamiento al aire libre. Estos dispositivos están recubiertos con una capa de plata que proporciona una reflexión media de  $\geq 97.5\%$  para luz desde 450 nm hasta el límite de longitud de onda de la fibra.

**Tabla 5. Parámetros eléctricos de la fibra.**

<b>Reflector de un solo modo de fibra óptica</b>	Intervalo de longitud de onda: 1260-1625 nm
<b>P5-SMF28ER-P01-1</b>	Longitud de onda de corte: <1260 nm
	NA 0.13-0.15
	Potencia láser por arriba de 300 mW
	Longitud de cable 1m

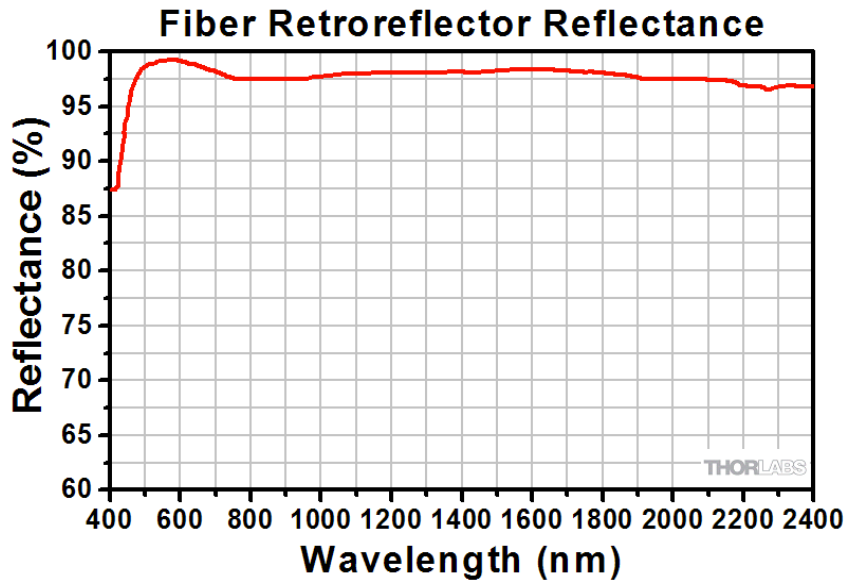


Figura 4. Comportamiento espectral del espejo de referencia

Debido a que la retroalimentación de reflexión agua abajo (brazo de referencia) puede causar inestabilidades en algunos dispositivos tales como diodos láser. Se debe emplear una configuración de reflector variable, como el que se muestra en la Figura 5, logrando con esto introducir una reflexión calibrada en el dispositivo y mediante el análisis de los efectos de la retro-reflexión, evaluar los niveles de ruido, la tasa de error de bits, distorsión etc. Para lograr esta calibración se introduce en el diseño un atenuador variable cuyas características se despliegan en la Tabla 5.



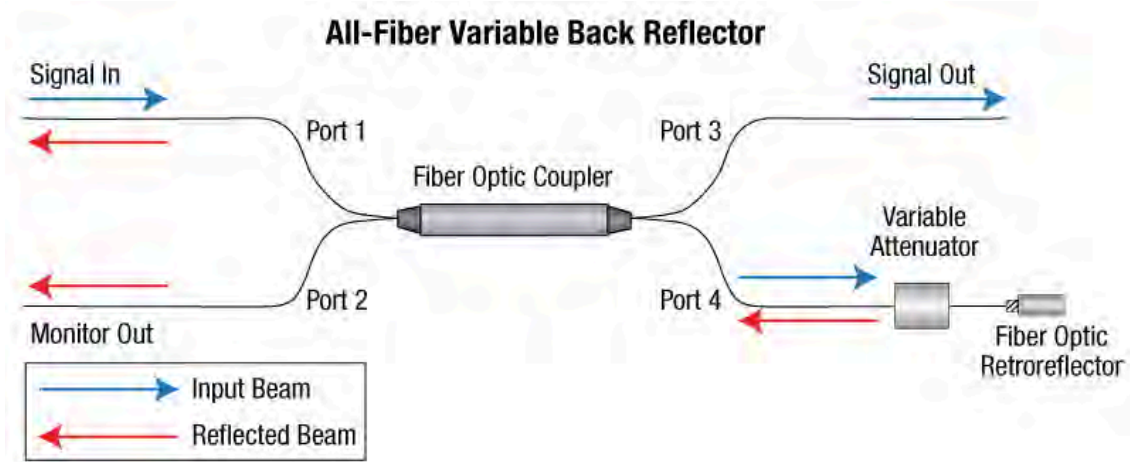


Figura 5. Esquema de la implementación del atenuador variable.

**Tabla 5. Parámetros ópticos del atenuador de fibra óptica**

<b>Atenuador de fibra óptica</b>	Longitud de onda de operación: $1320^{\pm} / 1550^{\pm}$
<b>VOA50-APC</b>	Intervalo de atenuación : 1.5 ~ 50 dB
	Perdida interna: 0.83 dB
	Longitud de cables: 2 m
	Longitud del dispositivo: 38.1 mm
	Potencia máxima 300 mW

## Brazo de medición

Para la salida del brazo de medición se recomienda, paquete de colimación para fibra, el cual es necesario para realizar el acampamiento en aire con la superficie de la muestra a medir. Además cuenta con un recubrimiento antirreflejante en un extremo de fibra para aumentar la transmisión y mejorar la pérdida de retorno en la interfaz de fibra a espacio libre. Para seleccionarlo los criterios a tomar en cuenta son la longitud de onda de alineación.

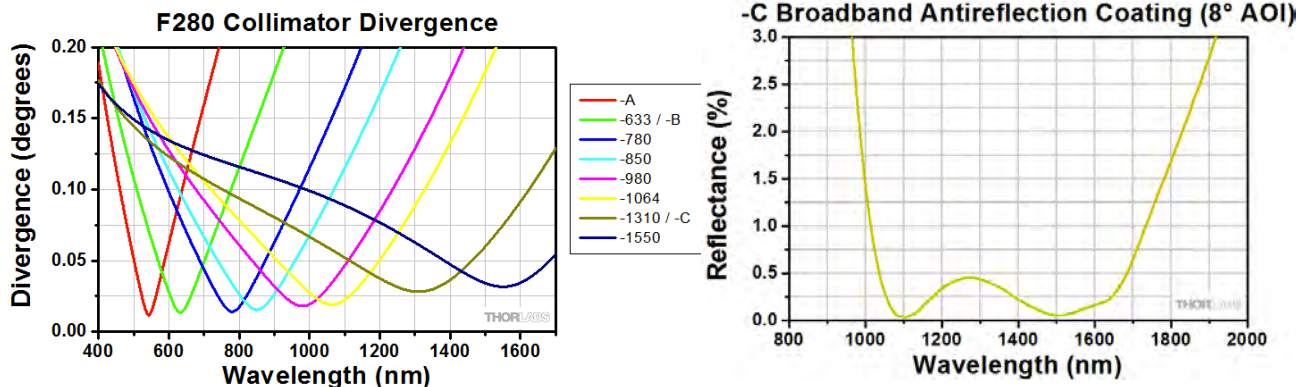


Figura 6. Parámetros ópticos del Colimador F280.

Con base en la información mostrada por el fabricante, se selecciona el paquete de colimación para 1310 nm.

**Tabla 6. Parámetros ópticos del Colimador F280.**

<b>Colimador de fibra</b>	Longitud de onda de alineación: 1310 nm
<b>F280APC-C</b>	Diámetro del haz: 3.4 mm
	NA: 0.15
	$f = 18.67$ mm
	Ángulo de divergencia teórico: $0.028^\circ$
	Ancho de banda del recubrimiento: 1050-1620 nm
	Diámetro del haz: 3.6 mm
	Longitud del dispositivo: 27.2 mm

Las lentes de escaneado telecéntricas producen una imagen plana cuando el punto de haz de enfoque sufre una distorsión mínima y se varía el ángulo del haz incidente con respecto al eje óptico de la lente. Una trayectoria de lente de escaneado telecéntrico puede también maximizar la luz dispersada o emitida que es capturada de la muestra (la señal) por el sistema de detección. Además, el tamaño de punto en el plano de imagen es casi constante en todo el campo de visión, lo que resulta en una resolución de imagen que varía mínimamente en el área escaneada de la muestra. Estas lentes ofrece campos de visión iguales o superiores a  $18 \times 18$  mm<sup>2</sup>, y todos poseen recubrimientos anti-reflexión (AR) diseñados para minimizar los reflejos de las fuentes de luz de banda ancha.

Al diseñar un sistema de imagen que utilice una lente LSM en una configuración OCT, es importante adaptar la longitud de onda de diseño, la distancia parfocal, la distancia de exploración, la pupila de entrada y las especificaciones de ángulo de exploración para maximizar la calidad de imagen. En general, cuanto mayor sea el diámetro del haz de entrada, menor será el tamaño del

punto enfocado. Sin embargo, debido a los efectos de las aberraciones incrementadas, el intervalo de ángulos de exploración disminuye a medida que aumenta el diámetro del haz.

Para los sistemas de formación de imágenes con un solo espejo galvo, el centro de la pupila de entrada de la lente de exploración coincide con el punto de giro del espejo galvo. Cuando se utiliza un único espejo de galvo, la distancia de exploración se mide desde la superficie de montaje de la lente hasta el punto de giro del espejo. Esto se muestra en la imagen de abajo a la izquierda.

Si el sistema de imagen utiliza dos espejos galvo (uno para escanear en la dirección X y uno para escanear en la dirección Y), la pupila de entrada se encuentra entre los dos espejos galvo, como se muestra en la imagen de abajo a la derecha. La distancia de exploración es entonces la distancia desde la superficie de montaje de la lente hasta el punto de giro del espejo más cercano a la lente (1D) más la distancia desde el punto de giro de dicho espejo a la pupila de entrada (2D). Es importante minimizar la distancia entre los dos espejos galvo, porque cuando la pupila de entrada y el punto de pivote de la dirección del haz no son coincidentes, la calidad de la imagen se degrada. Esto se debe principalmente a la variación en la longitud de la trayectoria óptica cuando el haz es explorado sobre la muestra. A continuación se presentan esquemas para un sistema de imágenes que contiene uno y dos espejos galvo.

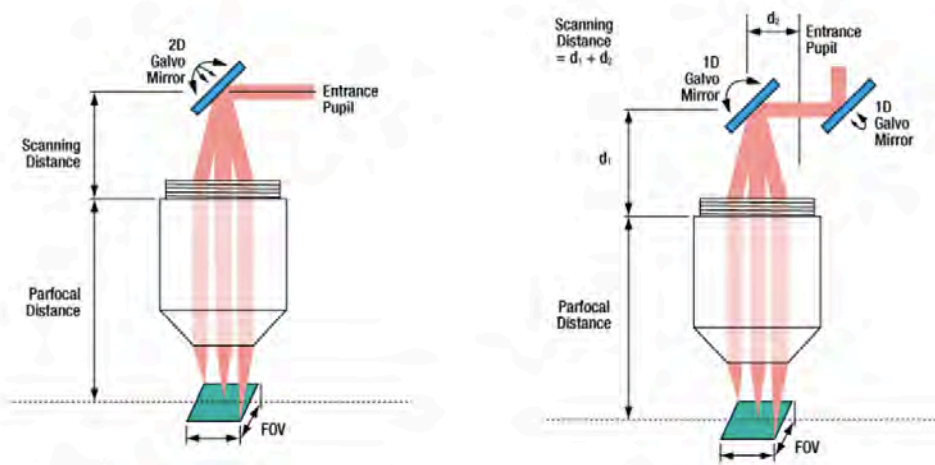


Figura 7. Esquema de alineamiento del lente de escaneo.

Con base en el esquema propuesto por el fabricante de Michelson INTS-MSI-1300 B y el intervalo de trabajo de la fuente SDL (1322.4 nm), se selecciona el lente LSM03, debido a que el tamaño de pupila de entrada empata con diámetro del haz de salida del paquete de colimación seleccionado anteriormente y tiene un revestimiento AR para imágenes centrado alrededor de 1315 nm en el infrarrojo cercano.

**Tabla 7. Propiedades ópticas del lente de escaneo.**

<b>Lente de escaneo LSM03</b>	Intervalo de longitud de onda: 1250 a 1380 nm
	Distancia de escaneo: 18.9 mm
	Longitud focal efectiva: 54 mm
	Distancia de trabajo del lente : 42.3 mm
	Campo de visión: 14.1 x 14.2 mm
	Tamaño de pupila: 4 mm

El tamaño de punto y la posición de exploración ( $\pm 4,7$  mm) se calculan como funciones del ángulo

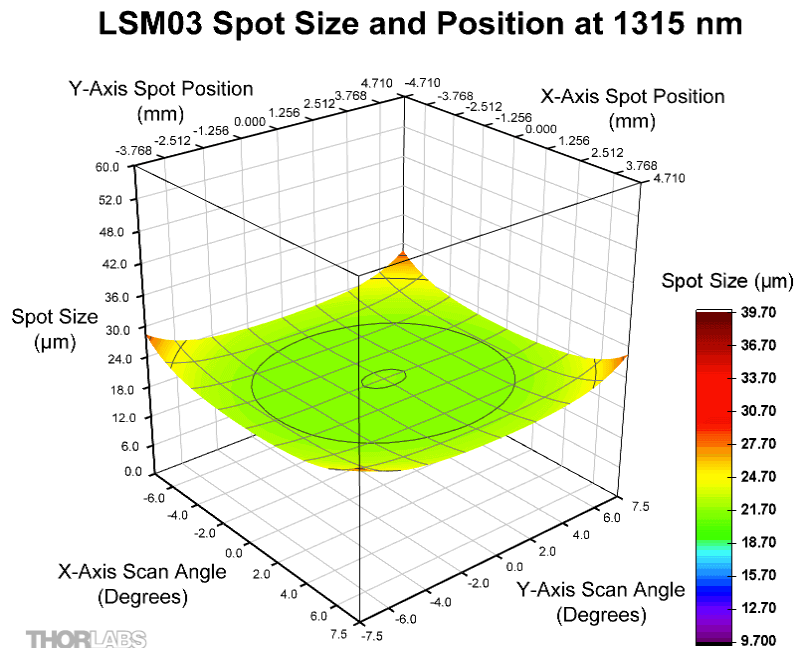


Figura 8. Distribución espacial del haz con el lente LSM03.

de exploración ( $\pm 7,5^\circ$ ) para una longitud de onda de 1315 nm. Las curvas de contorno dibujadas en la malla corresponden a las líneas de nivel marcadas en la escala de color a la derecha. Los ángulos de exploración se definen con respecto al eje óptico de la lente y los datos se calculan asumiendo un diámetro de haz gaussiano  $1/e^2$  de 4 mm.

Para direccionar el haz de medición se emplea un sistema de espejos galvanómetros de alta velocidad, el cual está diseñado para su interacción en aplicaciones OCT con un diámetro de haz  $< 10$  mm. El criterio para la selección del dispositivo, aquel que tenga un recubrimiento que tenga una

alta reflexión alrededor de 1322.4 nm, el cual es GVS012(/M). Cuyas características están en la tabla 8.

**Tabla 8. Propiedades eléctricas del sistema de espejos galvanométricos.**

<b>Sistema de espejos galvos GVS012(/M)</b>	Diámetro máximo del haz: 10 mm
	Intervalo de longitud de onda: 500 nm – 2.0 $\mu\text{m}$
	Umbral de daño 3 $\text{J}/\text{cm}^2$ en 1064 nm
	Corriente promedio: 1A
	Corriente pico: 10 A
	Escala de ancho de banda: 100 Hz onda cuadrada, 250 Hz onda sinodal

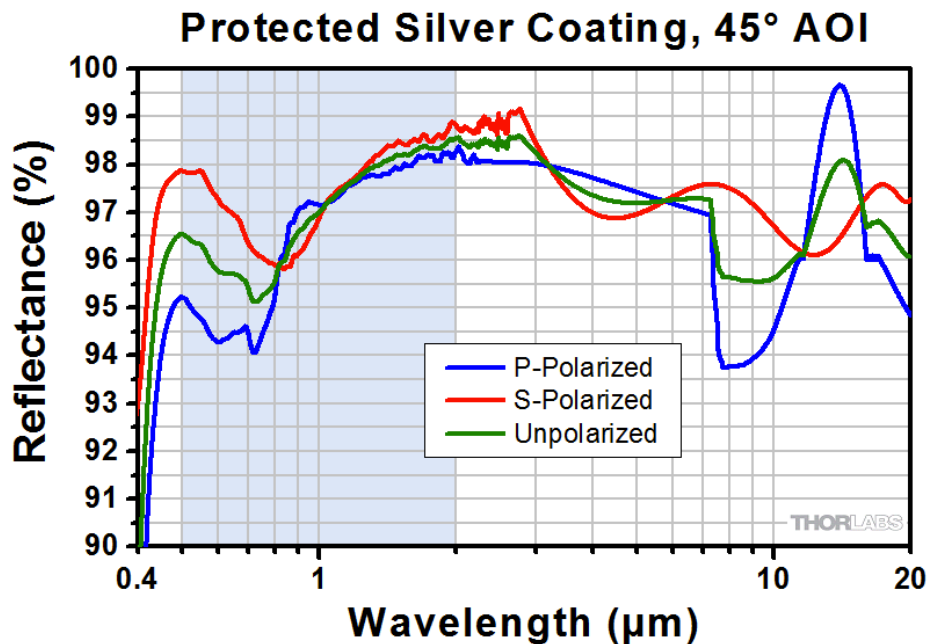


Figura 9. Comportamiento espectral de los espejos galvos.

## Teoría de la elasticidad

Para iniciar con la teoría de la elasticidad primero se define al esfuerzo como una la fuerza aplicada que causa una deformación en un área. Los esfuerzo aplicados en dirección norma a la sección de denotan normalmente con sigma  $\sigma$  y el esfuerzo con dirección paralela a área con  $\tau$ . Sus unidades son la fuerza dividida entre el área (las mismas que para la presión), pero la diferencia es que el esfuerzo no es un vector sino un tensor.

### Ley de Hooke

Cuando estiramos (o comprimimos) un resorte, la fuerza recuperadora es directamente proporcional a la deformación  $x$  (al cambio de longitud respecto a la posición de equilibrio) y de signo contrario a esta  $F = -kx$  siendo  $k$  una constante de proporcionalidad, denominada constante elástica del resorte.

La ley de Hooke relaciona la deformación  $\varepsilon_x$  de un material sometido a un esfuerzo axial, con la tensión normal generada por el esfuerzo  $\sigma_x$ , mediante la constante  $E$ , la cual se denomina módulo de Young. Por lo que la rigidez es proporcional a la fuerza recuperadora. Así que la relación entre el esfuerzo  $\sigma_x/\varepsilon_x$ , esta determinada por el módulo de Young.

Todo elemento sometido a carga axial experimenta una deformación no solo en el sentido perpendicular (deformación primaria  $\varepsilon_x$ ), sino también sobre el eje perpendicular (deformación secundaria o inducida  $\varepsilon_y, \varepsilon_z$ ) o sea, toda tracción longitudinal con alargamiento implica una contracción transversal (disminución de la sección del elemento estirado), por lo que existe un coeficiente denominado Poisson el cual relaciona la deformación perpendicular a la axial;

$$\nu = -\frac{\varepsilon_p}{\varepsilon_a}$$

Y para un cuerpo isótropo:

$$\nu = -\frac{\varepsilon_y}{\varepsilon_x} = \frac{\varepsilon_z}{\varepsilon_x}$$

### Ley de Hooke generalizada

El estado de tensión axial es prácticamente una excepción, ya que en la realidad lo más común es encontrar estados de tensión biaxiales y triaxiales.

Considerando un elemento (pequeño trozo de material ubicado dentro del cuerpo con forma de cubo con aristas de valor:  $dx, dy, dz$ ) sometido a un estado de tensión triaxial.

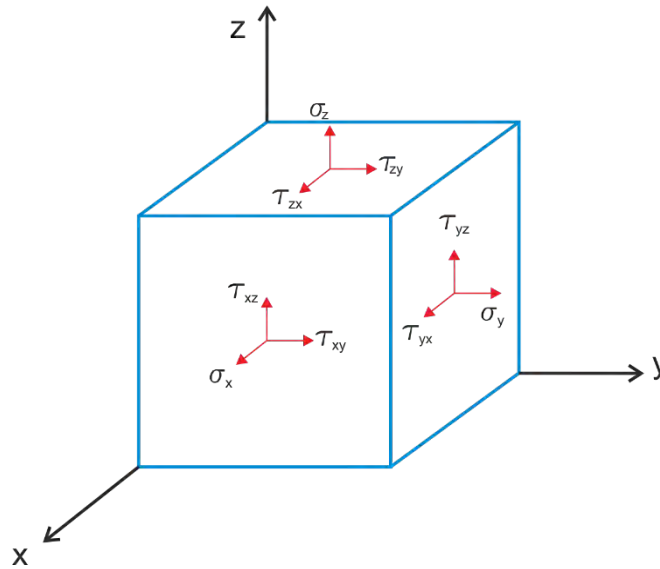


Figura 10. Diagrama de un sólido en el que se muestran los esfuerzos principales.

Las componentes normales y tangenciales de los esfuerzos se utilizan con frecuencia y resultan más significativos.

Si consideramos un comportamiento lineal elástico para un material anisótropo según la ley de Hooke las deformaciones son proporcionales al valor de la carga aplicada.

Esto matemáticamente se expresa como; cada una de las seis componentes de esfuerzo en cualquier punto es función lineal de sus seis componentes de deformación.

$$\sigma_i = C_{ij}\varepsilon_j, \quad \dots(2.1)$$

Donde  $C_{ij}$  es el tensor de constantes elásticas del material.

En forma matricial

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \tau_{yz} \\ \tau_{zx} \\ \tau_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ C_{21} & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26} \\ C_{12} & C_{12} & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{55} & C_{56} \\ C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{12} & C_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \\ \gamma_{yz} \\ \gamma_{zx} \\ \gamma_{xy} \end{bmatrix}$$

Siendo  $\gamma_{ij}$ , la deformación angular

En un material anisótropo donde no existe simetría espacial particular (un cristal triclinico) es necesario conocer los valores de 21 de sus constantes elásticas para definir por completo el comportamiento elástico del medio.

Cuando un material presenta ejes o planos de simetría, es posible establecerse relaciones entre sus coeficientes por lo que el número de constantes elásticas independiente se reduce.

- a) Sólido elástico, homogéneo , lineal y totalmente anisótropo 21 constantes elásticas
- b) Sólido elástico, homogéneo , lineal y mono-trópico (solo con un plano de reflexión y un eje de simetría) 13 constantes elásticas
- c) Sólido elástico, homogéneo , lineal y ortotrópico (dos ejes de simetría y dos planos de reflexión) 9 constantes elásticas
- d) Sólido elástico, homogéneo , lineal y transversalmente isótropo (un infinito número de planos de reflexión que se forman al rotar sobre el eje de simetría ) 6 constantes elásticas
- e) Sólido elástico, homogéneo , lineal e isótropo (sus propiedades no están referenciadas a la dirección) 2 constantes elásticas

Cuando el material posee dos planos de simetría mutuamente perpendiculares el material es llamado ortótropo, en cuyo caso los planos de simetría coinciden con los ejes coordenados de referencia y su número de constantes elásticas se reduce a 9.

$$\begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ & C_{22} & C_{23} & 0 & 0 & 0 \\ & & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ & & & C_{44} & 0 & 0 \\ & & & & C_{55} & 0 \\ & & & & & C_{66} \end{bmatrix} \dots (2.2)$$

Las expresiones de  $C_{ij}$  en función de las constantes ingenieriles para un material ortótropo toma la siguiente forma:

$$\begin{aligned} C_{11} &= (1 - \nu_{23}\nu_{32})VE_1 \\ C_{22} &= (1 - \nu_{31}\nu_{13})VE_2 \\ C_{33} &= (1 - \nu_{21}\nu_{12})VE_3 \\ C_{12} &= (\nu_{12} + \nu_{13}\nu_{32})VE_1 = (\nu_{21} + \nu_{23}\nu_{31})VE_2 \\ C_{13} &= (\nu_{13} + \nu_{12}\nu_{23})VE_1 = (\nu_{31} + \nu_{23}\nu_{21})VE_3 \\ C_{23} &= (\nu_{23} + \nu_{21}\nu_{13})VE_2 = (\nu_{31} + \nu_{31}\nu_{12})VE_3 \\ C_{44} &= G_{23}, \\ C_{55} &= G_{31}, \\ C_{66} &= G_{12} = E_6 \\ V &= 1/(1 - \nu_{12}\nu_{21} - \nu_{32}\nu_{23} - \nu_{13}\nu_{31} - 2\nu_{21}\nu_{13}\nu_{32}) \end{aligned}$$



## Estado de esfuerzo plano

El estado plano de tensiones, EPT, se define como aquel en el que cada punto está sometido a tensión en solo plano. Esto ocurre en sólidos cuya dimensión en la dirección  $z$  es muy pequeña. El ejemplo más común es el de una chapa o lámina, donde no hay cargas actuando perpendicularmente en su plano medio, ver figura.

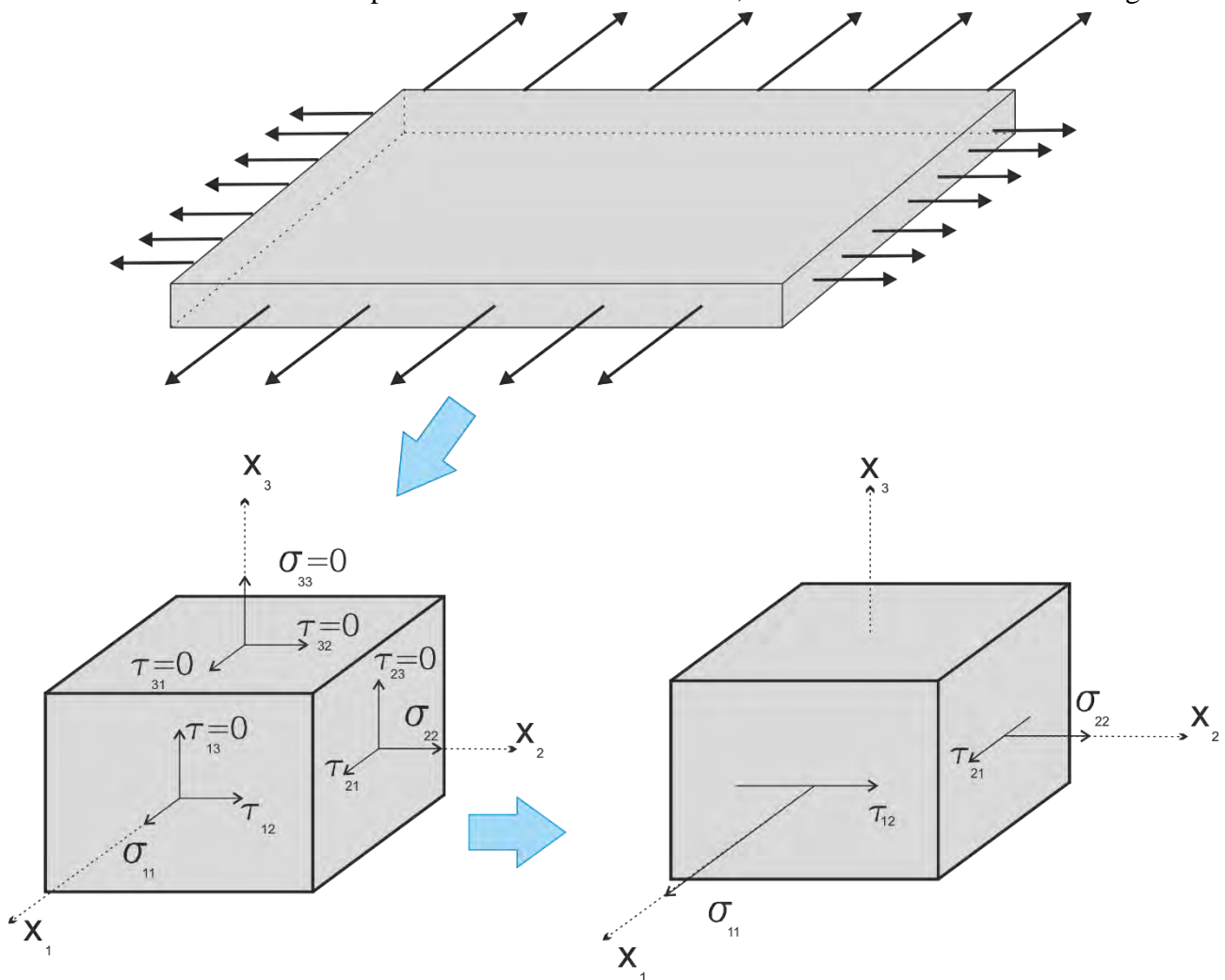


Figura 11. Esquema en el que se representan el esfuerzo plano.

Bajo este estado, las tensiones  $\sigma_{11}$ ,  $\sigma_{22}$  y  $\tau_{12}$  son distintos de cero. Mientras que las tensiones  $\tau_{23}$  y  $\tau_{13}$  son nulas en la superficie media, en tanto que el hecho de que  $\sigma_{33} = 0$ , no implica nulidad de  $\epsilon_{33}$ , ya que para una lámina ortótropa:

$$\epsilon_{33} = S_{13}\sigma_{11} + S_{23}\sigma_{22}, \quad \dots (2.3)$$

El hecho de que  $\tau_{23} = \tau_{13} = 0$ , implica que:

$$\begin{aligned}\gamma_{13} &= 0 \\ \gamma_{23} &= 0\end{aligned}$$

Con esto, la relación deformación-esfuerzo en este plano de tensiones se reduce a:

$$\begin{Bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \gamma_{12} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} & 0 \\ S_{12} & S_{22} & 0 \\ 0 & 0 & S_{66} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \tau_{12} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_1} & -\frac{\nu_{12}}{E_1} & 0 \\ -\frac{\nu_{12}}{E_1} & \frac{1}{E_2} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \tau_{12} \end{Bmatrix}, \quad \dots(2.4)$$

La ecuación (2.4) al ser invertida para obtener la relación esfuerzo-deformación

$$\begin{Bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \tau_{12} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} Q_{11} & Q_{12} & 0 \\ Q_{12} & Q_{22} & 0 \\ 0 & 0 & Q_{66} \end{bmatrix}, \quad \dots(2.5)$$

Donde  $Q_{ij}$  son los términos de la matriz de rigidez reducida, cuyos elementos en función de las constantes ingenieriles están dados por:

$$\begin{aligned}Q_{11} &= \frac{S_{22}}{S_{11}S_{22} - S_{12}^2} = \frac{E_1}{1 - \nu_{12}\nu_{21}} \\ Q_{12} &= \frac{S_{12}}{S_{11}S_{22} - S_{12}^2} = \frac{\nu_{12}E_2}{1 - \nu_{12}\nu_{21}} \\ Q_{22} &= \frac{S_{11}}{S_{11}S_{22} - S_{12}^2} = \frac{E_2}{1 - \nu_{12}\nu_{21}} \\ Q_{66} &= \frac{1}{S_{66}} = G_{12}\end{aligned}$$

Es importante observar que la matriz reducida  $[Q]$ , tiene sólo cuatro constantes independientes del material:  $E_1, E_2, \nu_{12}$  y  $G_{12}$

Cuando el esfuerzo normal ( $\sigma_3 = 0$ ), y los esfuerzos cortantes transversales son consideradas ( $\gamma_{13} \neq \gamma_{23} \neq 0$ ), la ecuación 2.5, puede ser escrita mediante la siguiente relación constitutiva:

$$\begin{Bmatrix} \tau_{23} \\ \tau_{13} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} Q_{44} & 0 \\ 0 & Q_{55} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \gamma_{23} \\ \gamma_{13} \end{Bmatrix}, \quad \dots(2.6)$$

$$Q_{44} = C_{44} = G_{23} \text{ y } Q_{55} = C_{55} = G_{13}$$

Por lo tanto:

$$\begin{Bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \tau_{23} \\ \tau_{13} \\ \tau_{12} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} Q_{11} & Q_{12} & 0 & 0 & 0 \\ Q_{12} & Q_{22} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & Q_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & Q_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & Q_{66} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \gamma_{23} \\ \gamma_{13} \\ \gamma_{12} \end{Bmatrix}, \quad \dots(2.7)$$

De esta manera, la relación esfuerzo-deformación de una lámina ortótropa bajo EPT en coordenadas globales está dada por las deformaciones normales y transversales en el plano.

$$\begin{Bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \tau_{xy} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} Q_{11} & Q_{12} & 0 \\ Q_{12} & Q_{22} & 0 \\ 0 & 0 & Q_{66} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \gamma_{xy} \end{Bmatrix}, \quad \dots(2.8)$$

y los esfuerzos transversales fuera del plano

$$\begin{Bmatrix} \tau_{yz} \\ \tau_{xz} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \bar{Q}_{44} & \bar{Q}_{45} \\ \bar{Q}_{45} & \bar{Q}_{44} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \gamma_{yz} \\ \gamma_{xz} \end{Bmatrix}, \quad \dots(2.9)$$

## Ecuación matemática de ondas elásticas

Un material elástico ideal es aquel en el cual la relación entre el esfuerzo y la deformación es lineal, isotrópica y el movimiento de una onda no causa algún cambio en la temperatura o flujo de calor dentro del material. Se dice que un material sufre una deformación cuando el vector de posición  $x = (x_1, x_2, x_3)$  de cualquier punto del material después de una deformación elástica está relacionado con su posición original  $X = (X_1, X_2, X_3)$  y el vector de desplazamiento,  $U$ , por medio de la relación  $x = X + U$ . El vector de desplazamiento está conformado por  $U = (u_1, u_2, u_3)$ , donde cada componente es función de la posición y del tiempo  $U_i = u_i(x_1, x_2, x_3, t)$ .

Las ecuaciones que gobiernan los problemas de los medios elásticos son; la de movimiento, deformación y las constitutivas de la elasticidad lineal.

La ecuación de movimiento está basada en la segunda ley de Newton donde se relaciona el tensor de esfuerzos de Cauchy  $\sigma_{ij}$ , el tensor de fuerza  $F_i$ , el tensor de desplazamiento  $u_i$  en la siguiente ecuación

$$\frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j} + F_i = \rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2}, \quad \dots(2.10)$$

Empleando la ecuación 2.11, de que relaciona deformación desplazamiento

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_j}{\partial x_i} + \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \right), \quad \dots (2.11)$$

La ecuación 2.1, la ley de Hooke para materiales elásticos que es la relación de esfuerzo deformación.

$$\sigma_i = C_{ij} \varepsilon_j, \quad \dots (2.12)$$

Para medios isótropos el tensor de elasticidad no tiene una dirección predilecta por lo tanto la fuerza provocará los mismos desplazamientos, con relación a si misma, sin importar la dirección en la que se aplique, para este caso el tensor  $C_{ij}$  queda expresado a partir del tensor de Kronecker:

$$\sigma_{ij} = \lambda \delta_{ij} \delta_{kl} + \mu (\delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk}), \quad \dots 2.13)$$

Donde  $\lambda$  y  $\mu$  son el primer y segundo parámetro de Láme, respectivamente.

Sustituyendo (2.4) en (2.3) se obtiene la ley de Hooke para un medio isótropo:

$$\sigma_{ij} = \lambda \varepsilon_{kk} \delta_{ij} + 2\mu \varepsilon_{ij}, \quad \dots (2.14)$$

Sustituyendo (2.12) en (2.14)

$$\sigma_{ij} = \lambda \frac{\partial u_k}{\partial x_k} \delta_{ij} + \mu \left( \frac{\partial u_j}{\partial x_i} + \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \right), \quad \dots (2.15)$$

Derivándola con respecto a  $x_j$  se obtiene:

$$\frac{\sigma_{ij}}{\partial x_j} = \lambda \frac{\partial u_k}{\partial x_k \partial x_j} + \mu \left( \frac{\partial u_j}{\partial x_i \partial x_j} + \frac{\partial u_i}{\partial x_j^2} \right), \quad \dots (2.16)$$

Sustituyendo (2.16) en (2.10) y reagrupando términos se llega a la ecuación de onda elástica:

$$(\lambda + \mu) \frac{\partial^2 u_j}{\partial x_i \partial x_j} + \mu \frac{\partial^2 u_i}{\partial x_j^2} + F_i = \rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2}, \quad \dots(2.17)$$

Expresada en forma vectorial

$$(\lambda + \mu) \nabla \nabla \cdot \mathbf{u} + \mu \nabla^2 \mathbf{u} + \mathbf{F} = \rho \frac{\partial^2 \mathbf{u}}{\partial t^2} \quad \dots(2.18)$$

## Ecuación de movimiento de un medio elástico.

Empleando la ecuación de movimiento de un medio elástico para un medio isótropo donde se iguala el producto de la aceleración ( $\ddot{u}$ ) y la densidad del cuerpo ( $\rho$ ) con el esfuerzo interno  $\left( \frac{\delta \sigma_{ik}}{\delta x_k} \right)$

obteniendo como resultando la ecuación de Navier:

$$(\ddot{u})(\rho) = (\lambda + G) \nabla \text{div}(u) + G \nabla^2 u + \rho \beta_i, \quad \dots(2.19)$$

Donde  $\lambda$  es una de las constantes de la Láme,  $G$  el modulo cortante y  $\beta_i$  las fuerzas de cuerpo.

Cuando se produce una perturbación en un medio elástico, se generan ondas que se propagan en todas direcciones, estas ondas se dividen en dos tipos principales; si se consideran que las partículas se mueven paralelamente a la dirección de propagación son llamadas ondas longitudinales y si se mueven perpendicularmente a la dirección de propagación son llamadas ondas transversales.

Cuando se trata de ondas transversales y se considera que no existen fuerzas de cuerpo ( $\beta_i = 0$ ), se desarrolla la ecuación de Navier quedando la siguiente expresión:

$$\rho \left( \frac{\delta^2 u}{\delta t^2} \right) = G \nabla^2 u, \quad \dots(2.20)$$

Para la onda longitudinal se asume que las deformaciones producidas por las ondas no están acompañadas por rotación lo que lleva a que  $\nabla \text{div}(u) = \nabla^2 u$  por lo tanto:

$$\rho \left( \frac{\delta^2 u}{\delta t^2} \right) = (\lambda + 2G) \nabla^2 u, \quad \dots(2.21)$$

De las ecuaciones anteriores se deriva que la velocidad de propagación de la onda longitudinal  $c_l$  y transversal  $c_t$  está dada por:

$$c_l^2 = \frac{\lambda + 2G}{\rho} \quad \text{y} \quad c_t^2 = \frac{G}{\rho}, \quad \dots(2.22)$$

Al sustituir el valor de las constantes de Láme por sus valores del módulo elástico ( $E$ ) y el de Poisson ( $\nu$ ).

$$c_l^2 = \frac{E(1-\nu)}{\rho(1+\nu)(1-2\nu)} \quad \text{y} \quad c_t^2 = \frac{G}{2\rho(1+\nu)}, \quad \dots (2.23)$$

Utilizando esta dos ecuaciones se llegan al módulo de Poisson en términos de la onda longitudinal y transversal:

$$\nu = \frac{\left[\frac{c_l}{c_t}\right]^2 - 2}{2\left(\left[\frac{c_l}{c_t}\right]^2 - 1\right)}, \quad \dots(2.24)$$

Si  $\frac{c_l}{c_t}$  se sustituye por  $k$ , se obtiene el módulo elástico:

$$E = \frac{\rho(3k^2 - 4)c_t^2}{(k^2 - 1)}, \quad \dots (2.25)$$

En el caso de que el medio presente fronteras hay un tipo de onda que se propaga por la superficie, las ondas acústicas superficiales, SAW, en las cuales su velocidad de fase a diferentes frecuencias depende de las propiedades elásticas y geométricas del material. Por lo que para explicar la dispersión, se considera el caso más simple de un material homogéneo isótropo. La velocidad  $c$ , de la onda superficial está directamente relacionada al módulo de Young  $E$ , la relación de Poisson  $\nu$ , y la densidad por medio de la siguiente relación:

$$C_R = \frac{0.87 + 1.12 \nu}{1 + \nu} \sqrt{\frac{E}{2\rho(1 + \nu)}} \quad \dots(2.26)$$