

CARACTERIZACIÓN DE PROPIEDADES INTRÍNSECAS ACÚSTICAS DE MATERIALES POROSOS MEDIANTE MIP. APLICACIÓN AL MODELO HAC-W

Rubén Maderuelo¹, J. Miguel Barrigón², Manuel Martín¹, Valentín Gómez², J. Miguel Meneses¹

1. INTROMAC; 2. Dpto. Física Aplicada, UNEX
rmaderuelo@intromac.com, barrigon@unex.es

Resumen

La mayoría de los materiales porosos están compuestos por poros de forma variable y cuyo tamaño obedece a una distribución estadística diferente. La distribución de tamaño de poro puede tener un efecto considerable en las propiedades acústicas de los medios porosos. En este trabajo se han determinado, de forma experimental, mediante el método de la porosimetría de intrusión de mercurio (MIP), los parámetros necesarios para la obtención del coeficiente de absorción acústica. Estos han sido la distribución de tamaño de poro del material, porosidad y tortuosidad. Una vez obtenidos, se han empleado para obtener el valor teórico del coeficiente de absorción, mediante la aplicación del modelo HAC-W. Posteriormente, se ha procedido a la medida, mediante la norma UNE EN ISO 10534-2:2002, del coeficiente de absorción a incidencia normal y se han comparado los resultados teóricos obtenidos mediante el modelo HAC-W con los resultados experimentales.

Palabras-clave: porosidad, tortuosidad, coeficiente de absorción, material poroso, modelo acústico.

Abstract

The majority of realistic porous materials are composed of pores of which the shape is variable and the size of the pores normally obeys a distinctive statistical distribution. Statistical parameters of pore size distribution can have a considerable effect on the acoustic properties of porous media. In this work, the following properties of porous samples have been determined experimentally using Mercury Intrusion Porosimetry: standard deviation of the pore size, porosity, and tortuosity. With these parameters and HAC-W Model, sound absorption coefficient has been determinate. At last, using standard UNE EN ISO 10534-2:2002, sound absorption coefficient at normal incidence have been measured and compared with predicted results.

Keywords: porosity, tortuosity, sound absorption coefficient, porous material, acoustic model.

1 Introducción

El comportamiento acústico de los materiales porosos absorbentes puede caracterizarse por determinados parámetros intrínsecos, como son: resistencia al flujo, porosidad, tortuosidad, longitud característica, tamaño y forma de poro, etc. Estos parámetros no dependen del espesor del material ni

de la frecuencia [1]. Dichos parámetros se relacionan con las propiedades acústicas extrínsecas del material, como por ejemplo, el coeficiente de absorción acústica, aislamiento acústico, etc., por medio de modelos matemáticos que predicen el comportamiento acústico del material.

La resistencia al flujo σ , es una de las características acústicas más importantes para averiguar la capacidad o idoneidad acústica de un material, ya que se halla relacionada con la impedancia acústica de material y, por tanto, con su capacidad de absorción. Puede definirse como la relación entre la caída de presión y la velocidad del flujo a través de una muestra de material.

La Porosidad ε , de un material determina la relación entre el volumen total de poros y el volumen total del material absorbente. Así pues nos va a dar la fracción de volumen de aire dentro del material absorbente.

Cuando la onda acústica incide sobre el material poroso, el aire existente dentro de los poros se ve obligado a moverse, produciéndose unas pérdidas de energía por el rozamiento de las partículas de aire con el esqueleto del material, con lo que se produce una transformación de parte de la energía acústica incidente, en energía calórica [2]. Estos poros deben estar comunicados entre sí, ya que es este el camino por donde se propaga el sonido en el material. A la hora de determinar la porosidad, se debe excluir el volumen de aire que encierran los poros cerrados, ya que, para estos no son accesibles las ondas acústicas.

Si V_{fluido} es el volumen de aire dentro del material (una vez excluidos los poros cerrados) y $V_{material}$ es el volumen total del material poroso, se define la porosidad mediante la expresión $\varepsilon = V_{fluido}/V_{material}$.

La orientación relativa de los poros a la onda acústica incidente tiene gran efecto sobre la propagación del sonido dentro del material. Este efecto está representado por el parámetro Tortuosidad, q^2 . Algunos autores utilizan el término factor de forma estructural para denominar a esta propiedad. Es una magnitud que mide las irregularidades en la forma de los poros y su distribución direccional a lo largo del material. Básicamente, nos va a dar la facilidad que presenta el material a la hora de la penetración del sonido dentro de él. Está directamente relacionado con la forma de los poros y la variación de su sección recta a lo largo de su longitud, así como con la existencia de ramificaciones colaterales. Para el caso de materiales absorbentes acústicos, rígidos porosos, la teorías clásicas parten de asumir microestructuras uniformes de poros de forma cilíndrica alineados según la dirección de propagación de la onda sonora, estando relacionada la tortuosidad con el coseno al cuadrado del ángulo formado por la dirección de los ejes de los cilindros y la onda incidente normal a la superficie de la muestra [2].

Mientras que la porosidad y la resistencia al flujo son dos de los parámetros más importantes en la determinación del comportamiento acústico de los materiales porosos, otros parámetros secundarios, como las longitudes características térmica y viscosa, pueden tener efectos importantes. Diferentes factores de forma o tortuosidad, presentan diferentes áreas superficiales de poro y, por tanto, presentan efectos térmicos y viscosos distintos. Con la Longitud Característica Viscosa, Λ , se obtiene la relación entre el área superficial de los poros y volumen de los mismos [3], mientras que la Longitud Característica Térmica, Λ' , considera los efectos térmicos y depende únicamente de la geometría del poro [4].

La Distribución de tamaño de poro se introduce para hallar el factor de corrección de viscosidad introducido por Biot [5-7] y poder explicar variaciones mayores en tamaños de poro, ya que en la realidad existe una gran variabilidad en el tamaño de los mismos.

Son muchas y diversas las técnicas experimentales utilizadas en la medida de la resistencia al flujo [20], porosidad [2, 8, 9, 10, 11], tortuosidad [12,13], desviación estándar del tamaño de poro [14] y las longitudes características térmica [4] y viscosa [3].

En este trabajo se propone la utilización de la técnica intrusión de mercurio para la obtención de la porosidad, tortuosidad y distribución del tamaño del poro y su posterior aplicación al modelo HAC-W.

2 Porosimetría de intrusión de mercurio

La técnica utilizada en este trabajo para determinar la porosidad, ϵ y la tortuosidad, q^2 en los materiales estudiados, fue la porosimetría de intrusión de mercurio (MIP). Esta técnica, ampliamente utilizada para el análisis de la estructura porosa, esta basada en la escasa capacidad que tiene el mercurio para mojar los sólidos, por lo que se necesita que este sea sometido a una determinada presión para que este penetre dentro del sistema poroso del material a estudiar.

La técnica determina el volumen de mercurio que ha sido forzado a entrar en los poros como una función de la presión, la cual puede relacionarse con el tamaño de poro mediante el uso de un sencillo modelo teórico, la ecuación de Washburn [15]:

$$P = \frac{2\gamma \cos \theta}{r} \quad (1)$$

En esta ecuación P es la presión aplicada en cada momento γ es la tensión superficial del mercurio medida a la temperatura de realización del ensayo, θ el ángulo de contacto entre el mercurio y las paredes del capilar o poro, y r el radio equivalente del poro que se llena con mercurio, suponiendo que su sección transversal es circular (poros esféricos o cilíndricos). A baja presión el mercurio sólo está forzado a penetrar en canales porosos de gran tamaño de la muestra; en cambio, cuando se aumenta la presión, el mercurio penetra en los poros más pequeños y se produce una gran reducción del volumen de mercurio. Es por ello que la intrusión de mercurio es ampliamente empleada para determinar la distribución de tamaños de poro en el rango de 2 nm a 1 mm de materiales mediante el análisis de la curva de intrusión lo cual equivale a presiones de trabajo que oscilan desde presiones de 0,004 hasta 414 MPa (0.6 – 60000 psia).

La curva volumen-presión obtenida puede ser convertida en una curva volumen frente a radio de poro, en volumen o área de poro frente a radio de poro, mediante la aplicación del modelo de Washburn, en el que se considera que los poros de forma cilíndrica se vacían completamente cuando la presión es reducida a cero. Sin embargo, este modelo no guarda relación con la naturaleza real de la mayor parte de los medios porosos, cuya estructura interna consiste de una red de poros no cilíndricos interconectados.

3 Modelo de Horoshenkov, Attenborough and Chandler-Wilde (HAC-W)

El modelo de Horoshenkov, Attenborough y Chandler-Wilde, denominado comúnmente por las siglas HAC-W, es un modelo relativamente sencillo, utilizado en la predicción de las propiedades acústicas de materiales granulares porosos que presentan una forma de poro determinada y una distribución logarítmica de tamaño de poro [17].

El modelo está basado en las aproximaciones realizadas por Horoshenkov, Attenborough and Chandler-Wilde [18] desarrolladas para geometrías simples de poro. Presentan un modelo teórico que incluye una función determinada para describir la distribución del tamaño de poro y por la que se puede explicar la variación de la porosidad a través del material.

El modelo, por lo general, presenta buena correlación entre los valores experimentales y los valores teóricos en el rango de frecuencias estudiadas, aunque observan cierta variación en los valores del coeficiente de absorción, en las proximidades de las frecuencias de resonancia, que asocian a la suposición de poros con geometrías cilíndricas.

La mayoría de los materiales absorbentes porosos están compuestos por poros de diferentes formas y tamaños, que obedecen a una distribución estadística característica de cada uno de ellos. Algunos autores sugieren que, para este tipo de materiales, la forma de estos poros carece de importancia. Horoshenkov, Attenborough and Chandler-Wilde, muestran en su trabajo, la densidad dinámica y la compresibilidad compleja promediadas dentro del rango de tamaños reales de poros, identificados en el interior del material. Los parámetros que utiliza este modelo son, la desviación estándar del tamaño de poro, la resistencia al flujo de aire, la porosidad y la tortuosidad.

4 Metodología

Los materiales utilizados en la realización de este trabajo han sido Thermocal 500 (compuesto por cal, vermiculita y agentes espumantes), microesferas de cuarzo de 0,40 μm de diámetro unidas mediante polímeros reticulados y un material compuesto por granza de caucho de 4 mm y GTR (Ground Tyre Rubber) y Fluff (mezcla de fibra y GTR) procedentes del triturado de NFU's (Neumáticos fuera de uso).

La metodología utilizada para la obtención de los parámetros necesarios para su posterior introducción en el modelo HAC-W han sido, por un lado, la porosimetría de intrusión de mercurio y, por otro, el descrito por los autores Ingard y Dear [20] para la medida de la resistencia específica al flujo (basado en el tubo de impedancia acústica mediante dos micrófonos, a partir de la función de transferencia).

Las porosimetrías de intrusión de mercurio se llevaron a cabo con un AutoPore IV 9500 de micromeritics (figura 1), las muestras utilizadas fueron seleccionadas previamente para obtener trozos con un tamaño idóneo que permitiera introducirlas en la celda de un penetrómetro de 5 cm^3 de volumen. Las muestras fueron previamente secadas en estufa a 110°C durante 24 horas para después ser desgasificadas en vacío hasta una presión límite de 50 μm de Hg, el llenado del penetrómetro con mercurio se realizó a 0.5 psia, equivalente a 0,00034 MPa de presión. El ángulo de contacto entre el mercurio y material fue de 117°, tal y como se describe en la bibliografía para el tipo de muestra seleccionado [16]. Se utiliza mercurio tridestilado suministrado por Scharlab con una tensión superficial de 0,485 Nm^{-1} , el tiempo de equilibrio utilizado fue de 10 s y el rango máximo de intrusión se estableció hasta un valor de presión de 33000 psia (219 MPa). La temperatura de trabajo fue siempre de $25 \pm 1^\circ\text{C}$. Este parámetro se tuvo en cuenta en la corrección de la densidad de mercurio, que es un parámetro fundamental a la hora de determinar la densidad aparente de la muestra.

Para la determinación del Coeficiente de Absorción Acústica se emplea el método que establece la Norma UNE EN ISO 10534-2:2002 [19]. El coeficiente de absorción acústico a incidencia normal fue medido mediante tubo de impedancia modelo 4206 T de Brüel & Kjaer, en el rango de frecuencias de 100 a 5000 Hz; sistema multi-analizador PULSE de 4 canales de Brüel & Kjaer, modelo 3560 C;

amplificador de potencia de Brüel & Kjaer, modelo 2716 C; micrófonos ¼ de pulgada de Brüel & Kjaer, modelo 4187 y software Material Testing para Pulse de Brüel & Kjaer, modelo 7758 (figura 1).

La muestra de ensayo se monta en uno de los extremos de un tubo de impedancia recto, rígido, liso y estanco. Se generan ondas planas en el tubo mediante una fuente sonora y se miden las presiones acústicas en dos posiciones cercanas a la muestra. Se determina la función de transferencia acústica compleja de las señales en los dos micrófonos, que se usa para calcular el coeficiente de absorción para incidencia normal, y la impedancia normalizada del material en ensayo.



Figura 1 – Detalle del porosímetro de intrusión de mercurio (izqda.) y tubo de impedancia (dcha.) utilizados.

5 Resultados

Los resultados experimentales obtenidos mediante la aplicación de la técnica de porosimetría de intrusión de mercurio se pueden ver en la Tabla 1.

Tabla 1 – Valores de parámetros obtenidos mediante técnicas experimentales.

Muestra	Resistencia al flujo, σ	Porosidad, Ω	Tortuosidad, q	Desviación estándar del tamaño de poro, σ
Thermocal 500	34100	0,819	1,838	0,05
Microesferas	29200	0,675	1,604	0,24
GTR-FLUFF	129100	0,578	1,773	0,33

Una vez obtenidos estos parámetros, se han introducido en el modelo HAC-W obteniendo los resultados del coeficiente de absorción acústica a incidencia normal. En las siguientes figuras se

muestran también estos resultados junto con los obtenidos mediante la medida en tubo de impedancia de los diferentes materiales (figuras 2-6).

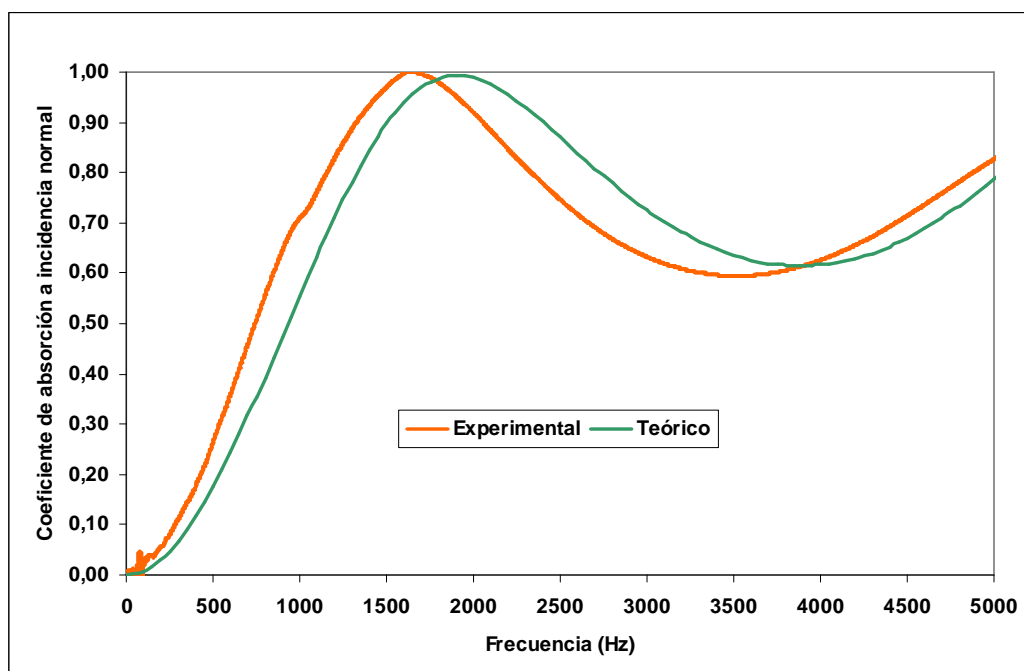


Figura 2 – Coeficiente de absorción a incidencia normal para una muestra de Thermocal 500 de 2,1cm de espesor.

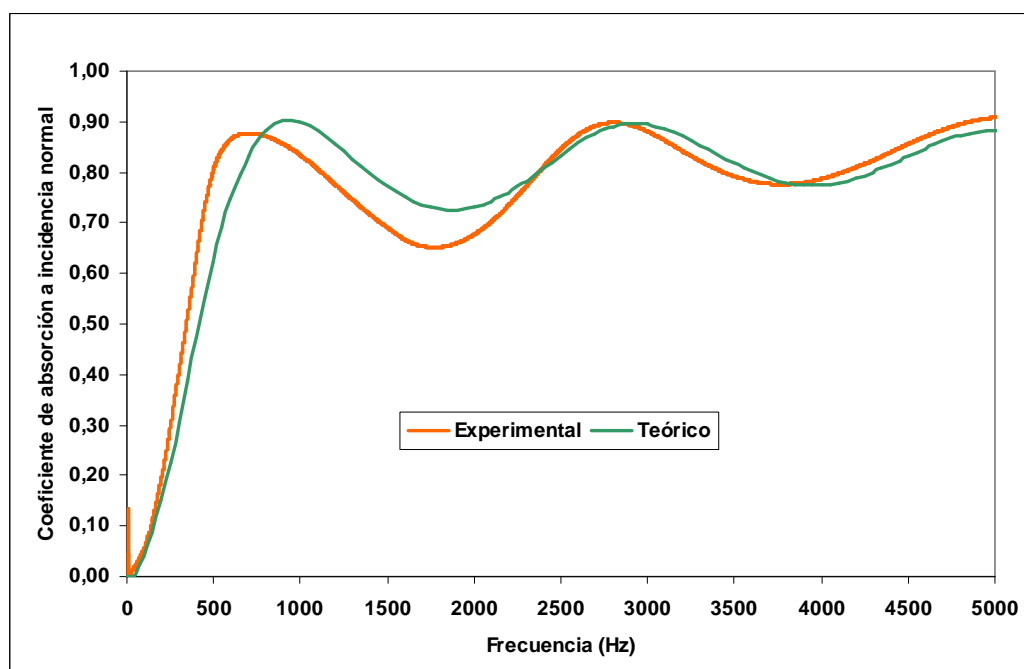


Figura 3 – Coeficiente de absorción a incidencia normal para una muestra de Thermocal 500 de 4,5cm de espesor.

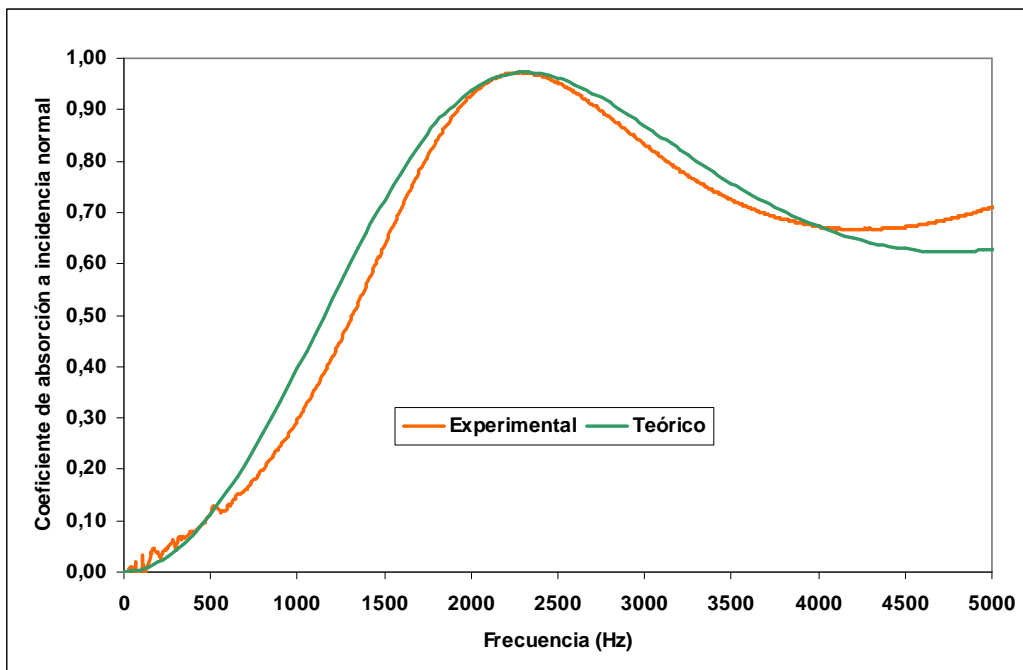


Figura 4 – Coeficiente de absorción a incidencia normal para una muestra de microesferas de 1,9cm de espesor.

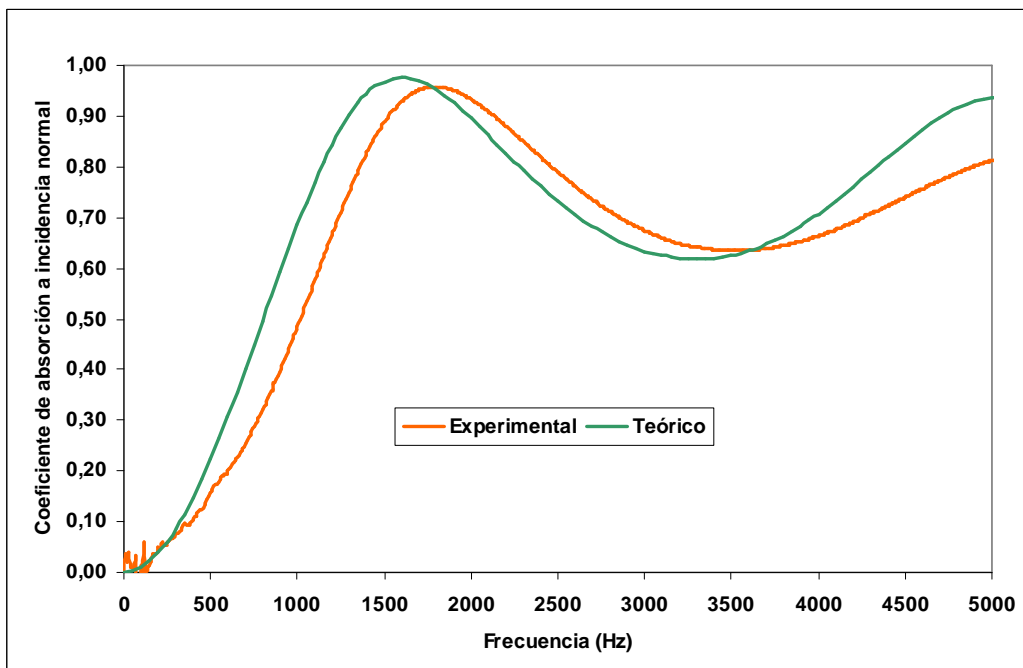


Figura 5 – Coeficiente de absorción a incidencia normal para una muestra de microesferas de 2,9 cm de espesor.

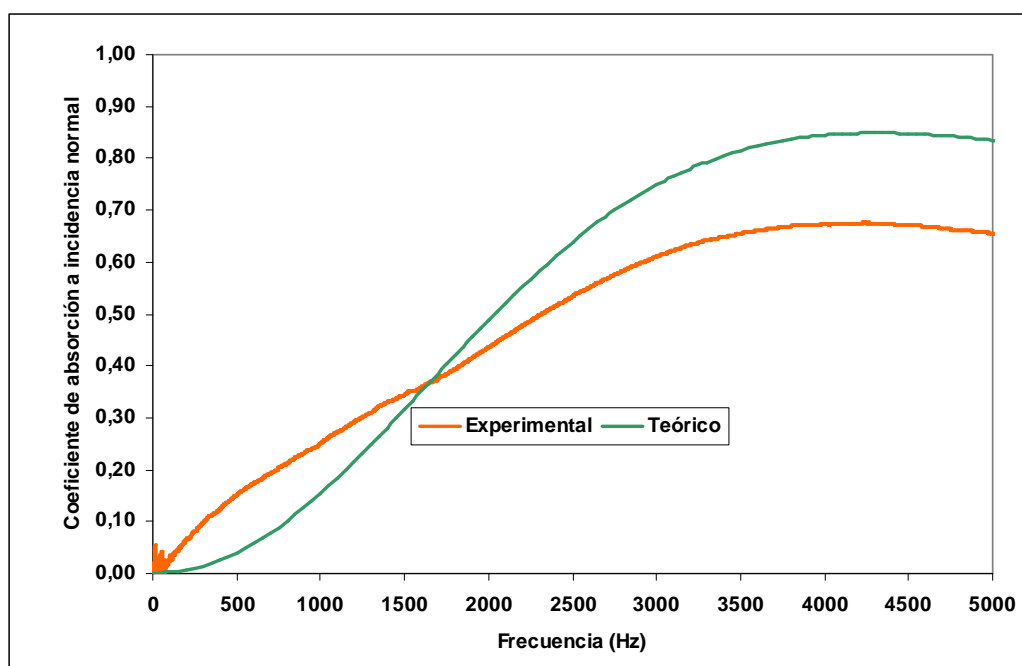


Figura 6 – Coeficiente de absorción a incidencia normal para una muestra de GTR-FLUFF de 1,3 cm de espesor.

6 Conclusiones

La utilización de la porosimetría de intrusión de mercurio para la obtención de determinadas propiedades acústicas (porosidad, tortuosidad, tamaño de poro) es un método relativamente sencillo. Como se puede apreciar en las figuras 2 a 5, los valores teóricos y experimentales presentan similitud. No obstante, se observa un desplazamiento de las frecuencias de resonancia teóricas, obtenidas mediante el modelo HAC-W, hacia frecuencias mayores, en el caso del Thermocal 500 y hacia frecuencias menores, en el caso de las microesferas. Esto se debe, principalmente, a la forma y tamaño de los poros de estos materiales, ya que, en el modelo, se presuponen geometrías cilíndricas y en la realidad no lo son.

En la figura 6, se aprecian diferencias considerables entre el valor teórico y experimental. Esto se debe a que el material empleado para la realización de estas medidas, GTR-FLUFF, presenta un módulo de elasticidad muy bajo, con lo que, a la hora de realizarse el desgasificado inicial en el porosímetro de mercurio, el material se comprime de forma que, cuando comienza la intrusión, a baja presión, el mercurio sólo penetra por los canales porosos de gran tamaño de la muestra, y a medida que se aumenta la presión, el material puede llegar a comprimirse, impidiendo al mercurio introducirse en los poros más pequeños, con lo que se obtendrían valores erróneos de la porosidad.

Podemos concluir entonces que, este método, porosimetría de intrusión de mercurio, es un método válido y rápido en la obtención de los parámetros intrínsecos porosidad, tortuosidad y tamaño de poro en materiales porosos rígidos, pero se deben tener en cuenta las propiedades elásticas del material a la hora de utilizarla en materiales porosos elásticos.

Referencias

- [1] González Ganso, J.A.; Cesteros Morante, B.; Cordero Izquierdo, R. Caracterización de Propiedades Intrínsecas Acústicas de Materiales Porosos mediante Métodos Indirectos. *Tecniacústica 2006*. Gandia, 2006.
- [2] Rodríguez, R.M.; Pfretzschner, J.; De la Colina, C.; Moreno, A.; Simón, F. Determinación experimental de los parámetros acústicos característicos de materiales porosos de diseño. *Tecniacústica 1997*. Oviedo, 1997.
- [3] Johnson, D. L.; Koplik, J.; Dashen, R. Theory of dynamic permeability and tortuosity in fluid-saturated porous media. *J. Fluid Mech* 176, 1987, pp. 379-402.
- [4] Champoux, Y.; Allard, J. F. Dynamic tortuosity and bulk modulus in air saturated porous media. *J. Appl. Phys.* Vol. 70, 1991, pp. 1975–1979.
- [5] Biot, M. A. Theory of propagation of elastic waves in a fluid saturated porous solid, I Low - frequency range. *J. Acoust. Soc. Am.* Vol. 28, 1956, pp. 168-178.
- [6] Biot, M. A. *Theory of elastic wave propagation in a fluid saturated porous soil.* *J. Acoust. Soc. Am.* Vol. 8, 1956, pp. 168-191.
- [7] Biot, M. A. Theory of propagation of elastic waves in a fluid saturated solid. II High frequency range. *J. Acoust. Soc. Am.* Vol. 28, 1956, pp. 179-191.
- [8] Beranek, L.L. Acoustic impedance of porous materials. *J. Acoust. Soc. Am.*, Vol. 13, 1942, pp. 248-260.
- [9] Leclaire, P.; Umnova, O. Porosity measurement by comparison of air volumes. *Review of Scientific Instruments.* Vol. 74, 2003, pp. 1366-1370.
- [10] Horoshenkov, K. V. Characterisation of acoustic porous materials. *Proceedings of the Institute of Acoustics.* Vol. 28, 2006.
- [11] Champoux, Y. ; Stinson, M.R. Air-based system for the measurement of porosity. *J. Acoust. Soc. Am.* Vol. 89(2), 1991, pp. 910-916.
- [12] Allard, J.F.; Castagnede, B.; Henry, M. Evaluation of tortuosity in acoustic porous materials saturated by air. *Review of Scientific Instruments.* 1994, pp. 754-755.
- [13] Brown, R.J.S., Connection between formation factor of electrical resistivity and fluid-solid coupling factor in Biot's equation for acoustic waves in fluid-filled porous media. *Geophysics*, Vol. 45, 1980, pp. 1269-75.
- [14] Leclaire, P.; Swift, M.J.; Horoshenkov, K.V. 'Determining the specific area of porous acoustic materials from water extraction data. *J. Appl. Phys.* Vol. 84, 1998, pp. 6886–6890.
- [15] Washburn, E.W. *Proc. Nat. Acad. Sci.*, Vol. 7, 1921, p. 115.
- [16] Webb, P.A. An Introduction to the Physical Characterization of Materials by Mercury Intrusion Porosimetry with Emphasis on Reduction and Presentation of Experimental Data. Micromeritics Instrument Corp. Norcross, Georgia. USA. 2001.
- [17] Horoshenkov, K. V.; Attenborough, K.; Chandler-Wilde, S. N. Pade approximants for the acoustical properties of rigid frame porous media with pore size distribution. *J. Acoust. Soc. Am.* Vol. 104, 1998, pp. 1198-1209.
- [18] Horoshenkov, K. V.; Swift, M. J. The acoustic properties of granular materials with pore size distribution close to log-normal. *J. Acoust. Soc. Am.* Vol. 110, 2001.

- [19] UNE-EN ISO 10534-2:2002, Determinación del coeficiente de absorción acústica y de la impedancia acústica en tubos de impedancia. Parte 2: Método de la función de transferencia.
- [20] Ingard K. U.; Dear T. A. Measurement of Acoustic Flow Resistance. *Journal of Sound and Vibration*. Vol. 103(4), 1985.