

# **Caracterização de adesivos de altas temperaturas para aplicações aeroespaciais**

*Filipa Salomé Marques de Sousa*

**Dissertação MIEM**

Orientador: Dr. Lucas F. M. da Silva

Co-Orientador: Eng. Mariana Banea



**Universidade do Porto**

---

**Faculdade de Engenharia**

**FEUP**

Julho 2010



## I. RESUMO

O projecto apresentado consiste na caracterização de um adesivo de alta temperatura (resina de epóxico) cuja aplicação pode ser direccionada para a indústria aeroespacial.

A caracterização do adesivo inclui um estudo da influência da temperatura e da velocidade de ensaio nas propriedades mecânicas do material. Neste trabalho foi estudada a influência desses dois factores com ensaios de tracção de provetes maciços de forma a desenvolver um modelo que caracterize o comportamento do adesivo nestas condições. Os ensaios de tracção de provetes maciços foram efectuados à temperatura ambiente, 100 °C, 125 °C, 150 °C e 200 °C para a velocidade de ensaio de 1 mm/min e para as restantes velocidades os ensaios foram efectuados à temperatura ambiente, 100 °C, 125 °C e 150 °C. O aumento da velocidade de ensaio conduz a um aumento da resistência à tracção e do módulo de Young do adesivo seguindo uma tendência logarítmica. O aumento da temperatura diminui a da resistência de tracção linearmente. Estes resultados estão de acordo com o modelo de *Airing*.

As propriedades de corte e de fractura também foram analisadas bem como o estudo da micrografia das superfícies de rotura nos ensaios de tracção.

Nos ensaios de fractura foi possível retirar a taxa crítica de libertação de energia em modo II (3,34 N/mm) sendo a relação entre a taxa crítica de libertação de energia em modo II e modo I de aproximadamente 7.

As juntas de sobreposição simples foram analisadas numericamente com o método dos elementos finitos de forma a compreender a distribuição de tensão.

## II. ABSTRACT

The project consists in the characterization of a high temperature adhesive (epoxy resin) which can be applied in aerospace industry.

The characterization of the adhesive includes the study of temperature and test speed influence on the mechanicals properties of the material. In this work the influence of these two factors (temperature and test speed) was studied with tensile tests to develop a model that can characterize the behavior of the adhesive in these conditions. The tensile tests were done at room temperature, 100 °C, 125 °C, 150 °C and 200 °C, for the test speed of 1 mm/min and the other tests speed were made at room temperature, 100 °C, 125 °C and 150 °C. The increase of the test speed leads to a increase of tensile strength and Young's modulus following a logarithmic trend. The increase of temperature decreases the tensile strength linearly. These results agree with the Airing's molecular activation model.

The shear and fracture properties were also analyzed as well as the surface of the tensile tests specimens by scanning electron microscopy.

In the fracture tests, the critical strain energy release rate measured in mode II was 3,34 N/mm the ratio of the strain energy release rate in mode II to the strain energy release rate in mode I is approximately 7.

The single lap joints were analyzed numerically with a finite element to understand the stress distribution and identify the failure mode.

### **III. AGRADECIMENTOS**

Agradeço em primeiro lugar ao Prof Lucas da Silva a disponibilidade, orientação e paciência prestada durante todo o processo de investigação.

Agradeço à Eng. Mariana Banea o apoio, orientação e compreensão que demonstrou em todos os passos da dissertação onde a sua ajuda foi muito útil.

Agradeço ao Eng. Eduardo Marques e o Eng. Filipe Chaves pela ajuda que forneceram em várias fases do projecto.

Agradeço ao Prof. José Chousal pelo auxílio na correlação de imagem para os ensaios TAST.

Agradeço ao Eng. Miguel Figueiredo e ao Eng. Rui Silva pela disponibilidade e flexibilidade prestada na realização dos ensaios experimentais.

Agradeço à minha amiga e Eng. Vera Trindade pelo acompanhamento e ajuda dispensada no decorrer do trabalho.

Agradeço à minha família todo o suporte emocional bem como a infinita paciência prestada durante o projecto efectuado em especial ao meu namorado Helder Pinto pelo apoio e compreensão incondicional.

Por fim, agradeço à Fundação para a Ciência e a Tecnologia pela bolsa de investigação atribuída para apoiar o projecto de investigação PTDC/EME-PME/67022/2006 e à empresa Nagase Chemtex (Japão) pelo fornecimento do adesivo.

## IV. ÍNDICE

|         |                                                                                  |    |
|---------|----------------------------------------------------------------------------------|----|
| 1.      | Introdução .....                                                                 | 12 |
| 2.      | Recolha Bibliográfica.....                                                       | 13 |
| 2.1     | Juntas adesivas .....                                                            | 13 |
| 2.2     | Análise de juntas adesivas.....                                                  | 14 |
| 2.2.1   | Métodos analíticos.....                                                          | 15 |
| 2.2.1.1 | Volkersen.....                                                                   | 15 |
| 2.2.1.2 | Goland e Reissner.....                                                           | 16 |
| 2.2.1.3 | Hart-Smith.....                                                                  | 17 |
| 2.2.2   | Métodos numéricos.....                                                           | 18 |
| 2.2.2.1 | Método dos elementos finitos .....                                               | 18 |
| 2.3     | Juntas adesivas para aplicações aeroespaciais .....                              | 22 |
| 2.4     | Juntas adesivas mistas .....                                                     | 25 |
| 2.5     | Adesivos para alta temperatura.....                                              | 26 |
| 2.6     | Propriedades dos adesivos em função da temperatura e da taxa de deformação ..... | 27 |
| 3.      | Procedimento Experimental .....                                                  | 30 |
| 3.1     | Seleccção do adesivo .....                                                       | 30 |
| 3.2     | Procedimentos Experimentais .....                                                | 31 |
| 3.2.1   | DMA ( <i>Dynamic Mechanical Analysis</i> ).....                                  | 31 |
| 3.2.1.1 | Fabrico dos provetes.....                                                        | 33 |
| 3.2.2   | Ensaio de tracção de provetes maciços.....                                       | 35 |
| 3.2.2.1 | Fabrico dos provetes.....                                                        | 35 |

|         |                                                  |    |
|---------|--------------------------------------------------|----|
| 3.2.2.2 | Procedimento experimental .....                  | 37 |
| 3.2.3   | TAST - <i>Thick Adherend Shear Test</i> .....    | 39 |
| 3.2.3.1 | Fabrico dos provetes.....                        | 40 |
| 3.2.3.2 | Procedimento experimental .....                  | 43 |
| 3.2.4   | Junta de Sobreposição Simples.....               | 46 |
| 3.2.4.1 | Fabrico dos provetes.....                        | 47 |
| 3.2.4.2 | Procedimento experimental .....                  | 50 |
| 3.2.5   | ENF ( <i>End Notched Flexure</i> ).....          | 51 |
| 3.2.5.1 | Fabrico dos provetes.....                        | 55 |
| 3.2.5.2 | Procedimento experimental .....                  | 57 |
| 4.      | Resultados Experimentais.....                    | 58 |
| 4.1     | DMA ( <i>Dynamic Mechanical Analysis</i> ) ..... | 58 |
| 4.2     | Ensaio de tracção de provetes maciços.....       | 59 |
| 4.3     | TAST – <i>Thick Adherent Shear Test</i> .....    | 77 |
| 4.4     | Juntas de Sobreposição Simples.....              | 80 |
| 4.5     | ENF ( <i>End Notched Flexure</i> ) .....         | 82 |
| 5.      | Análise Numérica.....                            | 84 |
| 6.      | Conclusões e Trabalhos Futuros.....              | 91 |
| 7.      | Anexos.....                                      | 95 |

## V. ÍNDICE DE FIGURAS

|                                                                                                                                           |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figura 1 - Diferença de comportamento de soluções rebitadas e ligações adesivas [3].                                                      | 13 |
| Figura 2 - Análise de Volkersen [3].                                                                                                      | 16 |
| Figura 3 - Tensões de arrancamento numa junta de sobreposição simples [3].                                                                | 17 |
| Figura 4 - Intensidade das singularidades na junta de sobreposição simples [5].                                                           | 19 |
| Figura 5 - Representação esquemática dos diferentes critérios [5].                                                                        | 21 |
| Figura 6 - Aplicação de juntas adesivas num veículo espacial [7].                                                                         | 22 |
| Figura 7 - Representação esquemática da tensão de corte no adesivo em juntas com substratos de expansão térmica diferente [3].            | 24 |
| Figura 8 - Distribuição de tensões de corte numa junta adesiva mista.                                                                     | 25 |
| Figura 9 - Curvas características do adesivo Redux 326 em função da temperatura [11].                                                     | 27 |
| Figura 10 - Variação do módulo de Young com a temperatura.                                                                                | 27 |
| Figura 11 - Representação do carregamento da junta em modo I, II e III.                                                                   | 28 |
| Figura 12 - Taxa crítica de libertação de energia em modo I ( $G_{Ic}$ ) para diferentes temperaturas de ensaio [12].                     | 29 |
| Figura 13 - Esquema da componente em fase ( $E'$ ) e desfasada ( $E''$ ) do módulo complexo e $\tan \delta$ em função da temperatura [3]. | 32 |
| Figura 14 - Máquina para efectuar o ensaio de DMA.                                                                                        | 32 |
| Figura 15 - Molde e estrutura de silicone para o fabrico dos provetes para o ensaio DMA.                                                  | 33 |
| Figura 16 - Limpeza do molde com o auxílio da lixa e acetona.                                                                             | 34 |
| Figura 17 - Aplicação do desmoldante nas placas do molde.                                                                                 | 34 |
| Figura 18 - Prensa hidráulica de pratos quentes.                                                                                          | 34 |
| Figura 19 - Geometria dos provetes para ensaios de tracção (dimensões em mm).                                                             | 35 |
| Figura 20 - Molde e estrutura de silicone para confecção de provetes.                                                                     | 35 |
| Figura 21 - Placa de adesivo após cura.                                                                                                   | 36 |

|                                                                                                                                |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figura 22 - Provete para o ensaio de tracção de provetes maciços.....                                                          | 36 |
| Figura 23 - Máquina para ensaios de tracção de provetes maciços. ....                                                          | 37 |
| Figura 24 - Disposição do provete de ensaio de tracção antes e após a rotura. ....                                             | 38 |
| Figura 25 - Provete TAST obtido de uma estrutura <i>sandwich</i> [20] .....                                                    | 39 |
| Figura 26 - Geometria dos provetes para o ensaio TAST [19].....                                                                | 40 |
| Figura 27 - Posicionamento dos calços nos provetes para o ensaio TAST. ....                                                    | 41 |
| Figura 28 - micrografia e espectro da composição do grão da grenalha.....                                                      | 41 |
| Figura 29 - Molde para ensaio TAST.....                                                                                        | 42 |
| Figura 30 - Colocação dos provetes no molde.....                                                                               | 42 |
| Figura 31 - Máquina utilizada para o ensaio TAST. ....                                                                         | 43 |
| Figura 32 - Extensómetro e vídeo microscópico para medição da deformação do provete. ....                                      | 44 |
| Figura 33 - Representação da imagem retirada por vídeo microscópico. ....                                                      | 44 |
| Figura 34 - Geometria do provete para o ensaio de tracção. ....                                                                | 46 |
| Figura 35 - Curva de tracção do alumínio AW6082-T651 e a respectiva aproximação linear.....                                    | 47 |
| Figura 36 - Micrografia da superfície grenalhada. a)pressão de 4 bar e b)pressão de 6 bar. (x200).....                         | 48 |
| Figura 37 - Preparação do molde para juntas de sobreposição simples.....                                                       | 48 |
| Figura 38 - Colocação das juntas de sobreposição simples no molde. ....                                                        | 49 |
| Figura 39 - Utilização dos calços para manter a espessura do adesivo. ....                                                     | 49 |
| Figura 40 - Ensaio de tracção de juntas de sobreposição simples.....                                                           | 50 |
| Figura 41 - Representação esquemática dos ensaios de ENF, ELS e 4ENF [3].....                                                  | 51 |
| Figura 42 - Representação da FPZ e da fenda equivalente [3]. ....                                                              | 53 |
| Figura 43 - Geometria dos provetes de ensaio ENF.....                                                                          | 55 |
| Figura 44 - Fabrico dos provetes para o ensaio de fractura ENF. ....                                                           | 56 |
| Figura 45 - Conclusão do fabrico do provete ENF.....                                                                           | 56 |
| Figura 46 - Máquina utilizada para ensaios de fractura.....                                                                    | 57 |
| Figura 47 - Temperatura de transição vítrea do adesivo. ....                                                                   | 58 |
| Figura 48 - Curva de tensão vs deformação para 25 °C.....                                                                      | 60 |
| Figura 49 - Aproximação polinomial da curva de tensão vs deformação a 25 °C....                                                | 61 |
| Figura 50 - Curva de tensão vs deformação para diferentes temperaturas de ensaio para a velocidade de ensaio de 1 mm/min. .... | 62 |

|                                                                                                                                                                                 |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figura 51 - Influência da temperatura no módulo de Young e na resistência à tracção do material.....                                                                            | 63 |
| Figura 52 - Influência da temperatura na deformação de rotura do material. ....                                                                                                 | 64 |
| Figura 53 - Curvas de tensão vs deformação para diferentes temperaturas de ensaio para uma velocidade de ensaio de 10 mm/min.....                                               | 65 |
| Figura 54 - Curvas de tensão vs deformação para diferentes temperaturas de ensaio para uma velocidade de ensaio de 0,1 mm/min.....                                              | 66 |
| Figura 55 - Curvas de tracção para diferentes temperaturas e velocidades de ensaio.....                                                                                         | 67 |
| Figura 56 - Resistência à tracção vs velocidade de ensaio para diferentes temperaturas de ensaio. ....                                                                          | 68 |
| Figura 57 - Módulo de Young vs velocidade de ensaio para diferentes temperaturas. ....                                                                                          | 68 |
| Figura 58 - Deformação de rotura vs velocidade de ensaio para diferentes temperaturas. ....                                                                                     | 69 |
| Figura 59 - Resistência à tracção vs temperatura para diferentes velocidades de ensaio.....                                                                                     | 69 |
| Figura 60 - Deformação vs temperatura para diferentes velocidades de ensaio....                                                                                                 | 70 |
| Figura 61 - Comparação dos resultados obtidos experimentalmente e pelo modelo de Airing para diferentes temperaturas e velocidades de ensaio. ....                              | 72 |
| Figura 62 - Micrografia SEM das superfícies de rotura dos provetes de ensaios de tracção. a) 25 °C; b) 125 °C (x100).....                                                       | 73 |
| Figura 63 - Micrografia SEM do provete de ensaio de tracção a 125 °C. (x5000)....                                                                                               | 74 |
| Figura 64 - Composição química da zona z2. ....                                                                                                                                 | 74 |
| Figura 65 - Composição química das zonas mais claras da micrografia.....                                                                                                        | 75 |
| Figura 66 - Micrografia SEM das superfícies de rotura dos provetes de ensaios de tracção. a) Taxa de deformação de 0,1 mm/min; b) Taxa de deformação de 10 mm/min. (x100) ..... | 76 |
| Figura 67 - Curva de tensão vs deformação de corte obtida pelo extensómetro mts. ....                                                                                           | 77 |
| Figura 68 - Curva de tensão vs deformação de corte com o extensómetro e vídeo microscópico. ....                                                                                | 78 |
| Figura 69 - Superfície de rotura dos provetes TAST. ....                                                                                                                        | 79 |

|                                                                                                                    |     |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Figura 70 - Curvas de tracção de juntas de sobreposição simples para diferentes comprimentos de sobreposição. .... | 80  |
| Figura 71 - Influência do comprimento de sobreposição na força máxima. ....                                        | 81  |
| Figura 72 - superfície de rotura dos provetes ENF. ....                                                            | 82  |
| Figura 73 - Curvas de P- $\delta$ para os três exemplares a 25 °C. ....                                            | 82  |
| Figura 74 - Malha utilizada no programa ABAQUS. ....                                                               | 85  |
| Figura 75 - Ilustração da zona de análise utilizada. ....                                                          | 85  |
| Figura 76 - Distribuição da tensão de von mises na junta adesiva. ....                                             | 86  |
| Figura 77 - Análise das tensões de corte a 25 °C. ....                                                             | 87  |
| Figura 78 - Análise das tensões de arrancamento a 25 °C. ....                                                      | 87  |
| Figura 79 - Análise das tensões de Von Mises a 25 °C. ....                                                         | 88  |
| Figura 80 - Distribuição das tensões de corte a 25 °C. ....                                                        | 89  |
| Figura 81 - Distribuição de tensões de arrancamento ao longo da junta a 25 °C. ....                                | 89  |
| Figura 82 - Distribuição da tensão de von mises a 25 °C. ....                                                      | 90  |
| Figura 83 - Curvas de tensão vs deformação para a temperatura ambiente a 0,1 mm/min. ....                          | 95  |
| Figura 84 - Curvas de tensão vs deformação para 100 °C a 0,1 mm/min. ....                                          | 95  |
| Figura 85 - Curvas de tensão vs deformação para 125 °C a 0,1 mm/min. ....                                          | 96  |
| Figura 86 - Curvas de tensão vs deformação para temperatura ambiente a 1 mm/min. ....                              | 97  |
| Figura 87 - Curvas de tensão vs deformação para 100 °C a 1 mm/min. ....                                            | 97  |
| Figura 88 - Curvas de tensão vs deformação para 125 °C a 1 mm/min. ....                                            | 98  |
| Figura 89 - Curvas de tensão vs deformação para 150 °C a 1 mm/min. ....                                            | 98  |
| Figura 90 - Curvas de tensão vs deformação para a temperatura ambiente a 10 mm/min. ....                           | 99  |
| Figura 91 - Curvas de tensão vs deformação para 100 °C a 10 mm/min. ....                                           | 99  |
| Figura 92 - Curvas de tensão vs deformação para 125 °C a 10 mm/min. ....                                           | 100 |
| Figura 93 - Curvas de tensão vs deformação para 150 °C a 10 mm/min. ....                                           | 100 |
| Figura 94 - Curvas de força vs deslocamento para o comprimento de sobreposição de 12,5 mm. ....                    | 101 |
| Figura 95 - Curvas de força vs deslocamento para o comprimento de sobreposição de 25mm. ....                       | 101 |

## VI. ÍNDICE DE TABELAS

|                                                                                                                 |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tabela 1 - Propriedades dos adesivos de alta temperatura. ....                                                  | 26 |
| Tabela 2 - Módulo de Young, resistência à tracção e deformação de rotura a 25 °C.<br>.....                      | 61 |
| Tabela 3 – Propriedades mecânicas em função da temperatura para a velocidade<br>de ensaio de 1 mm/min. ....     | 63 |
| Tabela 4 - Propriedades mecânicas em função da temperatura a uma velocidade de<br>ensaio de 10 mm/min. ....     | 65 |
| Tabela 5 - Propriedades mecânicas em função da temperatura para uma<br>velocidade de ensaio de 0,1 mm/min. .... | 66 |
| Tabela 6 - Módulo e tensão de corte para o adesivo.....                                                         | 78 |
| Tabela 7 - Tensão de corte média para os diferentes comprimentos de<br>sobreposição. ....                       | 81 |
| Tabela 8 - Comparação dos valores de $G_{Ic}$ e $G_{IIc}$ . ....                                                | 83 |
| Tabela 9 - Valores de tensões de Von Mises, Corte e arrancamento. ....                                          | 88 |
| Tabela 10 - Tensões de Von Mises, corte e arrancamento para um comprimento de<br>sobreposição de 12,5 mm. ....  | 90 |

## **1. INTRODUÇÃO**

A dissertação apresentada encontra-se inserida no ramo do estudo de juntas adesivas estruturais e tem como principal objectivo a caracterização de um adesivo de alta temperatura para aplicações aeroespaciais de forma a ser possível retirar as propriedades mecânicas do adesivo e a influência da temperatura e da velocidade de ensaio no seu comportamento.

O projecto apresentado foi dividido em diferentes fases de análise e estudo. Inicialmente efectuou-se a recolha bibliográfica sobre juntas adesivas, análise de juntas adesivas, juntas em aplicações aeroespaciais, juntas adesivas mistas, adesivos para altas temperaturas e propriedades de juntas em função da temperatura e da taxa de deformação. O objectivo da revisão bibliografia é enquadrar o estudo executado e compreender a importância deste na área das juntas adesivas estruturais. O passo seguinte consiste na apresentação do adesivo e procedimentos utilizados para a caracterização do mesmo bem como a análise numérica de juntas adesivas de sobreposição simples. Por fim são retirados os resultados e respectivas conclusões de todo o processo, incluindo possíveis trabalhos para se efectuar no futuro.

O estudo efectuado é apenas uma porção inicial de um projecto mais extenso onde será estudado o comportamento do adesivo na aplicação de juntas adesivas com substratos cerâmicos e metálicos (alumínio) juntamente com outro adesivo para baixas temperaturas para a aplicação na indústria aeroespacial. O projecto pode contribuir para o desenvolvimento de uma tecnologia de aplicação directa na indústria aeroespacial, mas também em outros sectores nos quais as ligações adesivas são necessárias para operar numa ampla faixa das temperaturas.

## 2. RECOLHA BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 JUNTAS ADESIVAS

As ligações adesivas são uma tecnologia em expansão devido às suas vantagens relativamente a outros métodos tradicionais, tais como ligações aparafusadas e rebetadas, soldadura e brasagem, e às inúmeras aplicações em diferentes áreas de acção. A indústria aeroespacial tem sido uma das responsáveis pelo desenvolvimento das juntas adesivas devido às rigorosas condições ambientais a que um veículo espacial está sujeito (diferenças extremas de temperatura e humidade durante o voo). As variações de humidade e temperatura existentes durante o descolar e a aterragem do vaivém espacial alteram significativamente as propriedades mecânicas dos adesivos [1].

As principais vantagens das juntas adesivas relativamente aos métodos tradicionais consistem em distribuições mais uniformes das tensões ao longo da área ligada, permitindo maior rigidez e transmissão de carga bem como melhor resistência à fadiga o que pode introduzir uma redução de peso (Figura 1), amortecimento, ligação de materiais diferentes de coeficientes de expansão térmica diferentes, estruturas regulares (evitam furos e cordões de soldadura) e redução dos custos de produção [2].

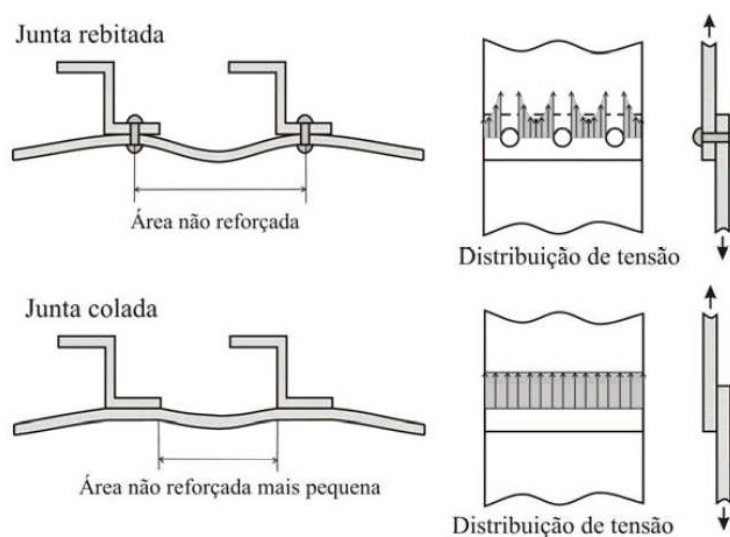


Figura 1 - Diferença de comportamento de soluções rebetadas e ligações adesivas [3].

## 2.2 ANÁLISE DE JUNTAS ADESIVAS

A análise de juntas adesivas pode ser efectuada por métodos analíticos ou métodos numéricos.

O método inicial utilizado para analisar teoricamente juntas adesivas baseou-se num modelo analítico de uma junta adesiva de sobreposição simples.

Após esta análise simplista o modelo sofreu alterações para se aproximar mais da realidade. Apesar dos métodos analíticos serem mais fáceis de implementar num computador, não podem ser considerados em todos os casos de juntas adesivas. A complexidade dos sistemas reais não permite uma solução analítica rigorosa. Nestes casos recorre-se à utilização de métodos numéricos que possibilitam uma solução aproximada. O método numérico mais utilizado em juntas adesivas é o método dos elementos finitos e começou a ser utilizado há 40 anos

Existe assim a possibilidade de analisar as juntas adesivas de forma analítica, mais utilizada em projectos, e a alternativa numérica, utilizada em contextos de investigação.

---

## 2.2.1 MÉTODOS ANALÍTICOS

---

As análises clássicas de juntas adesivas implementando métodos analíticos são as de Volkersen desenvolvida em 1938 e de Goland e Reissner de 1944 [3]. No entanto existem outras análises mais complexas que necessitam de métodos numéricos para serem resolvidas.

### 2.2.1.1 Volkersen

A análise mais simples de efectuar para obter a tensão de corte de uma junta de sobreposição simples admite que os substratos são rígidos e que o adesivo se deforma apenas pelos esforços de corte presentes sendo a tensão de corte determinada pela seguinte equação:

$$\tau = \frac{P}{bl} \quad (1)$$

A tensão de corte é representada por  $\tau$ ,  $P$  é a força aplicada,  $b$  a largura da junta e  $l$  o comprimento de sobreposição na junta de sobreposição simples.

Volkersen introduziu na sua análise a deformação diferencial onde assume que os substratos são elásticos e existe continuidade na interface adesivo/substrato. Os paralelogramos na Figura 2a) ficam distorcidos quando são solicitados (Figura 2b)) apresentando uma tensão de corte máxima nas extremidades da junta e mínima no meio (Figura 2c)).

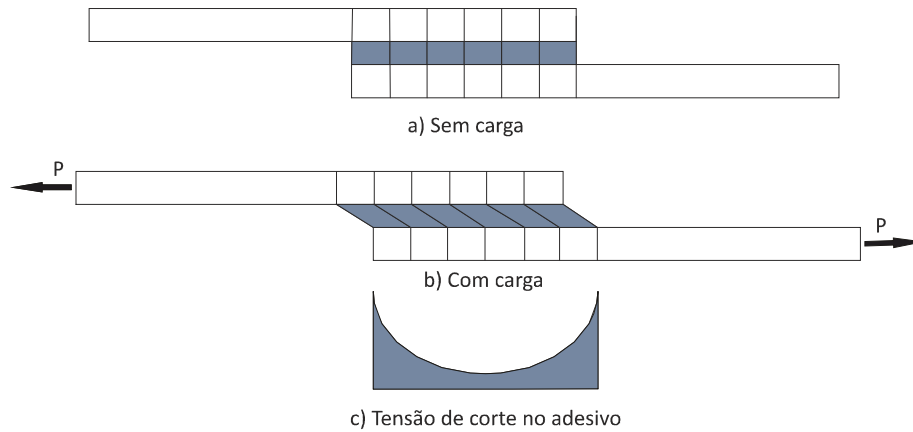


Figura 2 - Análise de Volkersen [3].

### 2.2.1.2 Goland e Reissner

A análise de Goland e Reissner, ao contrário da análise de Volkersen inclui a rotação da junta. Esta rotação é provocada pela acção das forças de tracção não colineares que causam um momento flector na junta. Os substratos flectem e a direcção da linha de carregamento altera-se devido à rotação, logo os deslocamentos deixam de ser proporcionais à força aplicada o que quer dizer que há uma não linearidade geométrica. Na análise de Goland e Reissner o factor de momento flector ( $k$ ) relaciona o momento no substrato no fim da sobreposição ( $M$ ) com a força aplicada de acordo com a equação:

$$M = k\bar{P}\left(\frac{t}{2}\right) \quad (2)$$

A espessura do substrato é representada por  $t$  e  $\bar{P}$  é a força aplicada por unidade de largura. A análise de Goland e Reissner apresenta resultados semelhantes em termos de tensão de corte relativamente à análise de Volkersen, no entanto esta análise permite a obtenção de tensões transversais de arrancamento no adesivo (Figura 3).

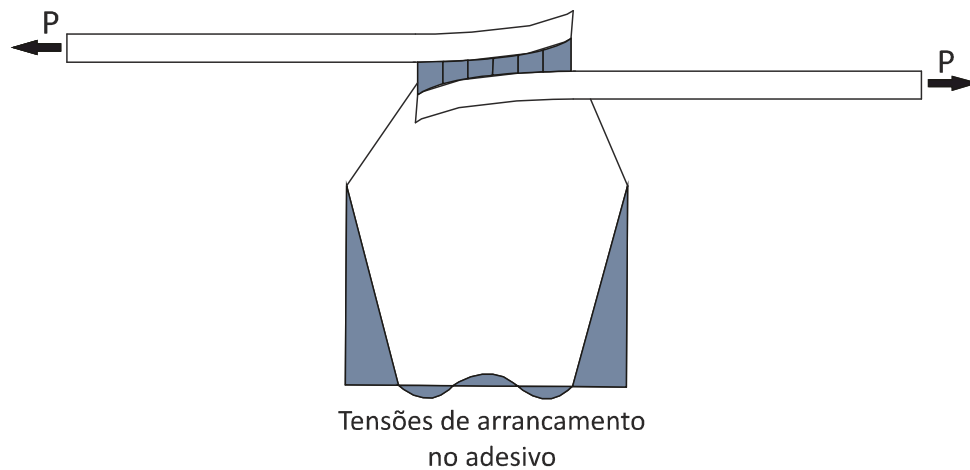


Figura 3 - Tensões de arrancamento numa junta de sobreposição simples [3]

### 2.2.1.3 Hart-Smith

A análise de Hart-Smith inclui a plasticidade do adesivo num modelo analítico. Os adesivos dúcteis contêm uma componente plástica muito importante que não estava a ser considerada nas análises de Volkersen e Goland e Reissner. Estas análises só consideravam o comportamento elástico dos substratos e adesivo o que pode provocar um erro de análise elevado por exemplo no caso de um adesivo de epóxico modificado [4]. Hart-Smith revelou que a plasticidade do adesivo aumenta a resistência de uma junta relativamente à análise elástica e avaliou o comportamento da junta de sobreposição simples e de sobreposição dupla bem como o comportamento de juntas em substratos diferentes.

Muitos outros métodos foram desenvolvidos posteriormente de forma a diminuir as limitações dos métodos existentes. Quanto mais aproximado é o método da realidade mais complexa é a sua aplicação analítica, recorrendo-se a métodos numéricos para a resolução dos modelos.

---

## 2.2.2 MÉTODOS NUMÉRICOS

---

### 2.2.2.1 Método dos elementos finitos

Uma das ferramentas mais usadas para a análise de juntas adesivas é o método dos elementos finitos. Este método permite calcular os esforços existentes num corpo sólido na maioria das geometrias existentes. Os elementos finitos permitem fazer análises lineares e não lineares quer em termos de materiais quer em termos geométricos. Uma análise completa de uma junta adesiva pode incluir uma análise dos efeitos de flexão, tensão de corte no substrato e comportamento não linear do adesivo e substratos.

As juntas adesivas contêm defeitos inerentes ao seu fabrico. A iniciação de uma fenda ocorre nesses defeitos e conduz à fractura da ligação. A resistência das juntas adesivas depende de um conjunto de factores e das suas combinações tais como o tipo de adesivo, tempo de cura, tipo de substrato, espessura da junta, etc. Uma previsão da resistência das juntas adesivas é essencial para diminuir o número de testes dispendiosos na fase de concepção.

As abordagens usadas para prever a resistência de juntas adesivas mais utilizadas são a mecânica dos meios contínuos (baseado num limite de tensão ou deformação), a mecânica da fractura e a mecânica do dano.

### ***Mecânica dos meios contínuos***

O adesivo e os substratos são modelados usando elementos contínuos e assume-se que o adesivo se encontra perfeitamente ligado ao substrato. A suposição de uma ligação perfeita não inclui as propriedades de interface e de adesão. O critério utilizado neste método varia entre os valores máximos de tensão, ou de deformação. No entanto este critério não pode ser aplicado quando existem singularidades (Figura 4). Existe sempre uma singularidade nas extremidades das juntas adesivas e o valor da tensão depende muito do refinamento da malha. Uma das soluções para remover singularidades é através do arredondamento do adesivo ou substrato, mas nesse caso o valor de tensão depende do grau de arredondamento [3].

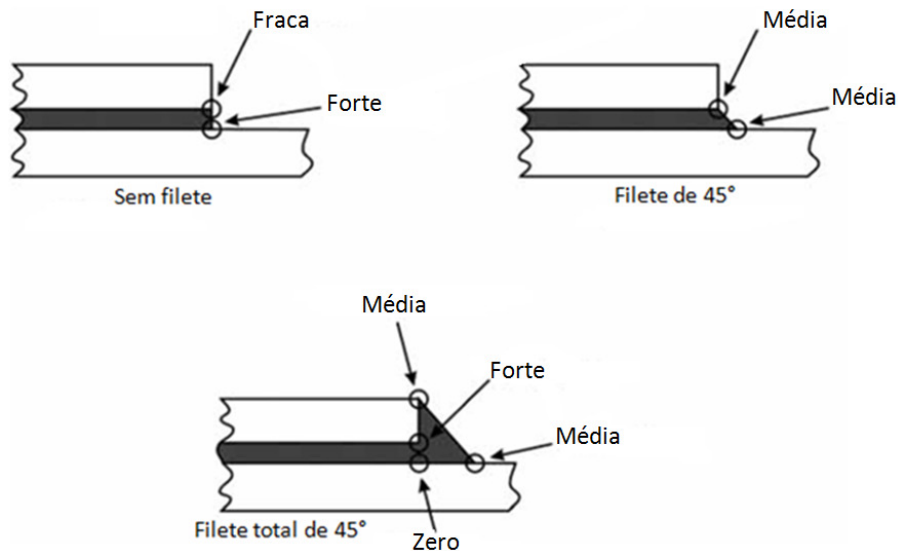


Figura 4 – Intensidade das singularidades na junta de sobreposição simples [5].

### ***Mecânica da fractura***

A mecânica da fractura assume que a estrutura da junta não é um meio contínuo podendo conter defeitos provocados pelo método de fabrico ou outro factor. Este critério visa assim compreender se os defeitos inerentes na estrutura provocam a rotura do material ou se alteram as dimensões críticas da estrutura. Na mecânica da fractura é avaliada a influência dos pontos críticos da estrutura em vez da análise local das tensões ou deformações máximas. Em 1920, Griffith concluiu que todos os corpos contêm uma distribuição de defeitos e que a fractura ocorrerá a partir do mais crítico [3].

O uso de critérios puramente baseados na mecânica da fractura está dependente da existência de uma fenda ou defeito na zona de colagem. Estas fendas pretendem simular a existência de um dano ou defeito originados durante o processo de fabrico. Os critérios da mecânica da fractura são essencialmente dirigidos para a propagação de fendas em vez da sua iniciação. Algumas das desvantagens do método são a definição do tamanho da fenda inicial a considerar e a sua localização.

### ***Mecânica do dano***

A mecânica do dano permite a análise completa de estruturas até ao ponto final de rotura numa única análise sem ser necessário um pós-processamento adicional de análise de resultados de elementos finitos. O campo da mecânica do dano é um campo emergente e as técnicas de modelação do dano podem ser divididas em abordagens locais ou contínuas.

Na abordagem contínua o dano é modelado sobre uma região restrita onde se situem os elementos de interface. Nas juntas adesivas existe o problema da rotura poder ocorrer junto às interfaces, a meio da espessura do adesivo ou nos substratos o que dificulta a selecção prévia dos pontos críticos propensos à iniciação da fenda. Esta abordagem é fortemente dependente do refinamento da malha utilizada.

A abordagem local ou coesiva é utilizada para simular a iniciação e propagação do dano. Nos modelos coesivos, os processos de fractura ampliam o conceito da mecânica contínua incluindo uma zona de descontinuidade na modelação constituída por zonas coesivas utilizando os parâmetros de resistência energética para caracterizar o processo de rotura (Figura 5).

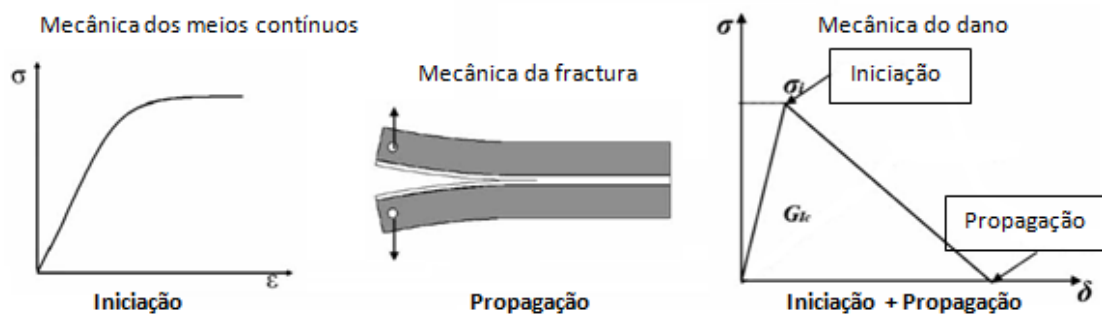


Figura 5 – Representação esquemática dos diferentes critérios [5].

## 2.3 JUNTAS ADESIVAS PARA APLICAÇÕES AEROESPACIAIS

Um vaivém espacial é constituído por um veículo reutilizável, um tanque externo de combustível e dois foguetes propulsores. O veículo reutilizável é composto por uma estrutura em alumínio revestido por telhas cerâmicas cuja ligação é efectuada por adesivos. Na parte frontal deste veículo encontra-se a tripulação e a cabine de comando. O tanque externo protege três tanques internos com a sua estrutura: um tanque de oxigénio líquido sob pressão, outro de hidrogénio líquido e o último de equipamentos electrónicos. As paredes do tanque externo são formadas por uma liga de alumínio, com 52,3 milímetros de espessura. Os foguetes propulsores fornecem a maior parte do impulso de lançamento. Na parte frontal do foguete há uma cápsula em forma de ogiva que contém 4 pára-quadras, que são accionados em dois estágios para que ele caia no mar sem ser danificado para que possa ser reutilizado [6].

Na constituição de um veículo espacial é possível encontrar ligações adesivas em vários locais como se pode verificar na Figura 6.

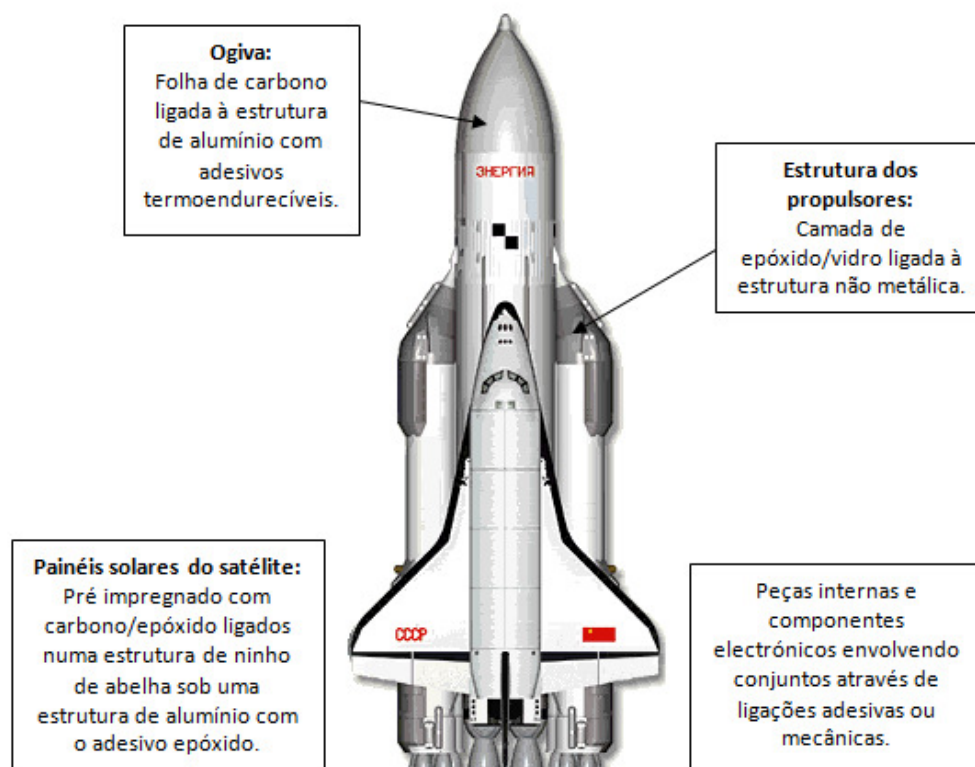


Figura 6 - Aplicação de juntas adesivas num veículo espacial [7].

Uma das aplicações de juntas na indústria aeroespacial consiste na ligação de telhas cerâmicas com a estrutura em alumínio de uma nave espacial [8]. Estas telhas têm como principal objectivo proteger a nave contra as elevadas temperaturas que esta atinge quando reentra na atmosfera terrestre. As placas cerâmicas constituem uma parte do sistema de protecção térmico (TPS) da nave espacial desenvolvido pela NASA. A configuração e a trajectória da nave espacial em conjugação com o sistema de protecção térmico utilizado definem a distribuição de temperatura no veículo espacial.

Um desenvolvimento do centro de investigação da NASA para o TPS é um material cerâmico de alta temperatura que possui uma temperatura de fusão bastante elevada, boa resistência à oxidação que se verifica nos ambientes de reentrada da nave, e razoável resistência ao choque térmico para uma cerâmica monolítica mostrando assim potencial para a aplicação de telhas na nave.

No dia 1 de Fevereiro de 2003 uma nave espacial denominada Columbia desintegrou-se sobre o Texas durante a sua reentrada na atmosfera terrestre perdendo assim os sete membros da tripulação. O relatório do desastre revela que a perda do Columbia foi provocada pela separação das telhas cerâmicas da fuselagem ficando essa parte desprotegida das temperaturas elevadas no regresso da nave a terra [6]. Assim, quando a nave reentrou na atmosfera terrestre, as temperaturas extremas destruíram a fuselagem causando a desintegração em voo. O adesivo utilizado na ligação das telhas cerâmicas com a fuselagem de alumínio é uma borracha de silicone que vulcaniza à temperatura ambiente, também denominada por RTV, cuja resistência em serviço tem que ser suficiente para manter a posição das telhas a temperaturas extremas, devido à fricção do ar, alcançadas na entrada da nave na atmosfera terrestre.

Um dos problemas que se coloca na ligação das telhas e da fuselagem é o facto de os substratos terem um coeficiente de expansão térmica diferente [9]. Este facto introduz tensões residuais, especialmente no limite de sobreposição, como se pode verificar na Figura 7.

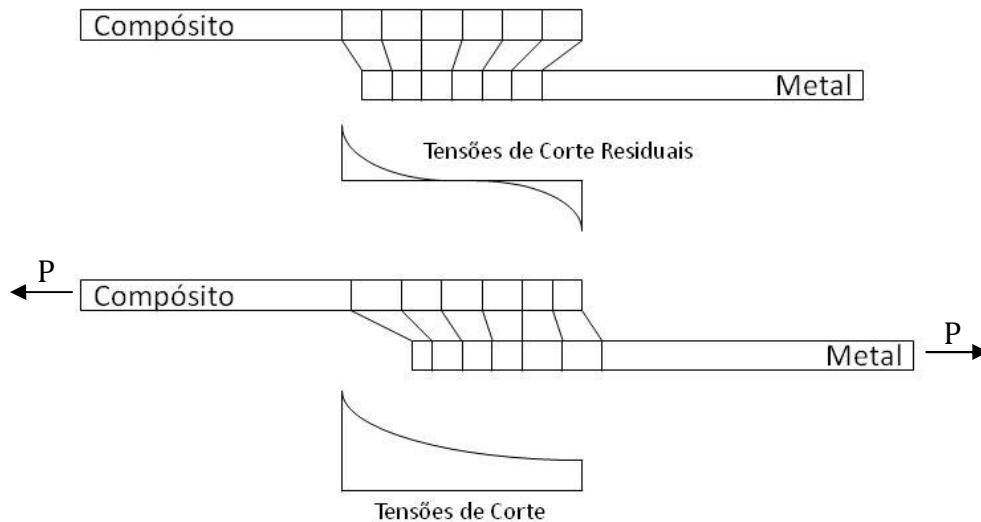


Figura 7 - Representação esquemática da tensão de corte no adesivo em juntas com substratos de expansão térmica diferente [3].

As tensões residuais aparecem quando um corpo não pode expandir-se ou contrair-se livremente. Em juntas como a ligação das telhas cerâmicas com a fuselagem de alumínio, o metal diminui de volume desde a temperatura de cura do adesivo mas é impedido pelo cerâmico que tem um coeficiente de expansão térmica inferior, introduzindo assim tensões residuais. Uma das extremidades da junta fica sob a acção de tensões residuais positivas e a outra de tensões residuais negativas tendo um efeito benéfico de uma extremidade e inverso na outra quando é aplicada uma carga. Outra causa para a presença de tensões residuais na junta de cerâmico e alumínio em aplicações aeroespaciais consiste na variação de temperaturas que se encontra na superfície do cerâmico (-50 °C a 1000 °C) que conduzem a alterações na distribuição de tensões na junta. O adesivo tem que ter uma ductilidade suficiente para acomodar as tensões de origem térmica.

## 2.4 JUNTAS ADESIVAS MISTAS

As temperaturas de serviço das juntas adesivas em veículos aeroespaciais podem variar dos  $-55\text{ }^{\circ}\text{C}$ , quando a nave entra em órbita, até aos  $220\text{ }^{\circ}\text{C}$  na junta adesiva ( $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$  na superfície do cerâmico), no momento da reentrada na atmosfera terrestre. Uma junta adesiva composta por um adesivo de alta temperatura tem um comportamento muito frágil quando o veículo espacial se encontra em órbita. No entanto uma junta constituída por um adesivo de baixa temperatura pode degradar-se na reentrada na atmosfera terrestre. Assim sendo o problema pode ser resolvido recorrendo a juntas adesivas mistas. Esta junta é formada por um adesivo de baixa temperatura nas extremidades do comprimento de sobreposição e um adesivo de alta temperatura no interior da junta.

Utilizando este método na ligação das telhas e da fuselagem da nave espacial, quando a junta adesiva está a altas temperaturas, o adesivo de alta temperatura garante a resistência necessária e a baixas temperaturas, é o adesivo de baixa temperatura que garante a resistência necessária (Figura 8).

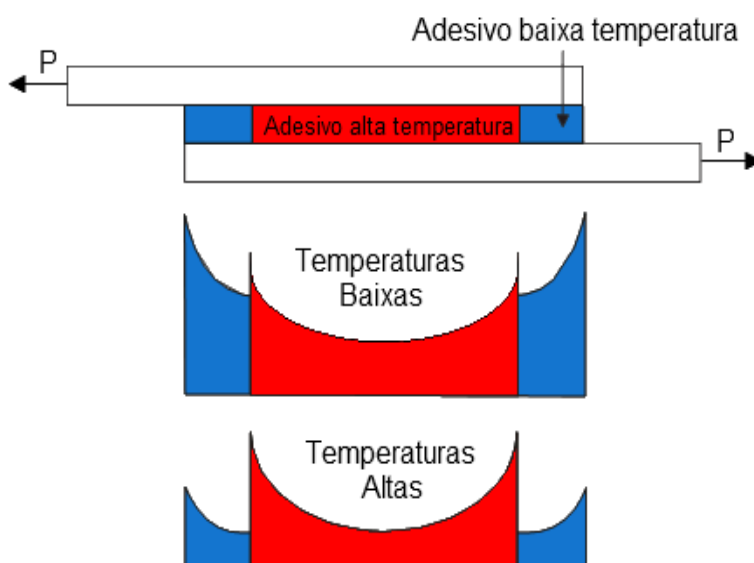


Figura 8 - Distribuição de tensões de corte numa junta adesiva mista.

O adesivo estudado no projecto é um adesivo de alta temperatura. Este adesivo pode posteriormente ser integrado numa junta adesiva mista com um adesivo de baixa temperatura para aplicações aeroespaciais, tais como a ligação das telhas cerâmicas com o alumínio de um veículo espacial, já referido anteriormente.

## 2.5 ADESIVOS PARA ALTA TEMPERATURA

Os adesivos para altas temperaturas são normalmente baseados em polímeros sintéticos, tais como os fenólicos, os epóxidos, os acrílicos e os poliaromáticos. As resinas de epóxido possuem uma boa adesão a metais e cerâmicos e uma boa resistência a altas temperaturas, no entanto normalmente não são utilizadas a temperaturas superiores a 150 °C [10]. As resinas poliaromáticas, tais como as poliimidas e as bismaleimidas, possuem resistências à temperatura muito elevadas. A sua temperatura de serviço encontra-se entre -40 a 280 °C. No entanto, estas resinas têm um processamento muito difícil e são frágeis à temperatura ambiente o que pode reduzir as suas aplicações [5]. Os fenólicos são adesivos que possuem uma elevada resistência ao fogo, logo uma elevada resistência a altas temperaturas mas possuem muita porosidade. a Tabela 1 resume as principais vantagens e desvantagens dos adesivos mais utilizados para aplicações a altas temperaturas.

Tabela 1 - Propriedades dos adesivos de alta temperatura.

|                               | <b>Epóxidos</b>                                                                              | <b>Fenólicos</b>                                                            | <b>Poliaromáticos</b>                                                                                                                   |
|-------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>Temperatura de serviço</b> | -40 a 180 °C                                                                                 | -40 a 180 °C                                                                | -40 a 280 °C                                                                                                                            |
| <b>Vantagens</b>              | -Excelente comportamento mecânico<br>-Fácil processamento<br>-Boa resistência e durabilidade | -Excelente resistência ao fogo<br>- Cura rápida<br>-Processamento económico | -Excelente resistência a altas temperaturas<br>-Boas características mecânicas<br>-Boa resistência a agentes químicos, fogo e radiação. |
| <b>Desvantagens</b>           | -Cura a alta temperatura<br>- Armazenamento                                                  | -Fragilidade<br>-Elevadas pressões de cura<br>-Processamento difícil        | -Processamento muito difícil<br>-Frágeis à temperatura ambiente                                                                         |
| <b>Aplicações</b>             | -Aeroespacial (ligação de estruturas de ninhos de abelha)                                    | -Aeroespacial (componentes internos)                                        | -Aeroespacial (ligação de metais, compósitos e ninhos de abelha, reparações, aplicações transparentes a radares e ninhos de abelha)     |

## 2.6 PROPRIEDADES DOS ADESIVOS EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA E DA TAXA DE DEFORMAÇÃO

O comportamento mecânico de uma resina bismaleimida em função da temperatura foi analisado por da Silva e Adams cujas propriedades se alteram com a temperatura. Com o aumento da temperatura a ductilidade do adesivo aumenta e a resistência, rigidez e o módulo de Young diminuem (Figura 9) [11].

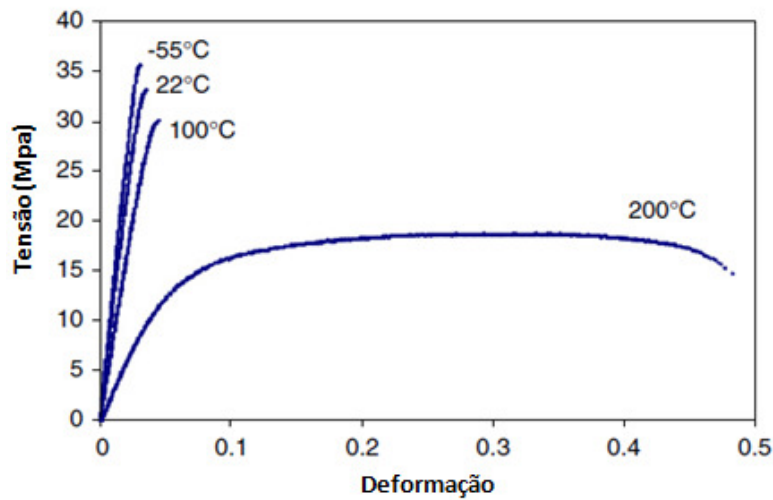


Figura 9 – Curvas características do adesivo Redux 326 em função da temperatura [11].

Como é possível verificar na Figura 9, a curva de tensão vs deformação apresenta uma diferença significativa de comportamento da temperatura de 100 °C para a de 200 °C. Este fenómeno é explicado pela temperatura de transição vítrea,  $T_g$ . Esta temperatura marca a mudança de um comportamento frágil para um comportamento dúctil (Figura 10).

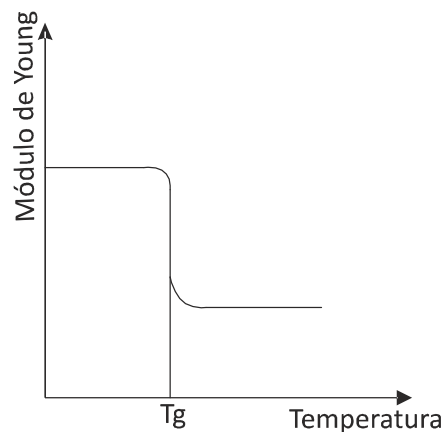


FIGURA 10 – Variação do módulo de Young com a temperatura.

Abaixo da temperatura de transição vítrea, à medida que a temperatura diminui, o módulo de Young e a tensão limite de elasticidade aumentam enquanto a ductilidade diminui. Com o aumento de temperatura existe uma rápida redução do módulo de Young e da tensão limite de elasticidade do adesivo perto da temperatura de transição vítrea. Como os adesivos estruturais são utilizados em estruturas rígidas necessitam de um módulo tão elevado quanto possível, por esse facto devem ser usados a temperaturas abaixo da temperatura de transição vítrea.

O comportamento à fractura dos adesivos é testado de diferentes formas consoante o carregamento que lhe é incutido e pode ser de modo I, II, III (Figura 11) ou misto que consiste numa conjugação de dois dos modos referidos anteriormente. A maioria da literatura existente determina o comportamento à fractura em modo I utilizando o ensaio DCB (*Double Cantilever Beam*). No entanto as ligações adesivas são também carregadas em modo II e misto.

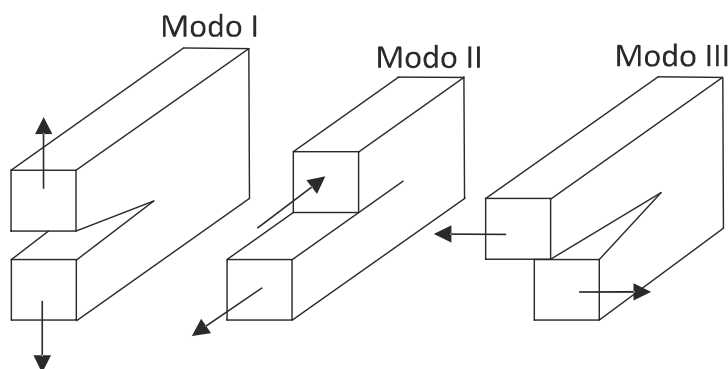


Figura 11 - Representação do carregamento da junta em modo I, II e III.

A influência da temperatura em ensaios de fractura já foi analisada no ensaio de fractura em modo I [12], no entanto a influência da temperatura em ensaios de fractura de modo II em juntas adesivas ainda não foi alvo de análise. A maior parte dos artigos publicados acerca da influência da temperatura em ensaios de modo II são apenas em materiais compósitos com o objectivo de caracterizar a fractura interlaminar do material [13,14]. Estudos efectuados com o ensaio de modo I a diferentes temperaturas para resina de epóxico em estudo [12] revelam que a resistência à fractura do adesivo aumenta cerca de 10 % com o aumento de temperatura e este facto deve-se ao aumento de ductilidade que o adesivo possui a

alta temperatura dando deformação adicional no início da fractura e portanto um aumento de tenacidade. Quando a temperatura ultrapassa a temperatura de transição vítrea, verifica-se uma queda drástica da tenacidade do adesivo (Figura 12) [12].

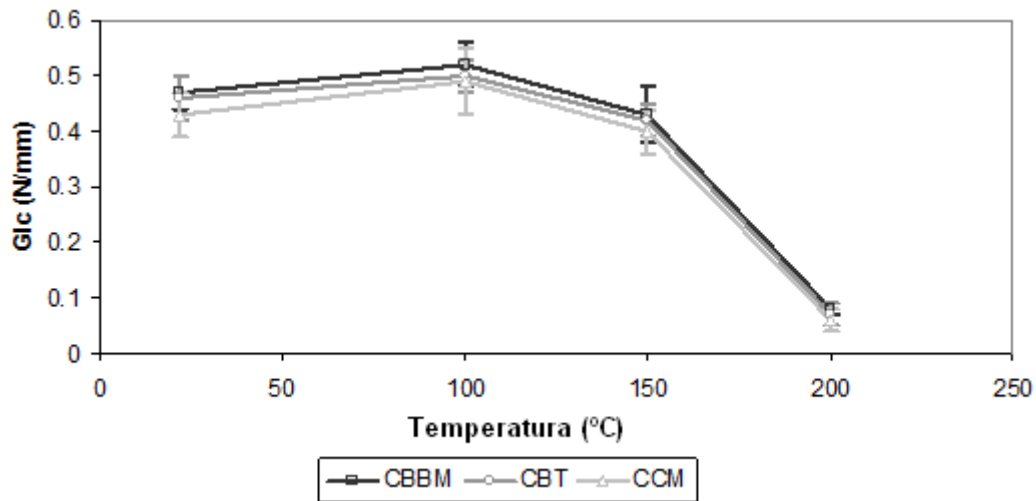


Figura 12 – Taxa crítica de libertação de energia em modo I ( $G_{Ic}$ ) para diferentes temperaturas de ensaio [12].

Espera-se um aumento da tenacidade em modo II com o aumento da temperatura (inferior à  $T_g$ ) como em modo I mas não é possível quantificar esse aumento visto que a tenacidade de um adesivo em modo I é diferente da tenacidade em modo II.

Alguns autores analisaram a influência da temperatura e da resistência de adesão [15] ou tempo de fractura [16] nas propriedades dos adesivos de forma a conseguir encontrar uma relação entre as diferentes componentes em estudo desenvolvendo uma equação ou lei matemática que expresse o comportamento do adesivo. A influência da taxa de deformação e da temperatura também foi analisada, com o mesmo intuito que nos casos anteriores [17,18].

No projecto em curso pretende-se verificar a influência da temperatura e da velocidade de ensaio em adesivos de alta temperatura.

### **3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL**

#### **3.1 SELECÇÃO DO ADESIVO**

O adesivo escolhido foi a resina de epóxico (XN1244) em pasta de um componente fornecida pela empresa japonesa Nagase ChemteX. As principais características deste adesivo são a boa adesão a materiais metálicos e cerâmicos e boa resistência a altas temperaturas.

Um dos parâmetros mais importantes na utilização deste adesivo é a sua temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ). Quando o adesivo é ensaiado abaixo desta temperatura o seu comportamento é rígido, no entanto a temperaturas superiores à temperatura de transição vítrea possui um comportamento dúctil.

A cura do adesivo foi efectuada à temperatura de 140 °C durante 60 minutos.

### 3.2 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

---

#### 3.2.1 DMA (*DYNAMIC MECHANICAL ANALYSIS*)

---

Visto que alguns dos ensaios efectuados serão a diferentes temperaturas é de elevada importância determinar a temperatura de transição vítrea do adesivo em estudo para facilitar a interpretação dos resultados. A temperatura de transição vítrea pode ser medida recorrendo a diferentes métodos como o DSC (*Differential Scanning Calorimetry*), o TMA (*Thermo Mechanical Analysis*) ou o DMA (*Dynamic Mechanical Analysis*).

O DSC permite medir a energia necessária para estabelecer o equilíbrio térmico entre uma amostra e um material inerte de referência. Tem como vantagens a fácil preparação das amostras e a aplicação numa vasta gama de temperaturas de sólidos a líquidos. No entanto, os resultados podem ser influenciados por erros sistemáticos baseados em calibrações incorrectas, acondicionamento e preparação deficiente das amostras ou pela referência considerada.

O método TMA baseia-se na medição das variações dimensionais em função da temperatura sendo a amostra simultaneamente carregada mecanicamente. Este processo revela uma grande dependência da preparação da amostra e possui fraca repetibilidade.

O método utilizado foi o DMA. Neste ensaio aplica-se uma tensão de natureza sinusoidal cuja amplitude se situa próxima da tensão de limite de elasticidade. Este ensaio permite medir a amplitude da tensão e da deformação e o desfasamento  $\delta$ , entre elas.

O pico da curva definida pela  $\tan \delta$  corresponde à temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) do material. A  $T_g$  também pode ser definida pelo módulo complexo que inclui o módulo da componente em fase ( $E'$ ) e o módulo da componente desfasada ( $E''$ ).

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'} \quad (3)$$

O módulo da componente em fase ( $E'$ ) indica a capacidade do material armazenar energia e está relacionada com a rigidez do material. O módulo da componente desfasada representa o calor dissipado pela amostra como resultado de movimentos moleculares e reflecte o amortecimento do material. (Figura 13) [3].

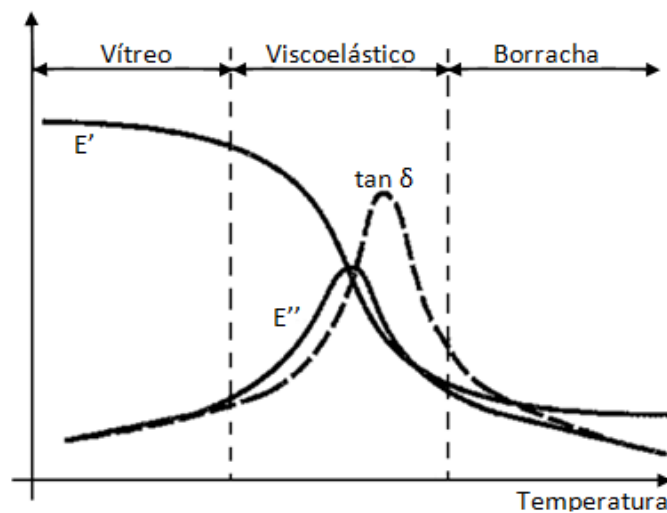


Figura 13 - Esquema da componente em fase ( $E'$ ) e desfasada ( $E''$ ) do módulo complexo e  $\tan \delta$  em função da temperatura [3].

A máquina utilizada para efectuar o ensaio DMA está apresentada na Figura 14.



Figura 14 - Máquina para efectuar o ensaio de DMA.

### 3.2.1.1 Fabrico dos provetes

O fabrico dos provetes para o ensaio de DMA foi executado recorrendo a um molde constituído por duas placas metálicas e uma folha de silicone. As placas metálicas permitem aplicar uma pressão elevada nos provetes de forma a eliminar bolhas de ar que podem estar aprisionadas no interior do adesivo. O silicone visa garantir a forma pretendida dos provetes com um bom acabamento superficial sem ser necessário recorrer a operações de maquinagem. Os provetes utilizados possuem a forma de um paralelepípedo com 10 mm de largura, 45 mm de comprimento e uma espessura de 4 mm.

Em cada molde foram efectuados três provetes, como se pode observar na Figura 15.

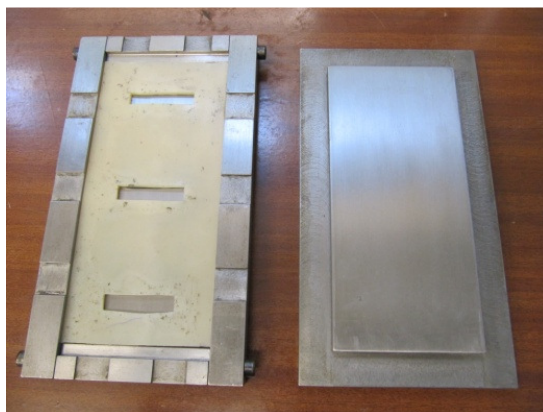


Figura 15 - Molde e estrutura de silicone para o fabrico dos provetes para o ensaio DMA.

As placas do molde metálico cujas superfícies contactam com o adesivo têm que ser previamente preparadas. Os contaminantes existentes na superfície metálica têm que ser removidos para garantir uma boa adesão do adesivo. Assim sendo, as impurezas das placas metálicas foram retiradas recorrendo a uma limpeza manual com uma lixa seguindo-se uma limpeza com acetona da superfície (Figura 16).

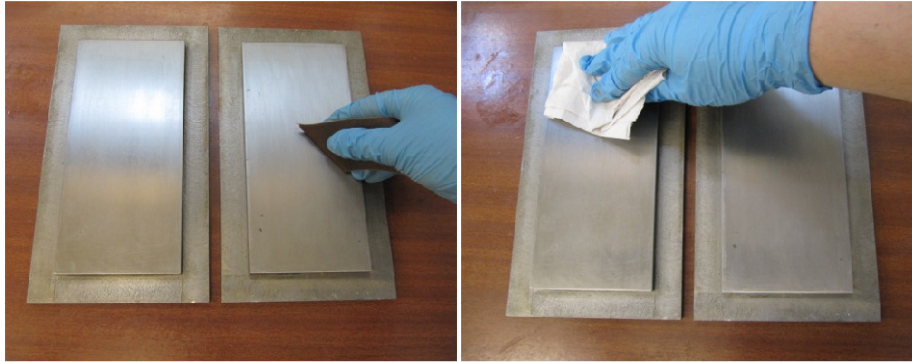


Figura 16 - Limpeza do molde com o auxílio da lixa e acetona.

Posteriormente, as placas sofreram um ligeiro aquecimento (cerca de 10 minutos a 50 °C) para permitir a aplicação do desmoldante e a sua rápida cura (Figura 17).



Figura 17 - Aplicação do desmoldante nas placas do molde.

Após a preparação da superfície é possível colocar o adesivo no molde.

Para proceder à cura do adesivo, o molde foi colocado numa prensa hidráulica de pratos quentes (Figura 18).



Figura 18 - Prensa hidráulica de pratos quentes.

### 3.2.2 ENSAIO DE TRACÇÃO DE PROVETES MACIÇOS

O ensaio de tracção de provetes maciços determina as propriedades de tracção de um adesivo onde os provetes de ensaio têm a forma de um “osso de cão” (Figura 19), segundo a norma **EN ISO 527-2**.

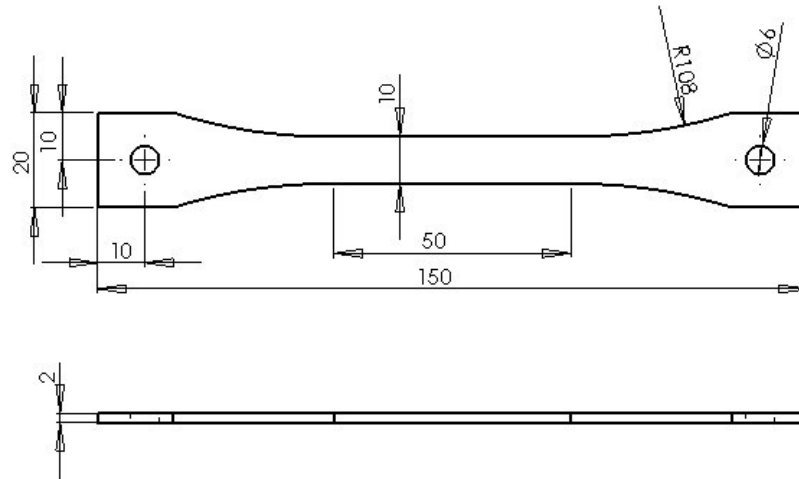


Figura 19 - Geometria dos provetes para ensaios de tracção (dimensões em mm).

#### 3.2.2.1 Fabrico dos provetes

O provete da figura anterior é produzido entre duas placas metálicas de um molde com uma estrutura de silicone (Figura 20).

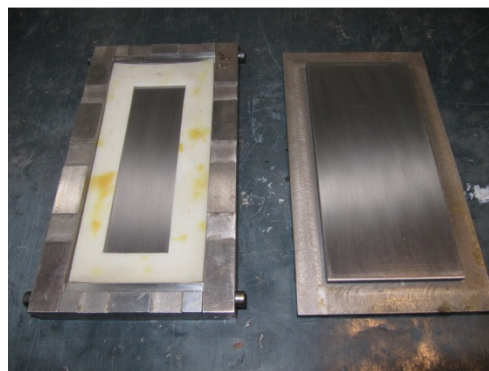


Figura 20 - Molde e estrutura de silicone para confecção de provetes.

As placas metálicas garantem a aplicação de uma pressão elevada sobre o adesivo de forma a eliminar os defeitos que podem existir por concentração de

bolhas de ar no adesivo. A estrutura de silicone assegura a forma final da placa de adesivo criando um bom acabamento superficial. As superfícies de contacto do molde com o adesivo foram previamente lixadas e limpas com acetona.

Após a limpeza inicial procedeu-se a um aquecimento rápido das placas para posterior aplicação do desmoldante.

Como é possível verificar na Figura 20, o molde utilizado na confecção dos provetes para o ensaio de tracção de provetes maciços e o molde para o ensaio DMA é o mesmo. Assim sendo, a preparação do molde para os dois casos é igual.

A placa de adesivo depois de curar terá as dimensões do orifício do molde de silicone com 150 mm de comprimento, 45 mm de largura e 2 mm de espessura (Figura 21).



Figura 21 - Placa de adesivo após cura.

Após a obtenção das placas de adesivo os provetes para o ensaio foram obtidos por maquinagem seguindo a forma de “osso de cão” apresentada na Figura 19. Cada placa efectuada permite a obtenção de dois provetes para o ensaio de tracção de provetes maciços (Figura 22).



Figura 22 - Provetes para o ensaio de tracção de provetes maciços.

### 3.2.2.2 Procedimento experimental

Os provetes produzidos foram testados utilizando uma máquina Autograph que continha uma câmara de teste onde é possível controlar a temperatura no seu interior (Figura 23).



Figura 23 - Máquina para ensaios de tracção de provetes maciços.

A célula de carga utilizada foi de 5 kN e foram efectuados ensaios de tracção à temperatura ambiente ( $\approx 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ),  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $125\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  a uma velocidade de ensaio de  $1\text{ mm/min}$ . As velocidades de  $1\text{ mm/min}$  e  $10\text{ mm/min}$  foram ensaiadas à temperatura ambiente,  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $125\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Na maioria das temperaturas foram testados três exemplares até à rotura e retiradas as curvas de tracção vs deformação baseadas na força e nos valores de deslocamento obtidos pelo vídeo-extensómetro.

A deformação sofrida pelo provete durante o ensaio foi definida utilizando um vídeo-extensómetro ME46 (Figura 23) cujo comprimento inicial foi de  $50\text{ mm}$ . Para definir esse comprimento inicial foram traçadas linhas de cor branca (Figura 22).

O provete é fixo por duas garras cuja função é segurar o provete para este não se deslocar durante o ensaio. O ensaio foi realizado até se atingir a rotura do adesivo (Figura 24).

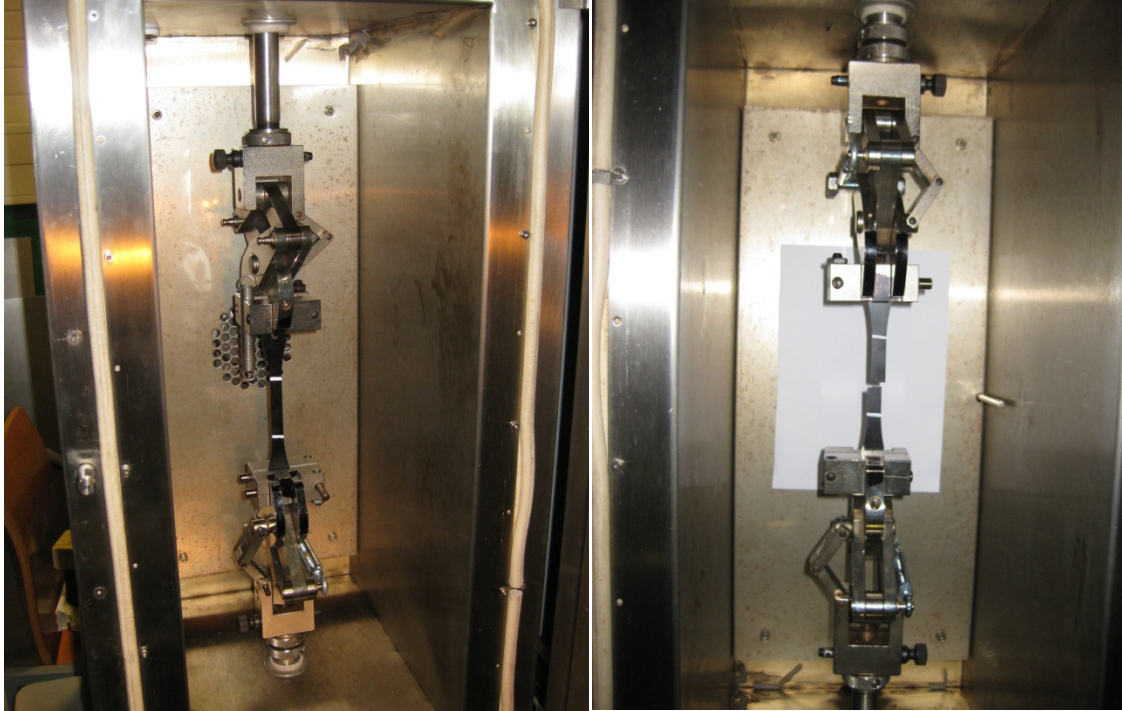


Figura 24 - Disposição do provete de ensaio de tracção antes e após a rotura.

---

### 3.2.3 TAST - *THICK ADHEREND SHEAR TEST*

---

O ensaio TAST é um dos ensaios mais utilizados para a obtenção das propriedades de corte dos adesivos pela facilidade de realização dos provetes e de dispositivos de ensaio.

Este ensaio segue a norma **ISO 11003-2.2** e a **ASTM D3983** e consiste na ligação adesiva de dois substratos metálicos, espessos e com elevada rigidez de forma a não provocar flexão dos substratos, conseguindo assim sujeitar o adesivo a esforços de corte. O estado de tensão predominante é o corte mas existem tensões de arrancamento mínimas nos extremos da ligação adesiva.

A norma ISO propõe a colagem de duas placas metálicas obtendo assim uma estrutura *sandwich*. Depois da cura do adesivo procede-se ao corte dos provetes. Neste método são colocados calços entre as superfícies de metal para definir a espessura do adesivo. Os passos de confecção dos provetes estão descritos na Figura 25.

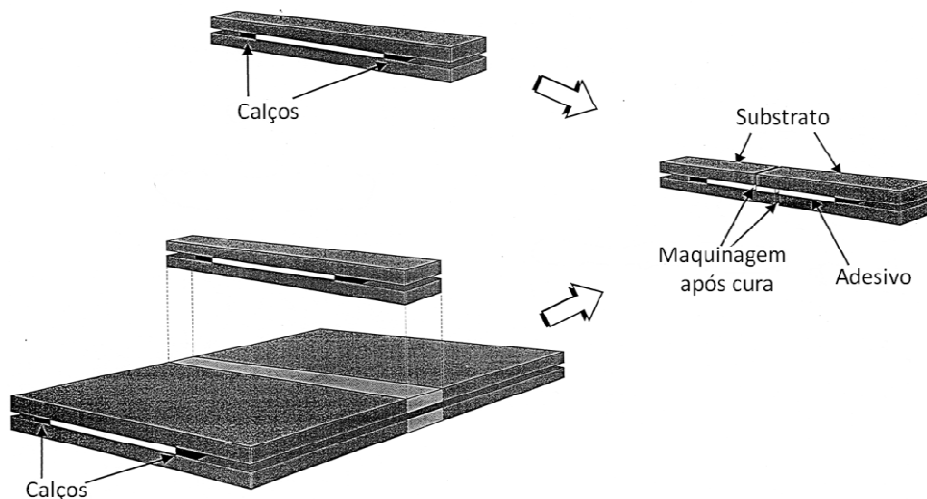


Figura 25 - Provetes TAST obtido de uma estrutura *sandwich* [20]

Apesar do método proposto pela norma ser um método para grandes volumes de produção e indicado para adesivos em filme, introduz uma série de incertezas ao modelo tais como, a incapacidade de ser usada refrigeração nas operações de maquinagem para não modificar as propriedades do adesivo e o corpo de prova não poder ser utilizado novamente.

De forma a ultrapassar estes obstáculos outro método alternativo foi criado. Neste método o substrato é maquinado antes da ligação adesiva ser efectuada e é colocado num molde que contém pinos que garantem o alinhamento do provete. Este método de confecção de provetes foi utilizado neste projecto com as dimensões da Figura 26.

### 3.2.3.1 Fabrico dos provetes

Os substratos de aço utilizados tinham 110 mm de comprimento, 25 de largura e 12 de espessura (Figura 26).

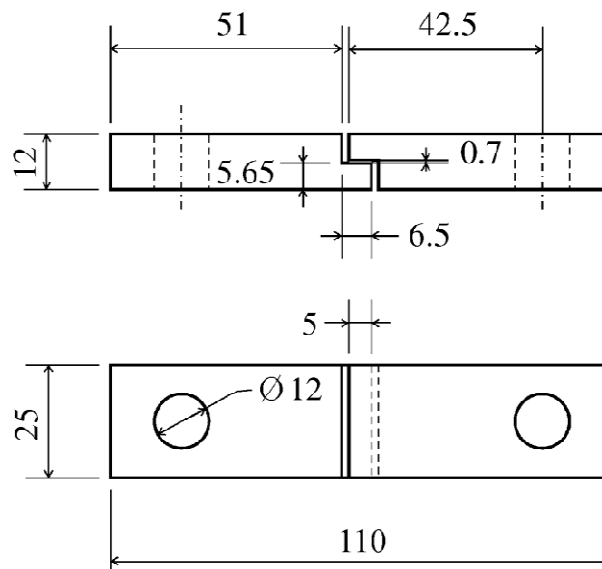


Figura 26 - Geometria dos provetes para o ensaio TAST [19].

Nos provetes de ensaio são inseridos dois calços de 1,5 mm de espessura cada entre os substratos. Estes calços aplicam-se depois do adesivo e antes de se iniciar o processo de cura do adesivo e permitem garantir o posicionamento e distanciamento correcto do adesivo e substratos (Figura 27). São removidos antes de executar o ensaio.



Figura 27 - Posicionamento dos calços nos provetes para o ensaio TAST.

A superfície da junta foi grenalhada e posteriormente limpa com acetona de modo a retirar todas as partículas de pós abrasivos que poderiam ter ficado na superfície da junta adesiva.

Os grãos de grenalha utilizados foram observados no microscópio electrónico (SEM – *Scanning Electron Microscopy*) para analisar a sua composição química e tamanho (Figura 28).

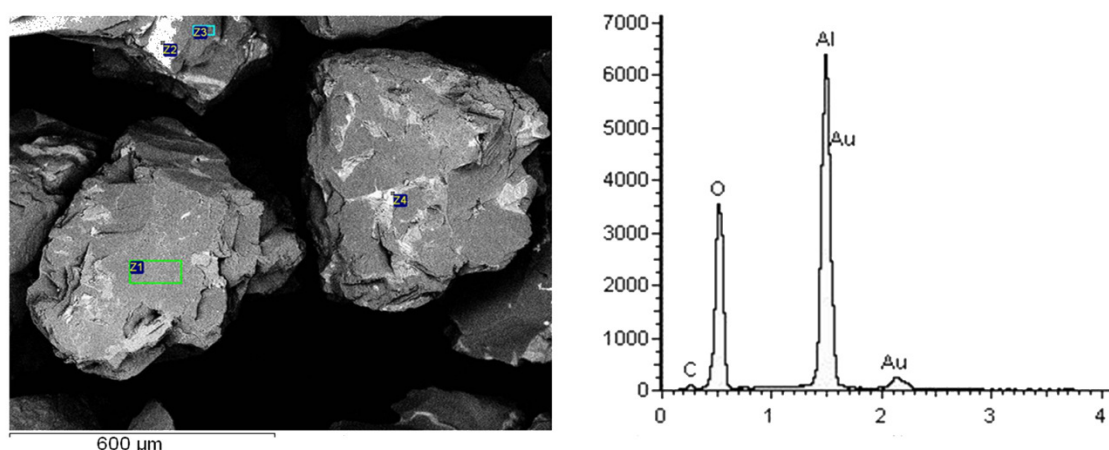


Figura 28 - micrografia e espectro da composição do grão da grenalha.

Assumindo que os grãos de grenalha são aproximadamente regulares e pela microscopia retirada, pode-se concluir que o grão da grenalha tem aproximadamente 600  $\mu\text{m}$  de tamanho. Quanto à sua constituição química devido ao pico de alumínio e oxigénio os grãos da grenalha podem ser de alumina ou *Corundum* (forma cristalizada do óxido de alumínio).

Após a colocação do adesivo e do fabrico dos provetes, estes foram inseridos num molde com um espaçamento específico que permite um alinhamento correcto com os pinos que o molde possui (Figura 29).

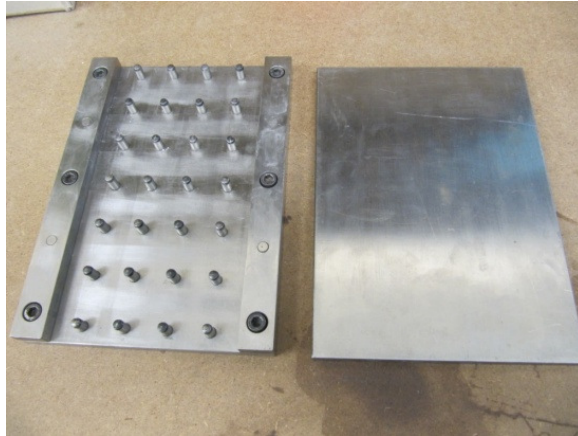


Figura 29 - Molde para ensaio TAST.

Posteriormente, o molde e os provetes foram colocados na prensa hidráulica de pratos quentes para ser efectuada a cura do adesivo (Figura 30).

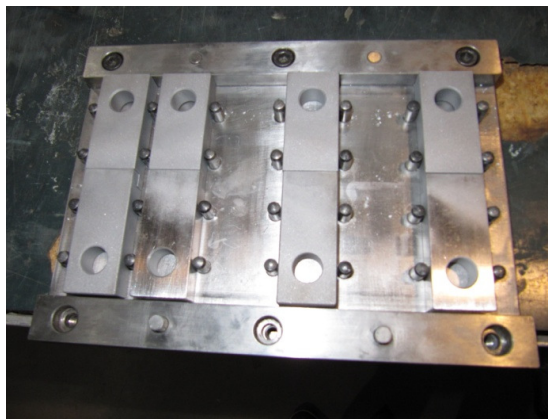


Figura 30 – Colocação dos provetes no molde.

### 3.2.3.2 Procedimento experimental

Os ensaios de corte foram realizados à temperatura ambiente na máquina servo hidráulica MTS, modelo 312.31 (Figura 31). Os ensaios foram efectuados a uma velocidade de ensaio de 0,1 mm/min. A célula de carga usada foi de 250 kN.

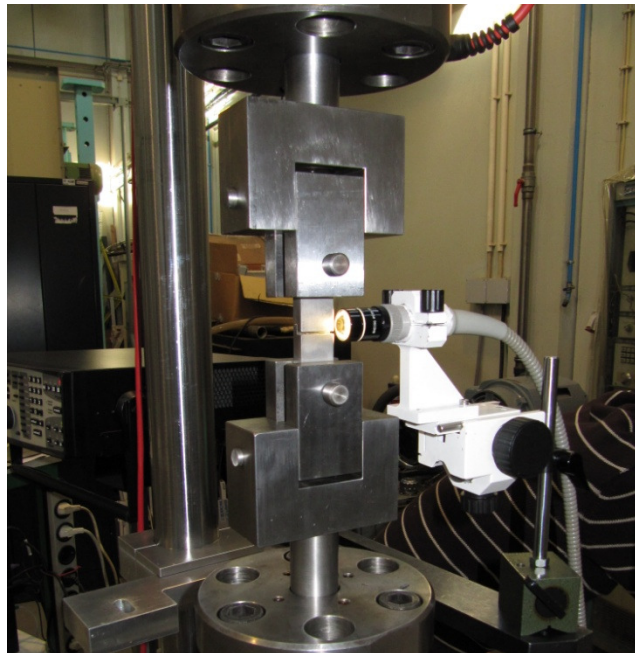


Figura 31 - Máquina utilizada para o ensaio TAST.

Os provetes foram fixos na máquina por intermédio de duas garras juntamente com um pino em cada uma das garras de modo a conferir a fixação, o alinhamento necessário de forma a reduzir o momento provocado pelo ensaio.

O deslocamento do provete durante o ensaio foi medido de duas formas distintas. Foi utilizado um extensómetro MTS de 25 mm de comprimento inicial que se encontrava acoplado ao provete de prova e um vídeo microscópico que não entra em contacto com a amostra filmando a superfície da junta durante todo o ensaio (Figura 32) [19].

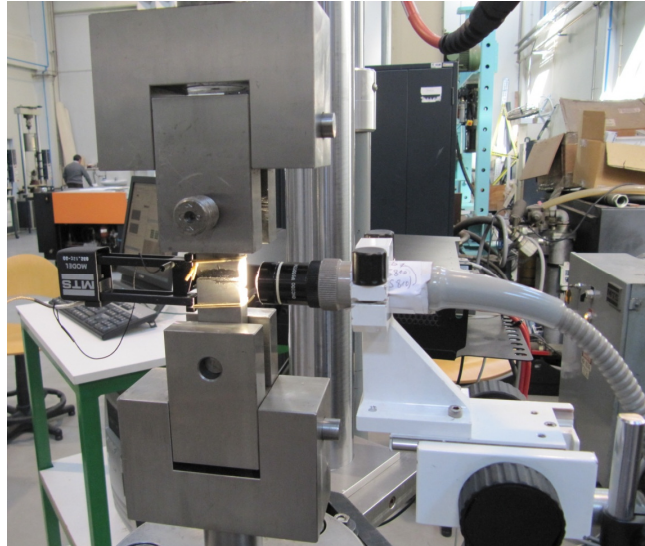


Figura 32 - Extensómetro e vídeo microscópico para medição da deformação do provete.

No método do vídeo microscópico é filmada a zona da junta para posterior análise (Figura 33). Para diferentes momentos é medida a posição de dois pontos de referência de forma a retirar a deformação que ocorre durante o ensaio no adesivo.

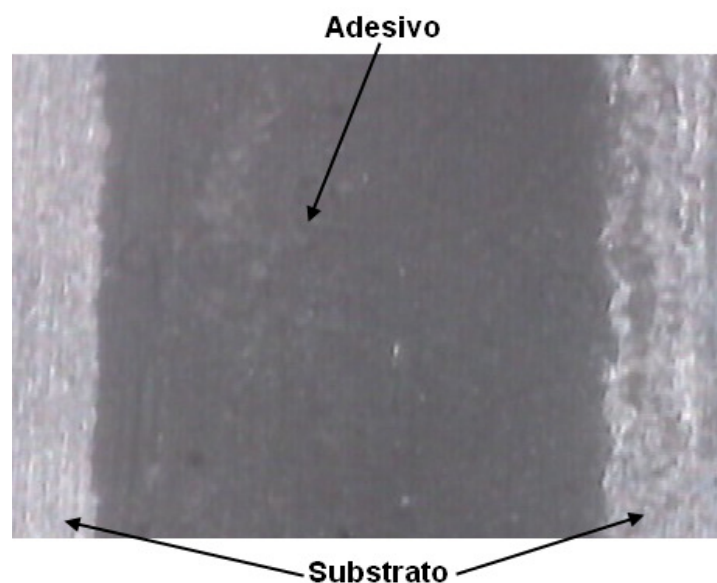


Figura 33 - Representação da imagem retirada por vídeo microscópico.

O método de medição por extensómetro não mede unicamente a deformação do adesivo mais sim a do adesivo juntamente com o substrato necessitando assim de uma correcção à medição efectuada. A deformação existente no substrato pode ser desprezada em adesivos flexíveis mas deve ser tomada em consideração em adesivos frágeis. Na opção do vídeo microscópico o deslocamento

é medido apenas no adesivo pelo método desenvolvido em [19] onde é possível calcular o deslocamento entre dois pontos da junta adesiva e o campo de deslocamento total pela transformada de Fourier de forma a extrair a deformação sofrida unicamente pelo substrato.

### 3.2.4 JUNTA DE SOBREPOSIÇÃO SIMPLES

As aplicações adesivas existentes são muitas vezes em condições de sobreposição de substratos. O ensaio de tracção numa junta de sobreposição simples visa representar essa geometria de uma forma simples, barata e fácil de testar em máquinas convencionais. Este ensaio é um dos métodos mais comuns para caracterizar uma junta adesiva e é regulado pelas normas **ASTM D1002**, **ISO 4587** ou similares.

Devido à geometria do provete (Figura 34), existe um desalinhamento das forças de tracção mesmo quando são colocados reguladores de espessura nos locais de amarração. No entanto este ensaio pode ser utilizado para comparação com estudos anteriores desde que os restantes parâmetros sejam sempre uniformes.

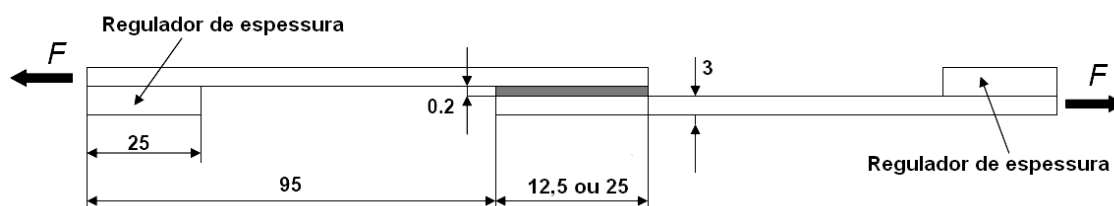


Figura 34 - Geometria do provete para o ensaio de tracção.

No ensaio em junta de sobreposição simples pode-se calcular a tensão média de corte nas juntas pela Equação (1). No entanto, a tensão média de corte obtida recorrendo a esta expressão não equaciona a deformação dos substratos, o que em substratos de alumínio introduz erros significativos. Assim, o cálculo da tensão média de corte dificilmente permite retirar alguma propriedade intrínseca do adesivo ou da própria junta a não ser em alguns casos de adesivos flexíveis e dúcteis onde a tensão de corte média calculada no ensaio é aproximadamente igual à tensão ao corte do adesivo. Durante o ensaio de tracção e antes da rotura do material é também possível verificar uma deformação não desprezável no substrato devido à não linearidade geométrica e material existente. As limitações encontradas no ensaio em junta de sobreposição simples têm vindo a ser reduzidas com o aparecimento de novas geometrias de ensaio no entanto a junta de sobreposição simples continua a ser amplamente utilizada devido à sua simplicidade de execução.

### 3.2.4.1 Fabrico dos provetes

#### *Substratos*

Os substratos utilizados escolhidos foram de alumínio para simular o material utilizado na fuselagem da nave espacial. O alumínio utilizado foi o AW6082-T651 onde foi possível retirar a curva de tracção (Figura 35) após terem sido efectuados os ensaios de tracção para três exemplares.

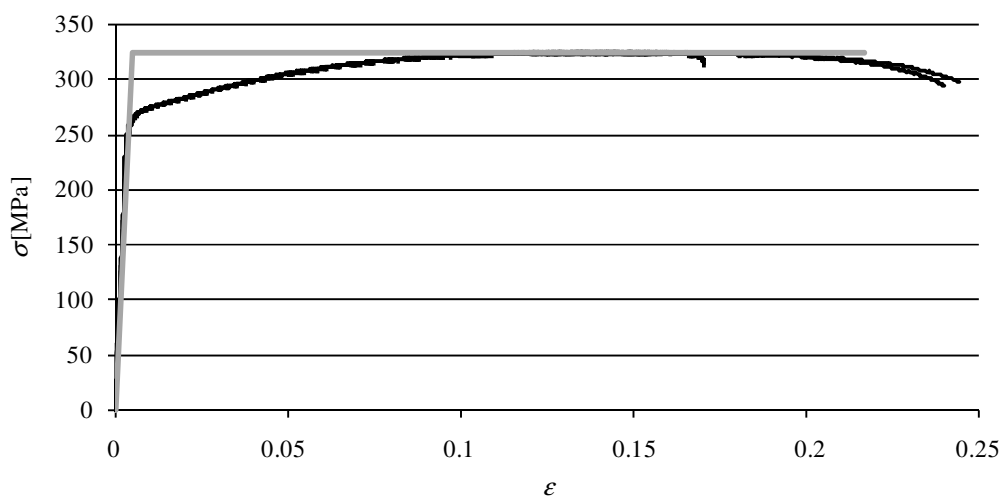


Figura 35 - Curva de tracção do alumínio AW6082-T651 e a respectiva aproximação linear.

O alumínio utilizado possui um módulo de Young de  $70 \pm 0.8$  GPa e tensão de rotura de  $261.7 \pm 7.7$  MPa. A aproximação linear da curva de tracção é utilizada para efectuar a caracterização dos substratos no método dos elementos finitos.

De forma a preparar a superfície dos substratos para a ligação adesiva foi necessário utilizar um processo passivo mecânico (grenalhagem) e a posterior limpeza com acetona. O processo de grenalhagem em substratos de alumínio pode introduzir deformações na estrutura do substrato. Assim sendo a pressão é utilizada uma pressão inferior (4bar) à pressão máxima usada para a grenalhagem (6bar). De forma a verificar se o acabamento superficial é influenciado pelas duas condições de pressão recorreu-se novamente a uma análise no microscópio electrónico (FIGURA 36) onde foi possível verificar que a superfície grenalhada à pressão máxima introduzir um maior desnível na superfície do substrato mas não se pode considerar uma alteração que influencie os resultados obtidos.

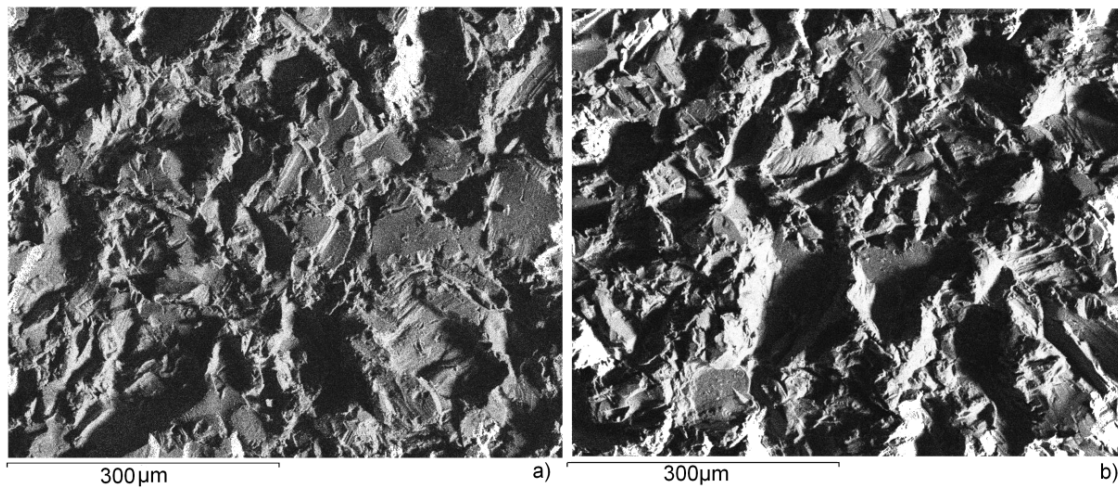


Figura 36 – Micrografia da superfície grenalhada. a) pressão de 4 bar e b) pressão de 6 bar. (x200)

O molde utilizado foi limpo com o auxílio de uma lixa e posteriormente com acetona. Seguidamente procedeu-se ao aquecimento do molde (10 minutos a 50 °C) para a aplicação do desmoldante (Figura 37).

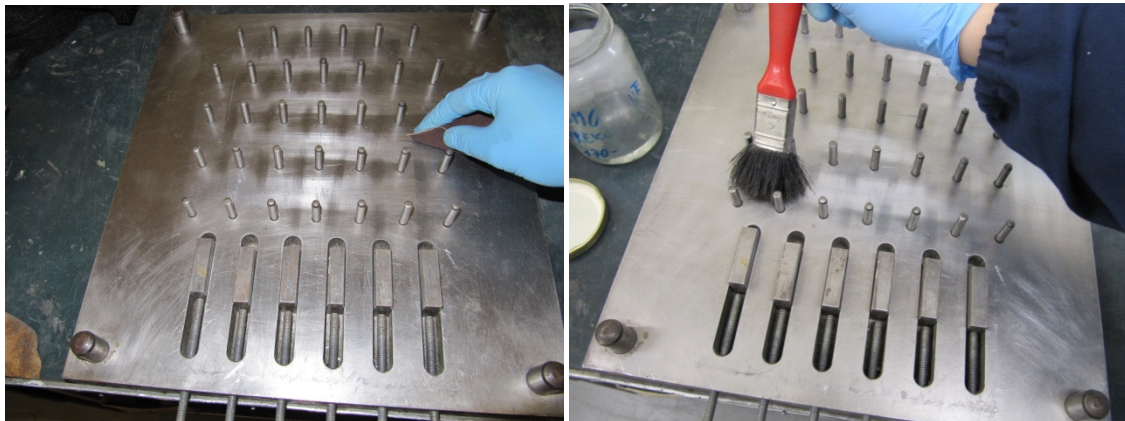


Figura 37 - Preparação do molde para juntas de sobreposição simples.

Após a preparação e limpeza do molde e substratos, é possível colocar o adesivo no comprimento de sobreposição pretendido. Os pinos existentes no molde permitem garantir o alinhamento da junta (Figura 38).

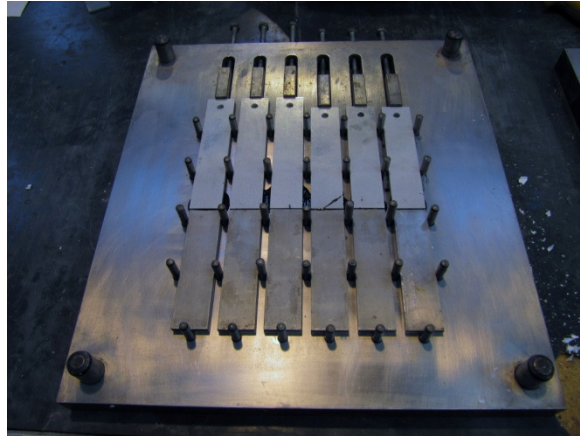


Figura 38 - Colocação das juntas de sobreposição simples no molde.

São utilizados calços no molde para garantir a espessura uniforme do adesivo (Figura 39).

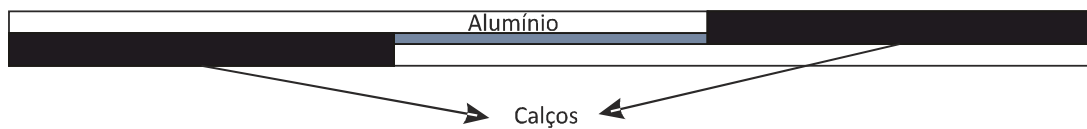


Figura 39 - Utilização dos calços para manter a espessura do adesivo.

Após o processo de cura, o excesso de adesivo nos lados laterais é cuidadosamente removido.

### 3.2.4.2 Procedimento experimental

Os ensaios foram realizados à temperatura ambiente utilizando a máquina servo hidráulica MTS 312.31. A célula de carga foi de 250 kN e a velocidade de ensaio foi de 1 mm/min (Figura 40).

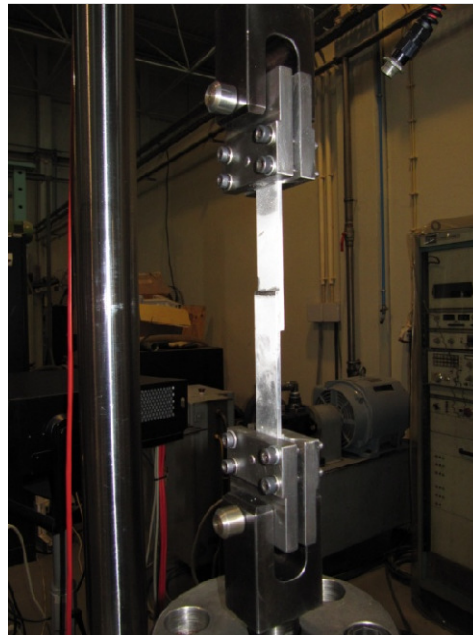


Figura 40 - Ensaio de tracção de juntas de sobreposição simples.

Durante o procedimento foram registadas a força e o deslocamento de forma a produzir posteriormente a curva característica de cada ensaio efectuado.

---

### 3.2.5 ENF (*END NOTCHED FLEXURE*)

---

A mecânica da fractura e os modelos de dano coesivos têm sido usados em juntas adesivas pelas potencialidades reveladas na previsão da resistência mecânica da junta. De forma a aplicar uma abordagem da mecânica da fractura ou da mecânica do dano é necessário obter a tenacidade à fractura do material. Esta varia com o tipo de carga, ou seja, modo I, II, III ou misto. Para a determinação da tenacidade à fractura em modo II existem vários ensaios possíveis de efectuar: *End Notched Flexure* (ENF), *End Loaded Split* (ELS) e *Four Point End Notched Flexure* (4ENF). Na Figura 41 é possível visualizar os diferentes esquemas para cada um dos ensaios disponíveis.

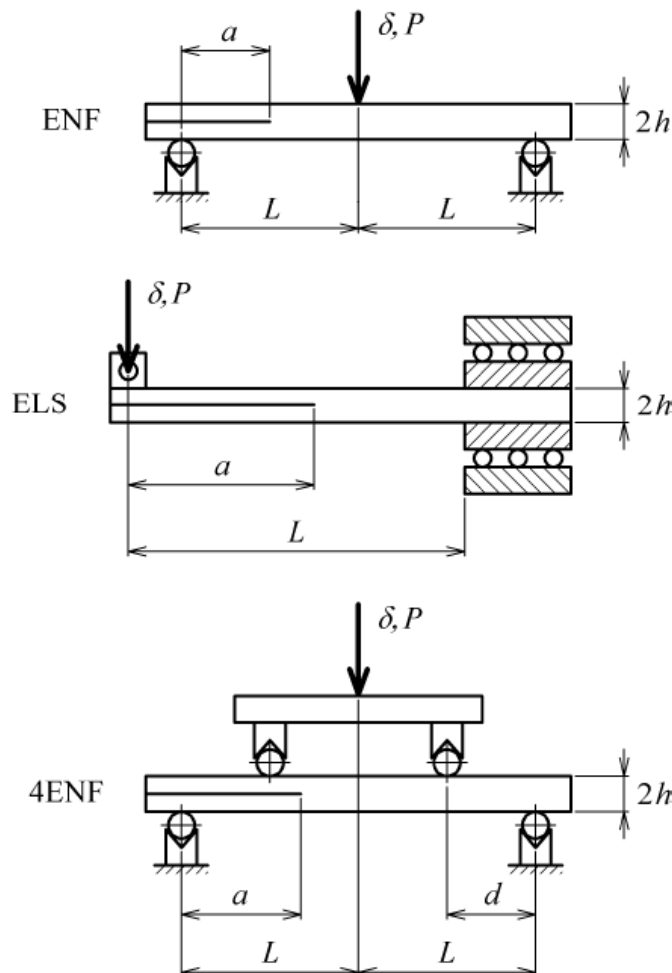


Figura 41 - Representação esquemática dos ensaios de ENF, ELS e 4ENF [3].

O ensaio ELS revela dificuldades na obtenção da taxa crítica de libertação de energia  $G_{IIc}$  relacionadas com a existência de grandes deslocamentos e sensibilidades na zona de aperto. O ensaio 4ENF necessita de um dispositivo de ensaio mais complexo e apresenta problemas relacionados com a influência do atrito na região da pré-fenda [3].

O método mais usado e mais simples de executar é o ENF onde o provete encontra-se simplesmente apoiado nas extremidades e uma carga é aplicada a meio vão causando esforços de corte no adesivo.

O principal objectivo dos ensaios ENF é definir a taxa crítica de libertação de energia em modo II ( $G_{IIc}$ ). Para obter esses resultados é necessário efectuar o tratamento de dados recorrendo a expressões analíticas.

De acordo com a equação de Irwin-Kyes, a taxa crítica de libertação de energia  $G_c$  é definida por:

$$G_c = \frac{P_c^2}{(2b)} \left( \frac{dC}{da} \right) \quad (4)$$

Onde  $C=\delta/P$  é a flexibilidade definida pelo quociente do deslocamento pela força em cada momento do ensaio,  $P_c$  é a força correspondente à propagação e  $b$  a largura da junta adesiva. Aplicando a teoria da viga e usando a Equação 7 obtém-se:

$$G_{IIc} = \frac{9P_c^2 a^2}{16b^2 E h^3} \quad (5)$$

Onde  $a$  é o comprimento da fenda durante o ensaio,  $h$  a altura dos substratos dos provetes ENF e  $E$  o módulo de Young do adesivo.

Com a Equação 5 é possível retirar a taxa crítica de libertação de energia em modo II.

Este parâmetro também pode ser calculado por aplicação directa da Equação 4 onde é necessário uma calibração prévia da flexibilidade  $C$ . Neste caso é necessário proceder a ensaios de flexão com diferentes comprimentos de fenda o que se consegue alternando a posição dos provetes nos suportes. O arranjo dos

resultados é calculado a partir do polinómio cúbico que estabelece a seguinte relação:

$$C = C_0 + ma^3 \quad (6)$$

Juntamente com a Equação 4 obtém-se a seguinte relação:

$$G_{IIc} = \frac{3ma^2P^2}{2b} \quad (7)$$

Uma das grandes dificuldades do ensaio de fractura em modo II é a medição do comprimento de fenda durante a propagação. Como a propagação ocorre junto a um dos braços do provete a visualização da fenda é difícil. Outra questão está relacionada com a zona de processo de fractura (FPZ). Esta zona corresponde a uma região de material danificado por processos inelásticos, localizada na extremidade da fenda (Figura 42). A dissipação de energia que ocorre na FPZ não pode ser desprezada o que se traduz na necessidade de considerar uma fenda equivalente ( $a_e$ ) que inclua o efeito de todos estes fenómenos.

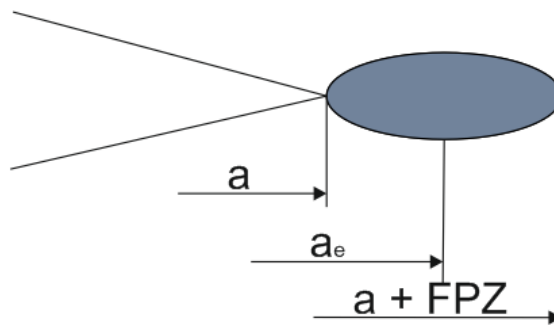


Figura 42 - Representação da FPZ e da fenda equivalente [3].

Os problemas atrás descritos limitam a eficácia das equações atrás mencionadas. Assim a resolução dos problemas de fractura tem que ser baseada na fenda equivalente que não implica a medição do comprimento da fenda durante a sua propagação. Sendo  $a_0$  o comprimento da fenda inicial e  $C_0$  a flexibilidade inicial o módulo de flexão do provete pode ser descrito pela seguinte equação:

$$E_f = \frac{3a_0^3 + 2L^3}{12I} \left( C_0 - \frac{3L}{10Gbh} \right)^{-1} \quad (8)$$

De forma a incluir o efeito da FPZ considera-se uma correcção no comprimento real. A equação de flexibilidade fica:

$$C = \frac{3(a + \Delta a_{FPZ})^3 + 2L^3}{12E_f I} + \frac{3L}{10Gbh} \quad (9)$$

Combinando a Equação 8 e a Equação 9 obtém-se:

$$a_e = a + \Delta a_{FPZ} = \left[ \left( \frac{C_{corr}}{C_{0corr}} \right) a_0^3 + 2/3 \left( \frac{C_{corr}}{C_{0corr}} - 1 \right) L^3 \right]^{1/3} \quad (10)$$

Onde  $C_{0corr}$  e  $C_{corr}$  são dados por:

$$C_{corr} = C - \frac{3L}{10Gbh}; \quad C_{0corr} = C_0 - \frac{3L}{10Gbh};$$

Substituindo o valor de  $a_e$  na Equação 5,

$$G_{IIc} = \frac{9P^2}{16b^2 E_f h^3} \left[ \left( \frac{C_{corr}}{C_{0corr}} \right) a_0^3 + 2/3 \left( \frac{C_{corr}}{C_{0corr}} - 1 \right) L^3 \right]^{1/3} \quad (11)$$

Como foi referido anteriormente, este método não requer a medição da fenda durante a propagação. Além disso fornece uma curva R em função da fenda equivalente permitindo uma clara identificação da energia de fractura da fenda.

Este método baseia-se unicamente na flexibilidade do material sendo por isso designado por CBBM (*Compliance-Based Beam Method*) [3].

### 3.2.5.1 Fabrico dos provetes

Os provetes para o ensaio são constituídos por dois substratos em aço tratado DIN 40CrMnMo7 que é um aço de alta resistência com uma tensão limite de elasticidade de 900 MPa o que permite manter o aço no seu domínio elástico durante o ensaio. As dimensões dos substratos são de 290 mm de comprimento, 25 mm de largura e 12,7 mm de altura (Figura 43). O comprimento entre apoios é de 270 mm, a fenda inicial é de 60 mm e a espessura do adesivo é de 0,2 mm.

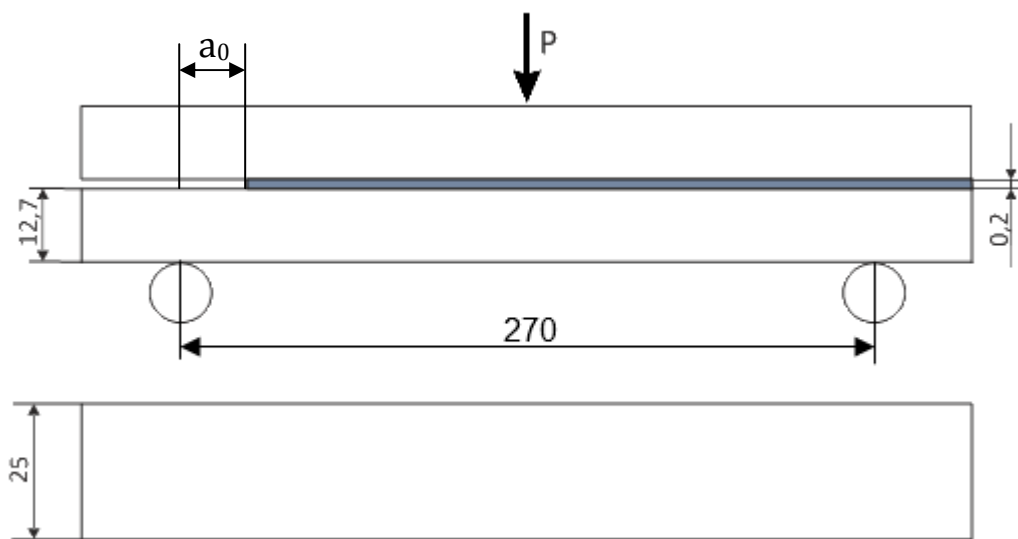


Figura 43 – Geometria dos provetes de ensaio ENF.

A superfície dos substratos foi grenalhada e posteriormente limpa com acetona antes da aplicação do adesivo. Foram inseridas fitas calibradas de 0,2 mm de espessura entre os substratos para garantir a espessura de 0,2 mm que se pretende no adesivo que foram removidas depois da cura do adesivo estar concluída (Figura 44).

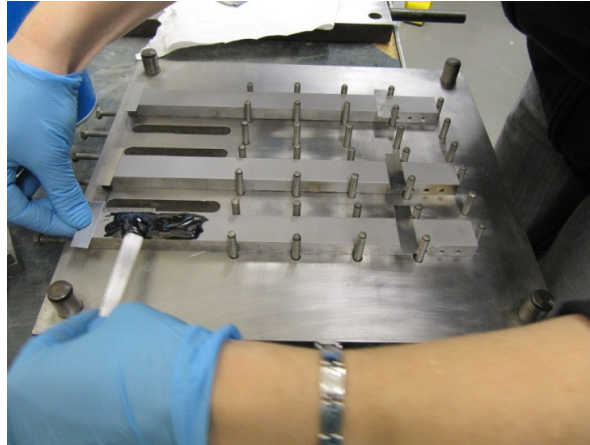


Figura 44 - Fabrico dos provetes para o ensaio de fractura ENF.

Os provetes são colocados num molde com pinos que asseguram um correcto alinhamento dos substratos. O molde utilizado no fabrico dos provetes ENF é o mesmo molde usado no fabrico de juntas de sobreposição simples. Assim sendo a preparação do molde é a mesma nos dois casos.

Depois da cura do adesivo estar concluída, adiciona-se uma régua e pinta-se a junta adesiva com líquido corrector para ser possível a medição do comprimento de fenda durante o ensaio (Figura 45).



Figura 45 - Conclusão do fabrico do provete ENF.

### 3.2.5.2 Procedimento experimental

Os ensaios de fractura em modo II foram realizados à temperatura ambiente utilizando a máquina de teste universal MTS (Figura 46). Os ensaios foram efectuados a uma velocidade de ensaio de 0,1 mm/minuto.

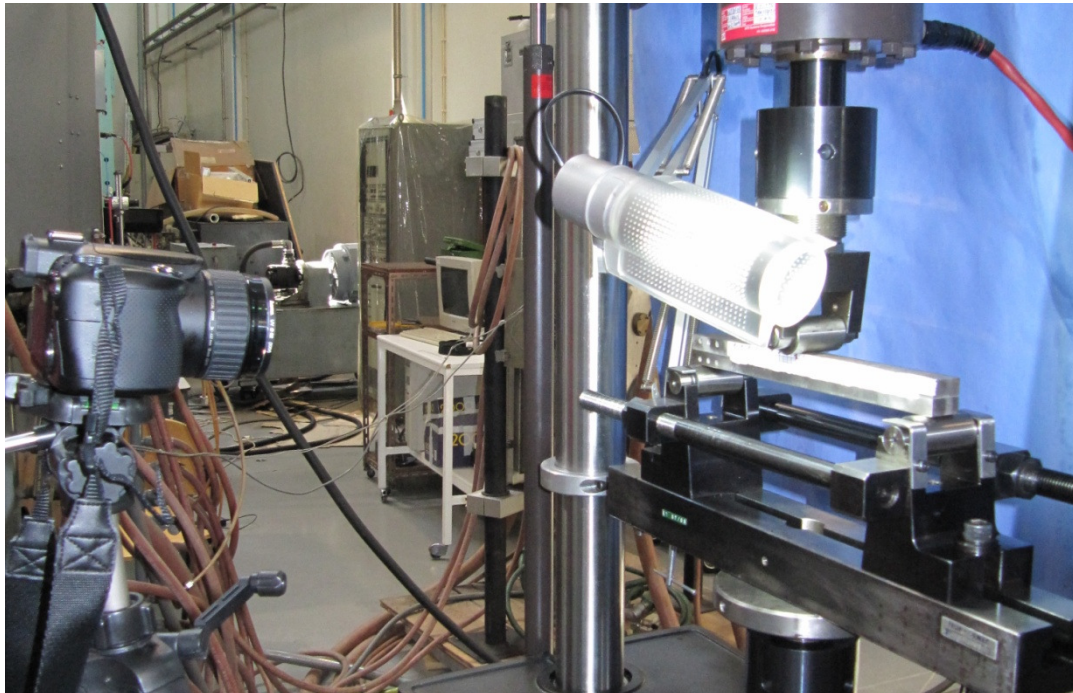


Figura 46 - Máquina utilizada para ensaios de fractura.

A curva de força vs deslocamento ( $P-\delta$ ) foi registada durante o ensaio. Foi também utilizada uma máquina de filmar para registar a propagação da fenda durante o ensaio. Tradicionalmente utilizam-se máquinas fotográficas para efectuar este registo mas como o adesivo XN1244 apresenta propriedades de um adesivo frágil corria-se o risco de numa fotografia a fenda ainda não ter iniciado e na seguinte já ocorrer a propagação completa. Assim sendo, o método utilizado permitiu visualizar a propagação gradual da fenda.

## 4. RESULTADOS EXPERIMENTAIS

### 4.1 DMA (*DYNAMIC MECHANICAL ANALYSIS*)

Os resultados obtidos no teste DMA estão apresentados na Figura 47. Este gráfico apresenta o módulo da componente em fase ( $E'$ ) do material e o ângulo de fase ( $\tan \delta$ ) em função da temperatura.

A temperatura de transição vítrea do adesivo em estudo foi retirada recorrendo à temperatura correspondente ao pico presente na curva da  $\tan \delta$ .

A temperatura de transição vítrea do adesivo XN1244 é de  **$154,7 \pm 1,2$  °C**.

Com a informação da temperatura de transição vítrea do material é possível verificar se existe alguma relação entre os resultados obtidos e a  $T_g$  do adesivo.

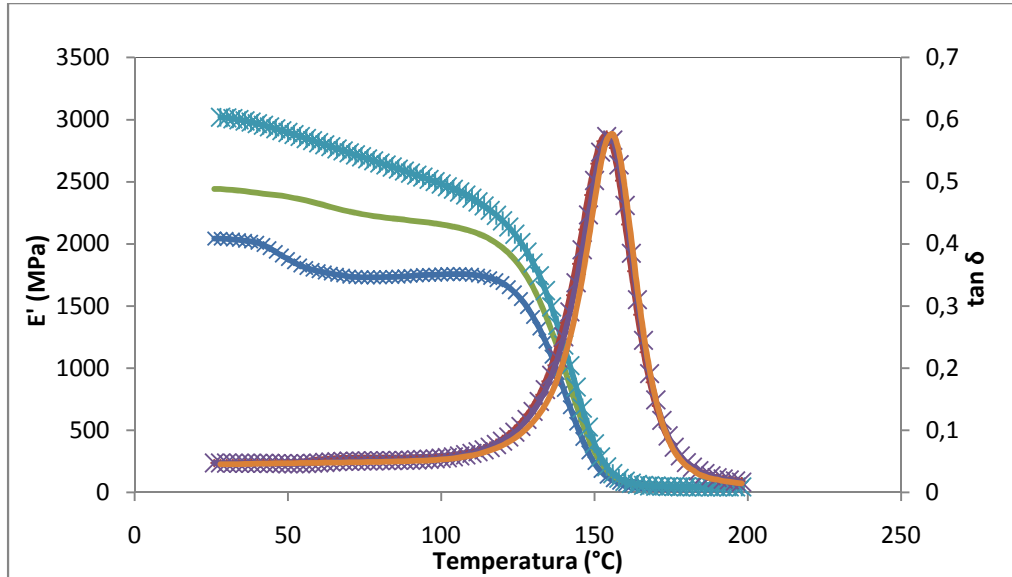


Figura 47 - Temperatura de transição vítrea do adesivo.

#### 4.2 ENSAIO DE TRACÇÃO DE PROVETES MACIÇOS

A relação entre a força retirada do ensaio e a tensão é a apresentada de seguida, onde  $\sigma$  representa a tensão,  $F$  a força em cada ponto do ensaio e  $A$  a secção do provete.

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (12)$$

De forma a retirar a deformação ( $\varepsilon$ ) através do deslocamento fornecido no ensaio utiliza-se a expressão:

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0}, \text{ onde } \Delta l = l - l_0 \quad (13)$$

Na equação apresentada  $l_0$  representa o deslocamento inicial do ensaio e  $l$  o deslocamento em cada momento do ensaio. Assim sendo  $\Delta l$  é a variação de deslocamento desde o momento inicial em cada ponto do ensaio.

### **Velocidade de ensaio de 1 mm/min**

As curvas de tensão vs deformação para os três exemplares efectuados no ensaio de tracção de provetes maciços à temperatura ambiente encontram-se na Figura 48. As restantes curvas de todos os provetes efectuados obtidas para cada temperatura e velocidade de ensaio encontram-se apresentadas nos anexos.

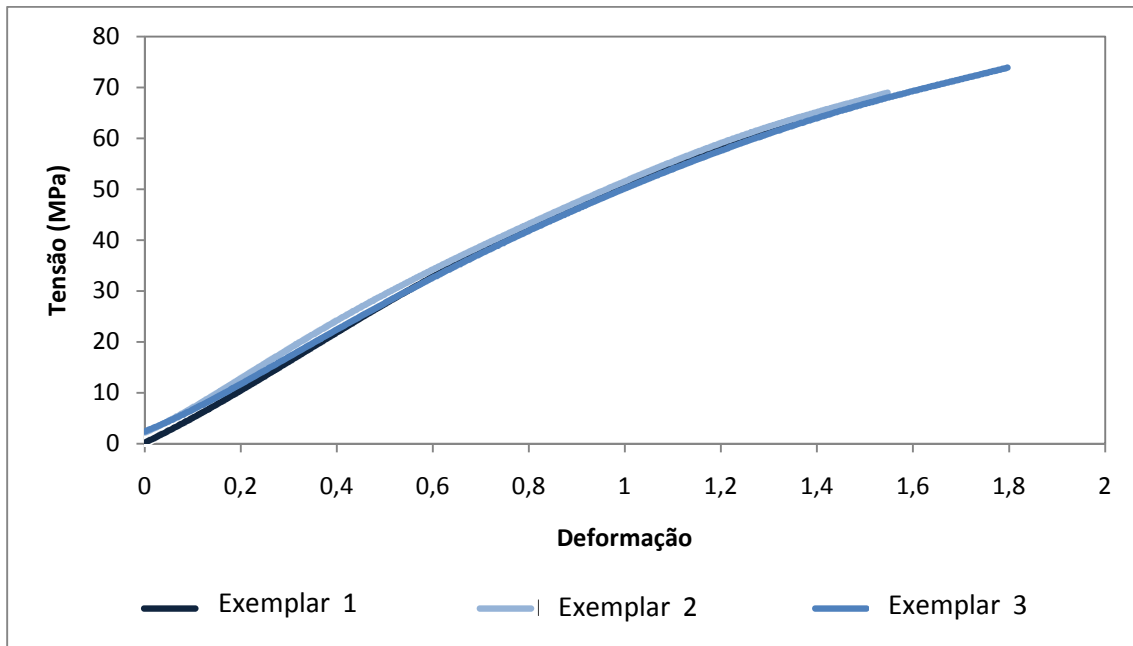


Figura 48 - Curva de tensão vs deformação para 25 °C.

Da curva representada é possível retirar várias propriedades mecânicas do adesivo, tais como, o módulo de Young e a resistência à tracção e a deformação de rotura (Tabela 2).

O módulo de Young ( $E$ ) é determinado pelo declive da recta enquanto o adesivo ainda se encontra na sua fase elástica (Figura 49).

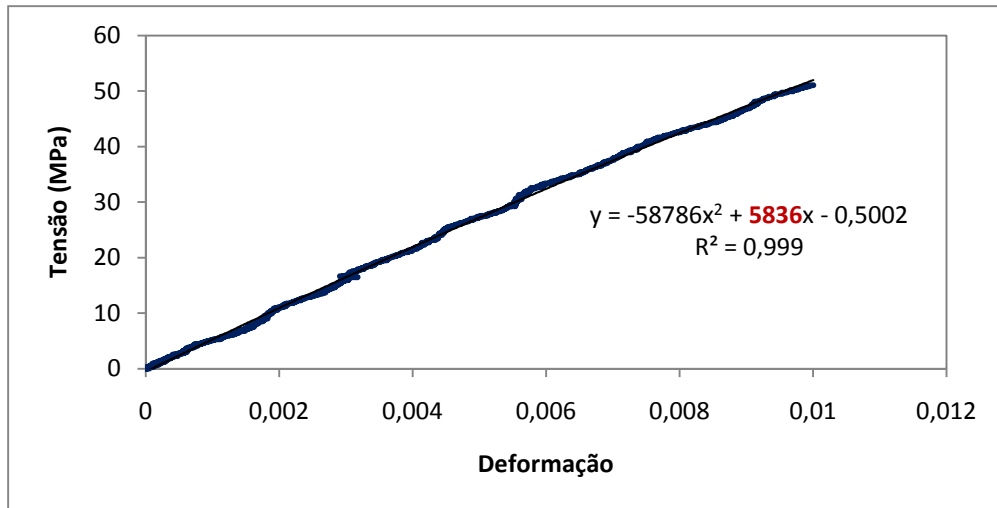


Figura 49 - Aproximação polinomial da curva de tensão vs deformação a 25 °C.

Tabela 2 - Módulo de Young, resistência à tracção e deformação de rotura a 25 °C.

| <b>Módulo de Young</b><br><b>MPa</b> | <b>Resistência à tracção</b><br><b>MPa</b> | <b>Deformação de rotura</b><br><b>%</b> |
|--------------------------------------|--------------------------------------------|-----------------------------------------|
| 5871,6 ± 331,1                       | 68,2 ± 5,1                                 | 1,56 ± 0,23                             |

O procedimento apresentado para determinar as propriedades mecânicas do adesivo à temperatura ambiente foi seguido para retirar as propriedades do adesivo em todas as temperaturas de teste.

As curvas de tracção obtidas para todas as temperaturas de ensaio para uma velocidade de ensaio de 1 mm/min encontram-se na Figura 50. Apenas uma curva representativa é mostrada para cada temperatura de ensaio.

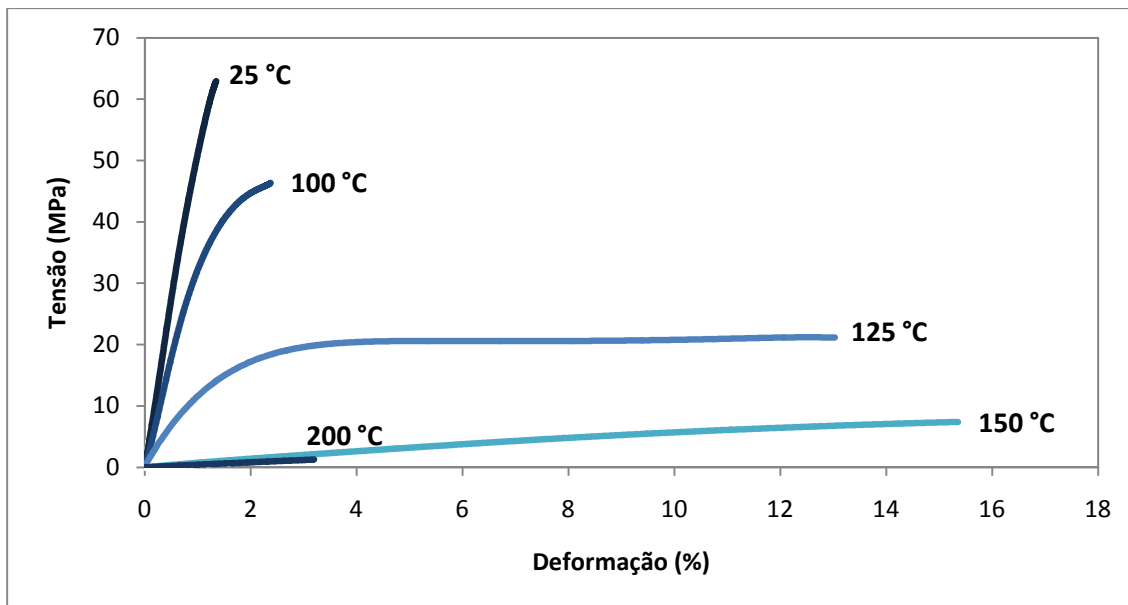


Figura 50 - Curva de tensão vs deformação para diferentes temperaturas de ensaio para a velocidade de ensaio de 1 mm/min.

Como se verifica na Figura 50, a resistência do adesivo diminui com o aumento da temperatura enquanto a ductilidade aumenta. A 200 °C as propriedades do adesivo são completamente alteradas devido ao facto de se ter ultrapassado a temperatura de transição vítrea do material. Assim sendo a curva de tracção deformação a essa temperatura propriedades mecânicas que não se podem comparar com as obtidas acima da temperatura de transição vítrea.

O módulo de Young e a resistência à tracção e a deformação de rotura para cada temperatura estão apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 – Propriedades mecânicas em função da temperatura para a velocidade de ensaio de 1 mm/min.

|               | <b>Módulo de Young (MPa)</b> | <b>Resistência à tracção (MPa)</b> | <b>Deformação de rotura (%)</b> |
|---------------|------------------------------|------------------------------------|---------------------------------|
| <b>25 °C</b>  | 5871,6 ± 331,1               | 68,2 ± 5,1                         | 1,5 ± 0,2                       |
| <b>100 °C</b> | 4466,0 ± 533,1               | 45,2 ± 3,4                         | 1,9 ± 0,4                       |
| <b>125 °C</b> | 1506,1 ± 66,4                | 21,6 ± 0,6                         | 13,6 ± 0,3                      |
| <b>150 °C</b> | 72,4 ± 13,4                  | 6,5 ± 0,9                          | 13,7 ± 1,5                      |
| <b>200 °C</b> | 46,4 ± 2,3                   | 1,4 ± 0,2                          | 3,3 ± 0,2                       |

A influência da temperatura de serviço no módulo de Young e na resistência à tracção pode visualizar-se na Figura 51. A influência da temperatura na deformação está visível na Figura 52. As Figuras 51 e 52 não incluem os dados obtidos a 200°C porque o adesivo já está a uma temperatura não adequada para o seu uso.

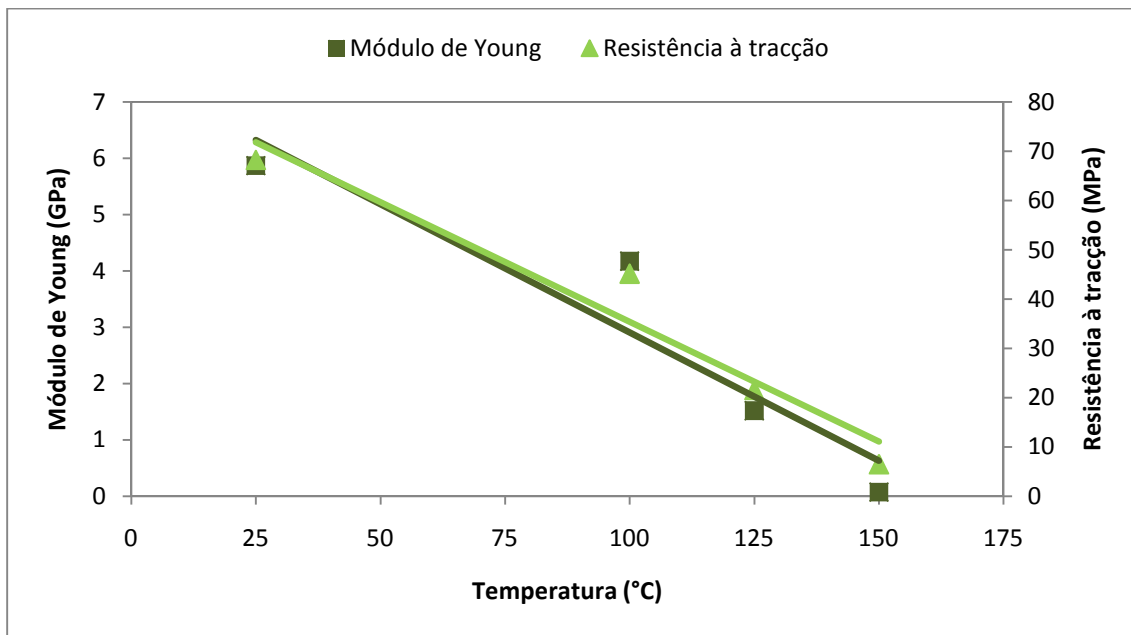


Figura 51 - Influência da temperatura no módulo de Young e na resistência à tracção do material.

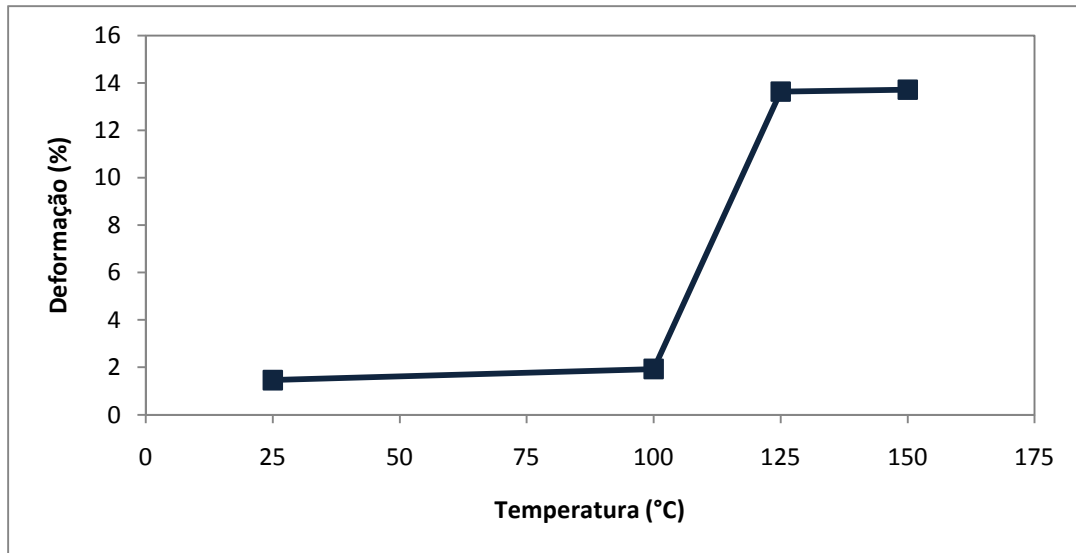


Figura 52 - Influência da temperatura na deformação de rotura do material.

Podemos então concluir que o aumento da temperatura conduz a uma diminuição do módulo de elasticidade e da resistência à tracção e a um aumento da deformação. Como se pode verificar, a resistência à tracção e o módulo de Young seguem uma tendência linear e a deformação aumenta sempre com a temperatura até ser ultrapassada a temperatura de transição vítrea. As alterações do material ao aumento de temperatura devem-se à degradação que as altas temperaturas provocam nos materiais poliméricos conduzindo a um aumento da mobilidade molecular.

É perfeitamente visível que a temperatura de transição vítrea ( $\approx 155\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) altera significativamente as propriedades mecânicas do adesivo.

### **Velocidade de ensaio de 10 mm/min**

As curvas de tensão vs deformação obtidas para as diferentes temperaturas de ensaio estão representadas na Figura 53, onde está representada apenas uma curva representativa para cada temperatura testada.

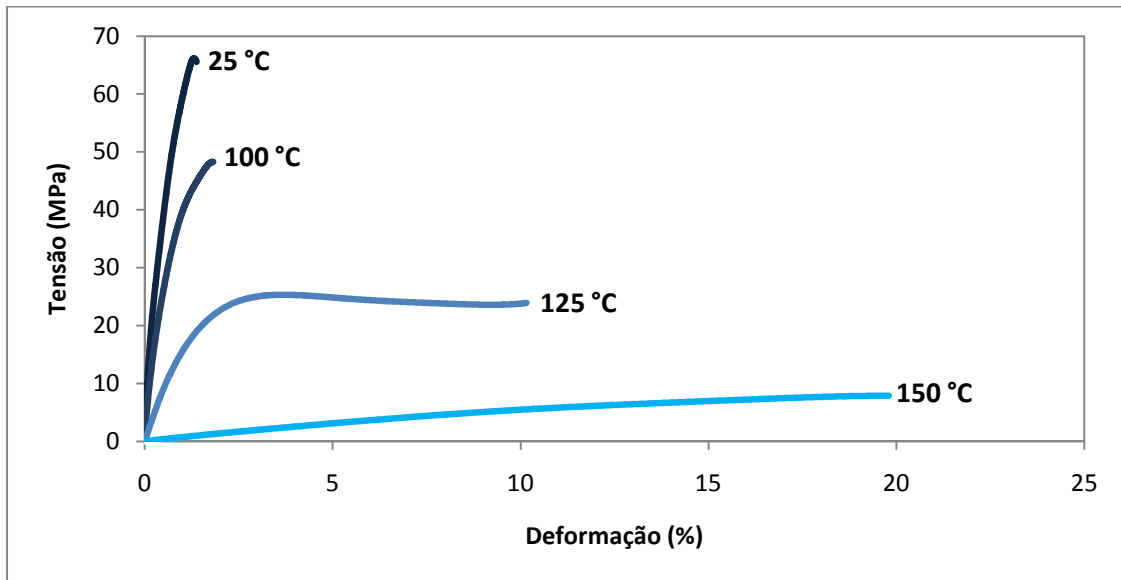


Figura 53 - Curvas de tensão vs deformação para diferentes temperaturas de ensaio para uma velocidade de ensaio de 10 mm/min.

As propriedades mecânicas em função da temperatura estão descritas na Tabela 4.

Tabela 4 - Propriedades mecânicas em função da temperatura a uma velocidade de ensaio de 10 mm/min.

|               | <b>Módulo de Young<br/>(MPa)</b> | <b>Resistência à tracção<br/>(MPa)</b> | <b>Deformação de rotura<br/>(%)</b> |
|---------------|----------------------------------|----------------------------------------|-------------------------------------|
| <b>25 °C</b>  | 8171,7 ± 686,9                   | 71,2 ± 0,8                             | 1,3 ± 0,1                           |
| <b>100 °C</b> | 5991,9 ± 238,1                   | 45,7 ± 2,5                             | 1,76 ± 0,1                          |
| <b>125 °C</b> | 2149,0 ± 206,8                   | 24,1 ± 1,6                             | 11,3 ± 0,4                          |
| <b>150 °C</b> | 82,2 ± 1,2                       | 7,9 ± 0,9                              | 19,9 ± 0,2                          |

**Velocidade de ensaio de 0.1 mm/min**

As curvas de tracção vs deformação apresentam-se na Figura 54 e seguem um comportamento semelhante ao obtido para as restantes velocidades de ensaio. As curvas apresentadas para cada temperatura são curvas representativas do comportamento do adesivo a uma determinada temperatura.

As propriedades mecânicas estão descritas na Tabela 5.

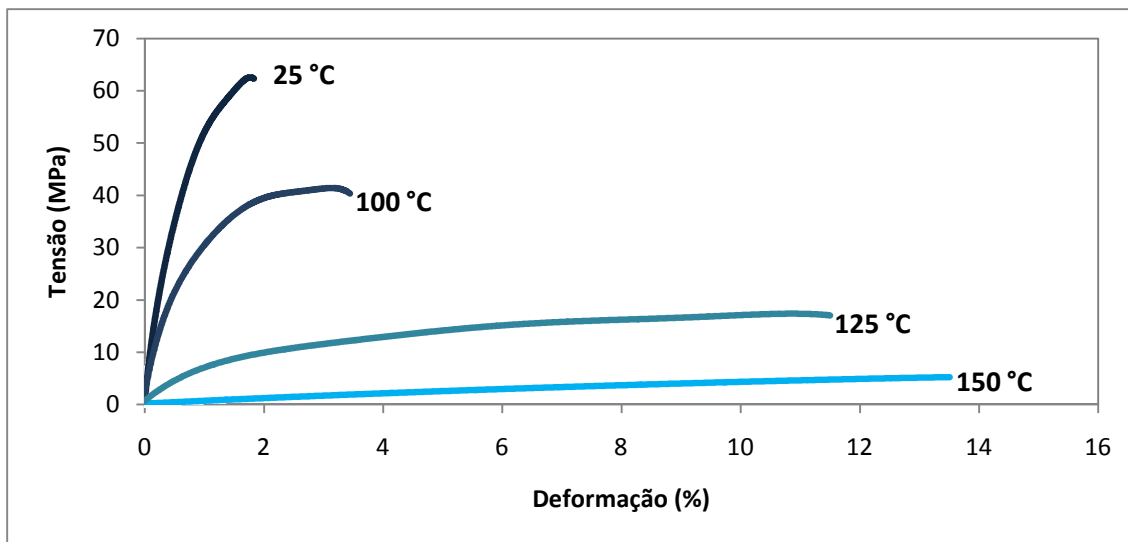


Figura 54 - Curvas de tensão vs deformação para diferentes temperaturas de ensaio para uma velocidade de ensaio de 0,1 mm/min.

Tabela 5 - Propriedades mecânicas em função da temperatura para uma velocidade de ensaio de 0,1 mm/min.

|               | <b>Módulo de Young<br/>(MPa)</b> | <b>Resistência à tracção<br/>(MPa)</b> | <b>Deformação à tracção<br/>(%)</b> |
|---------------|----------------------------------|----------------------------------------|-------------------------------------|
| <b>25 °C</b>  | 4996,3 ± 321,8                   | 60,5 ± 3,5                             | 1,5 ± 0,4                           |
| <b>100 °C</b> | 4370,3 ± 30,5                    | 37,7 ± 4,9                             | 3,2 ± 0,5                           |
| <b>125 °C</b> | 1240,9 ± 50,0                    | 18,4 ± 1,5                             | 11,3 ± 0,1                          |
| <b>150 °C</b> | 72,5 ± 1,5                       | 5,3 ± 0,5                              | 13,5 ± 0,9                          |

Como se pode verificar na Figura 55, a velocidade de ensaio influencia as propriedades mecânicas do material. Relativamente ao módulo de Young e à resistência à tracção, o aumento da velocidade de ensaio provoca um aumento das propriedades referenciadas. No que diz respeito à deformação de rotura não é possível retirar qualquer relação unicamente pela visualização deste gráfico, por isso será analisada com mais rigor posteriormente.

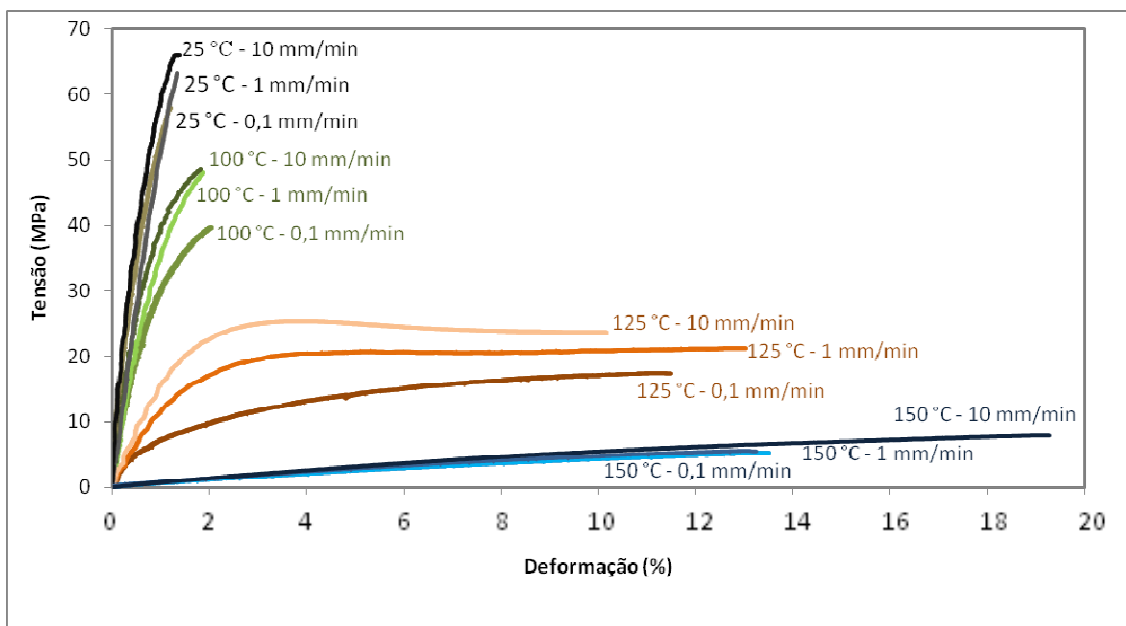


Figura 55 - Curvas de tracção para diferentes temperaturas e velocidades de ensaio.

O aumento da velocidade de ensaio conduz a um aumento da resistência à tracção seguindo uma tendência logarítmica (Figura 56). O módulo de Young demonstra um comportamento semelhante ao obtido para a resistência à tracção (Figura 57).

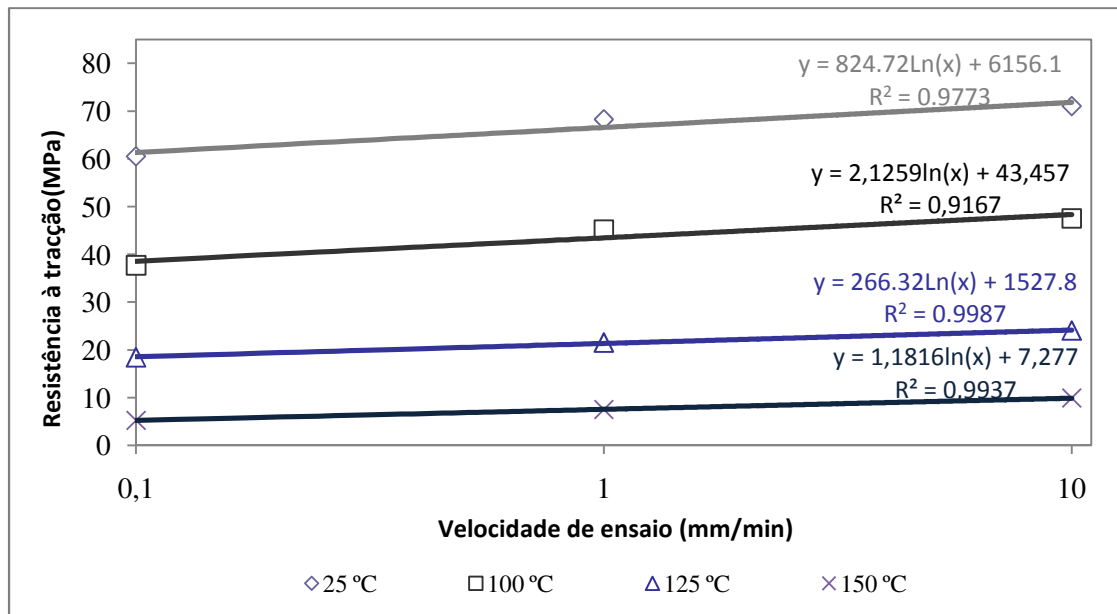


Figura 56 – Resistência à tracção vs velocidade de ensaio para diferentes temperaturas de ensaio.

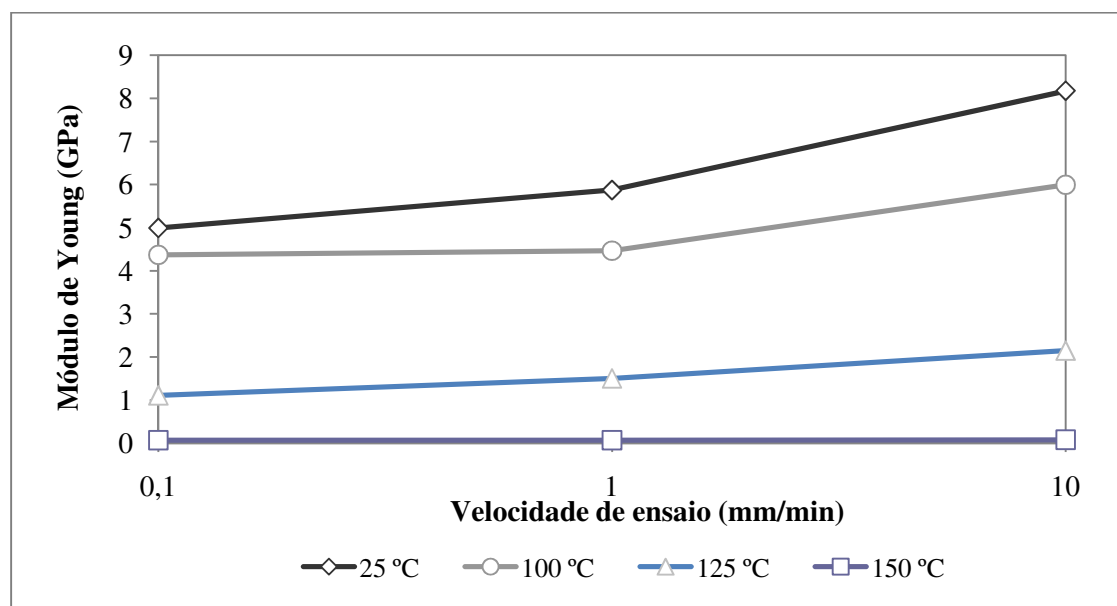


Figura 57 - Módulo de Young vs velocidade de ensaio para diferentes temperaturas.

Com se verifica na Figura 56, para a temperatura ambiente e de 100 °C a alteração da deformação de rotura com o aumento da velocidade de ensaio é reduzida. No entanto para as temperaturas mais elevadas (125 °C e 150 °C) o comportamento do adesivo contém discrepâncias (que foram alvo de análise posteriormente) que não eram esperadas numa primeira análise.

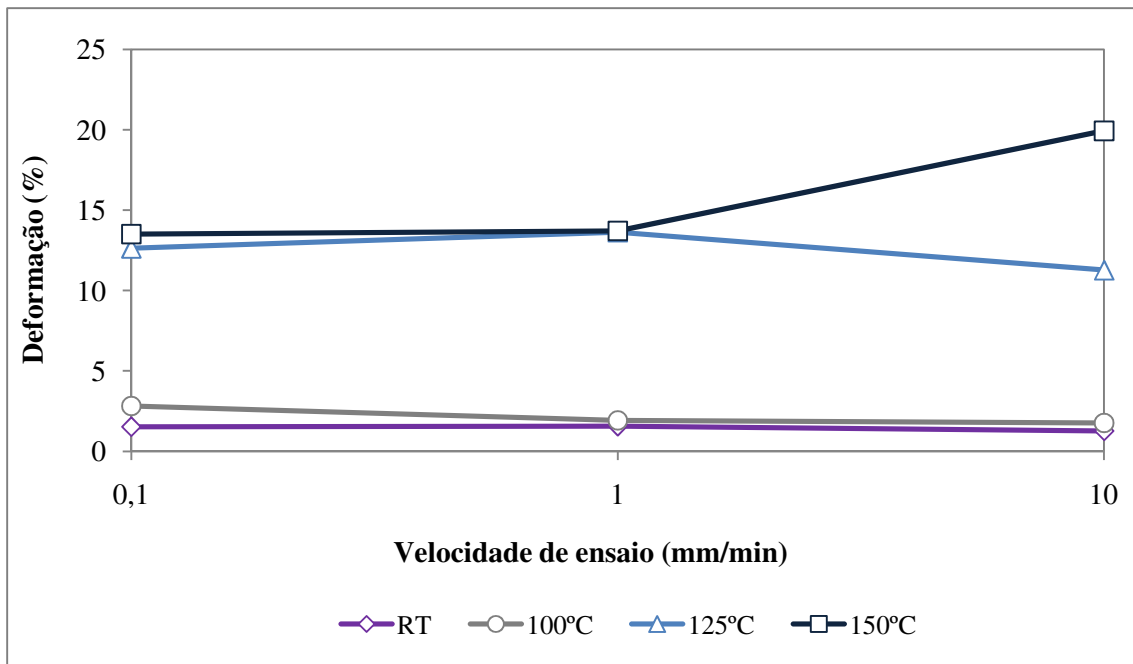


Figura 58 - Deformação de rotura vs velocidade de ensaio para diferentes temperaturas.

A resistência à tracção diminui linearmente com o aumento da temperatura de ensaio (Figura 59).

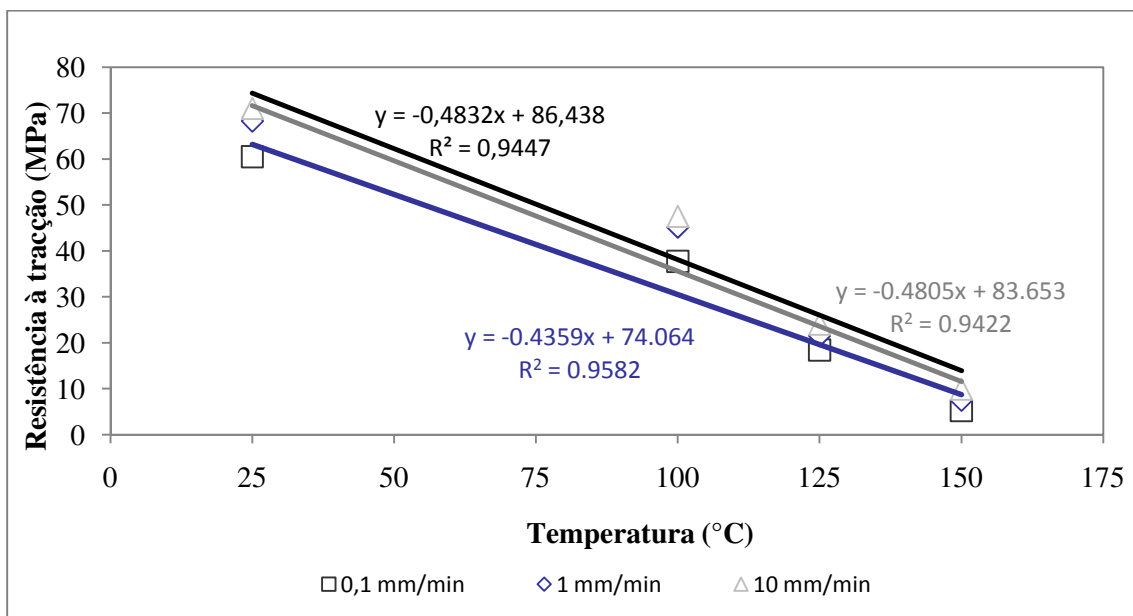


Figura 59 - Resistência à tracção vs temperatura para diferentes velocidades de ensaio.

Na Figura 60 é evidenciada um valor de deformação muito mais elevado para a temperatura de 150 °C a uma velocidade de ensaio de 10 mm/min do que nas restantes velocidades. Estas divergências de resultados não se coadunam com

os resultados esperados e obtidos para as restantes velocidades e temperaturas. Assim sendo, uma análise a efectuar posteriormente será a repetição dos ensaios de tracção de provetes maciços a temperaturas elevadas para verificar estes resultados. Após a observação das superfícies de rotura, os provetes ensaiados à temperatura de 150 °C para as velocidades de ensaio de 1 mm/min e 0,1 mm/min não se encontraram porosidades significativas. No entanto sendo o adesivo XN1244 um adesivo frágil as deformações existentes são baixas o que introduz uma maior sensibilidade a eventuais defeitos, mesmo que não visíveis macroscopicamente, que possam ter sido introduzidos no fabrico dos provetes de teste.

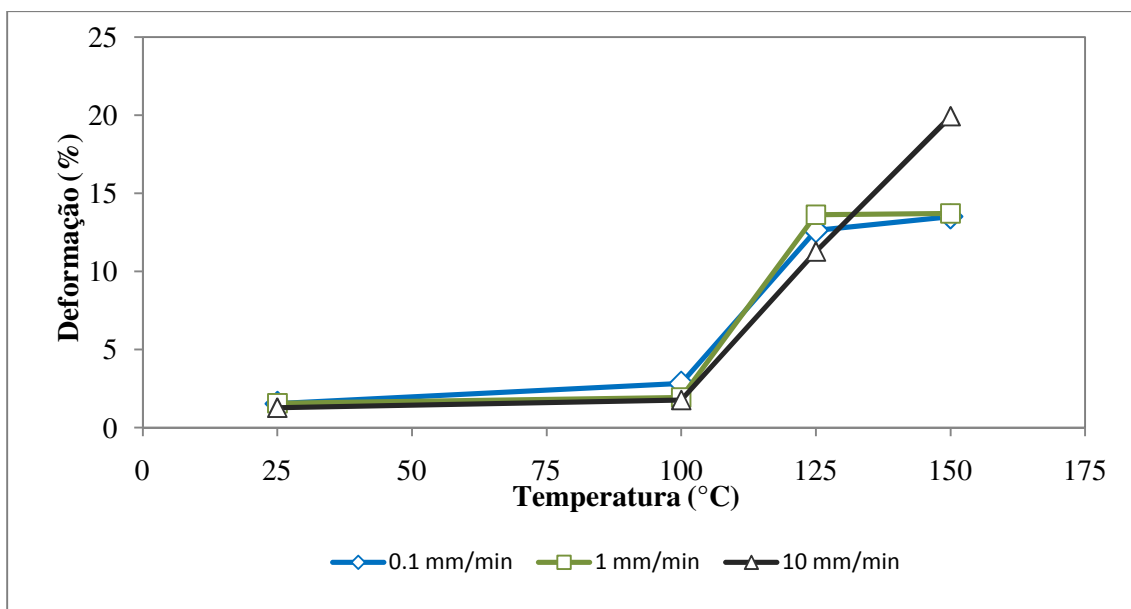


Figura 60 - Deformação vs temperatura para diferentes velocidades de ensaio.

Os resultados obtidos para a influência da temperatura e da velocidade de ensaio obtidos estão de acordo com o modelo de *Airing* [21] onde é referido que a resistência à tracção diminui linearmente com o aumento da temperatura e aumenta logarithmicamente com o aumento da velocidade de ensaio.

De acordo com o modelo referido (modelo de *Airing*), devido à variação linear e logarithmica da resistência à tracção com a temperatura e velocidade de ensaio, respectivamente, é possível escrever uma relação analítica entre os três

parâmetros em estudo (resistência à tracção -  $\tau$  em MPa, temperatura -  $T$  em °C e a velocidade de ensaio -  $\dot{\gamma}$  em mm/min) [21].

$$\tau = A_1 \left[ 1 + A_2 \left( \frac{T}{T_g} \right) \log \left( \frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_0} \right) \right] \quad (14)$$

As variáveis  $A_1$ ,  $A_2$  e  $\dot{\gamma}_0$  são as constantes do material e os valores escolhidos foram 73 MPa, 0,032, 6,5E8, respectivamente. De acordo com o modelo de *Airing* os coeficientes  $A_1$  e  $A_2$  são interpretados em termos de energia de activação e volume de activação.

A comparação entre os resultados obtidos experimentalmente e aqueles obtidos com o modelo desenvolvido para as diferentes temperaturas e velocidades de ensaio apresenta-se na Figura 61.

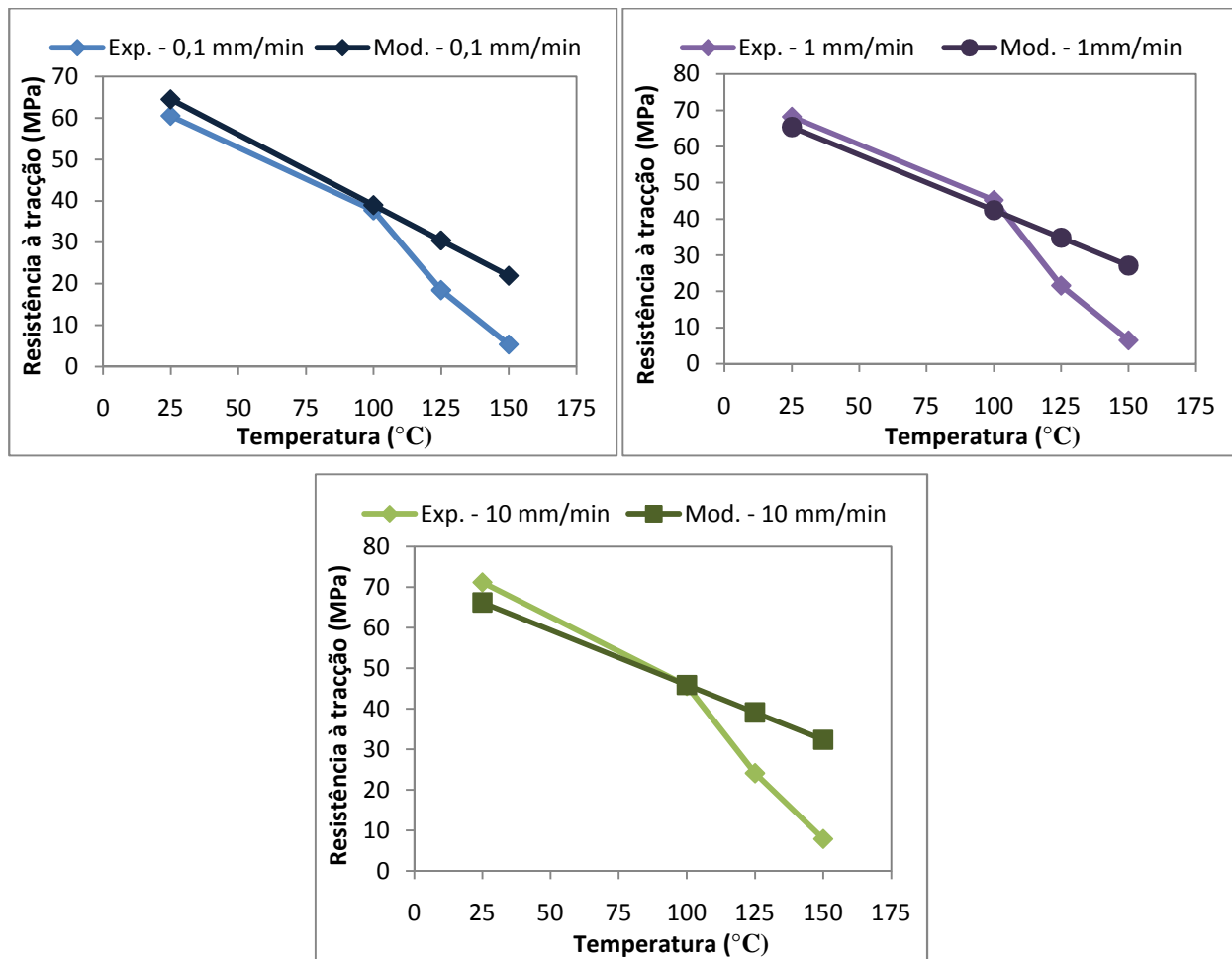


Figura 61 - Comparação dos resultados obtidos experimentalmente e pelo modelo de Airing para diferentes temperaturas e velocidades de ensaio.

O modelo apresentado aproxima-se consideravelmente dos valores obtidos para a gama de temperaturas de 25 °C a 100 °C com erros máximos de 7% relativamente aos valores obtidos experimentalmente. Para as temperaturas mais elevadas (125 °C e 150 °C) o modelo revela discrepâncias muito significativas devido à diferença de comportamento mecânico que o adesivo tem relativamente às temperaturas mais baixas.

De forma a ser possível aproximar o modelo analítico para as temperaturas mais elevadas, talvez seja necessário efectuar um novo modelo que relacione a tensão de rotura, velocidade de ensaio e temperatura para a gama de temperaturas de 125 °C a 150 °C.

### **Análise microscópica electrónica**

As superfícies de rotura dos provetes de tracção foram analisadas em microscopia electrónica de varrimento. A intenção do estudo desta análise é verificar se existe influência da temperatura e da velocidade de ensaio no tipo de rotura do adesivo. Também foram analisadas as composições químicas de diferentes zonas observadas na superfície da junta.

As amostras de adesivo foram revestidas com uma camada de ouro (Au) antes da análise no microscópio electrónico.

Na Figura 62 encontram-se as micrografias à temperatura ambiente e 125 °C. Estas temperaturas foram as escolhidas para a comparação microscópica visto serem as temperaturas que apresentam comportamentos à tracção muito distintos entre si.

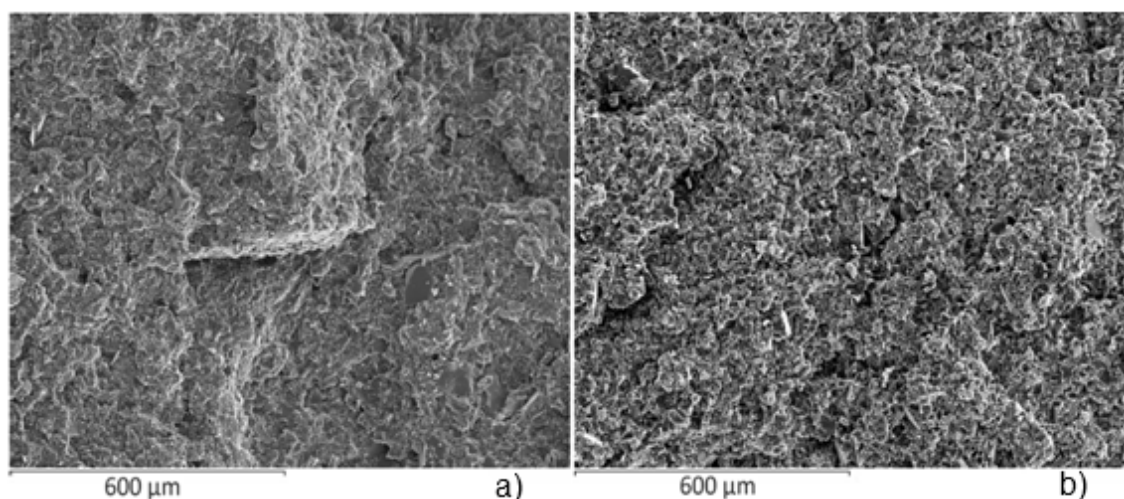


Figura 62 - Micrografia SEM das superfícies de rotura dos provetes de ensaios de tracção. a) 25 °C; b) 125 °C (x100)

A micrografia demonstra que à temperatura de 125 °C a rotura mecânica tende a ser mais dúctil que à temperatura ambiente devido ao aumento de temperatura. Estas imagens também confirmam o comportamento obtido nas curvas de tracção vs deformação onde era visível o comportamento frágil do adesivo à temperatura ambiente e se podia verificar um aumento substancial da deformação de rotura a 125 °C relativamente à temperatura ambiente.

Analisando a superfície de rotura para uma ampliação mais elevada é possível visualizar alguns dos componentes do adesivo (Figura 63).

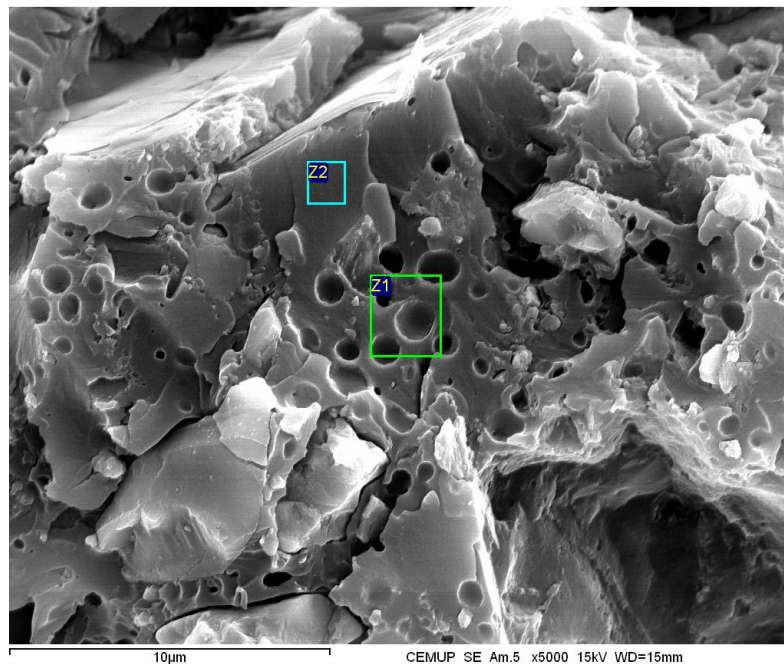


Figura 63 - Micrografia SEM do provete de ensaio de tracção a 125 °C. (x5000)

O local mais homogêneo encontrado na zona Z2 da Figura 63 apresenta a composição química referida na Figura 64.

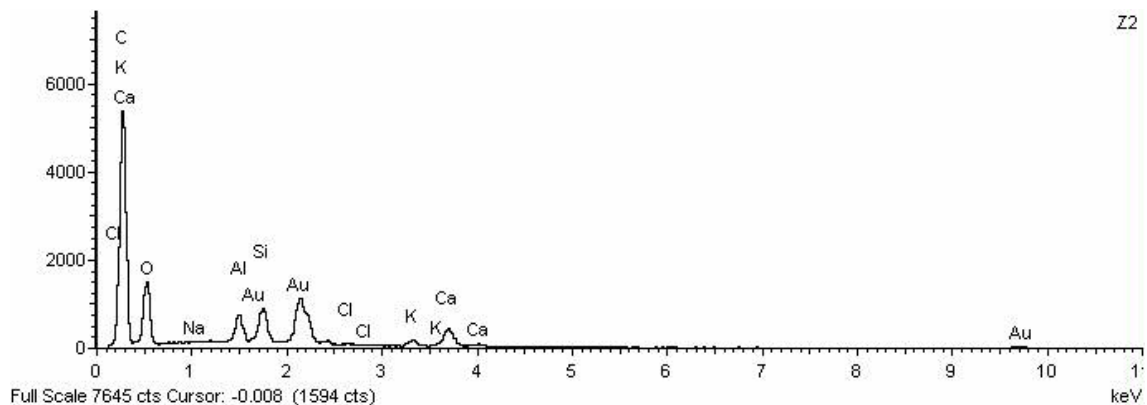


Figura 64 - Composição química da zona Z2.

Os picos de ouro (Au) que se podem observar na análise química da superfície de rotura surgem devido ao revestimento em ouro inserido antes da visualização.

As zonas da micrografia que apresentam uma cor mais clara são potencialmente cargas que não tendo as mesmas propriedades dos adesivos, são adicionadas para melhorar determinadas propriedades de serviço como a resistência, a durabilidade ou outras. Também podem ser utilizadas para reduzir o custo. Pós metálicos, de porcelana ou outros são exemplos de cargas muito utilizadas. A Figura 65 apresenta a análise química de uma das zonas mais claras da micrografia onde se pode visualizar uma quantidade de cálcio superior à retirada na análise química na zona mais homogênea da superfície. O aumento do pico de cálcio pode dever-se à natureza cerâmica da carga adicionada ao adesivo.

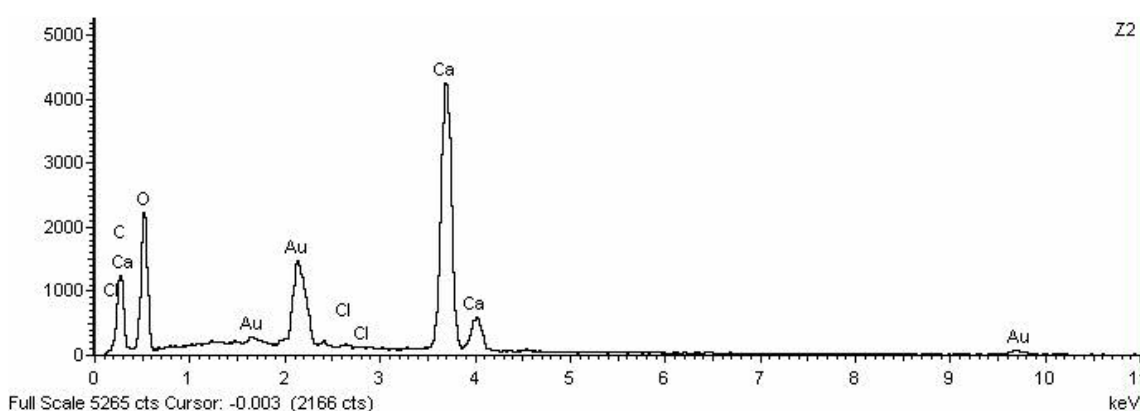


Figura 65 - Composição química das zonas mais claras da micrografia.

A influência da velocidade de ensaio também foi analisada recorrendo à recolha de imagens no microscópio electrónico (Figura 66).

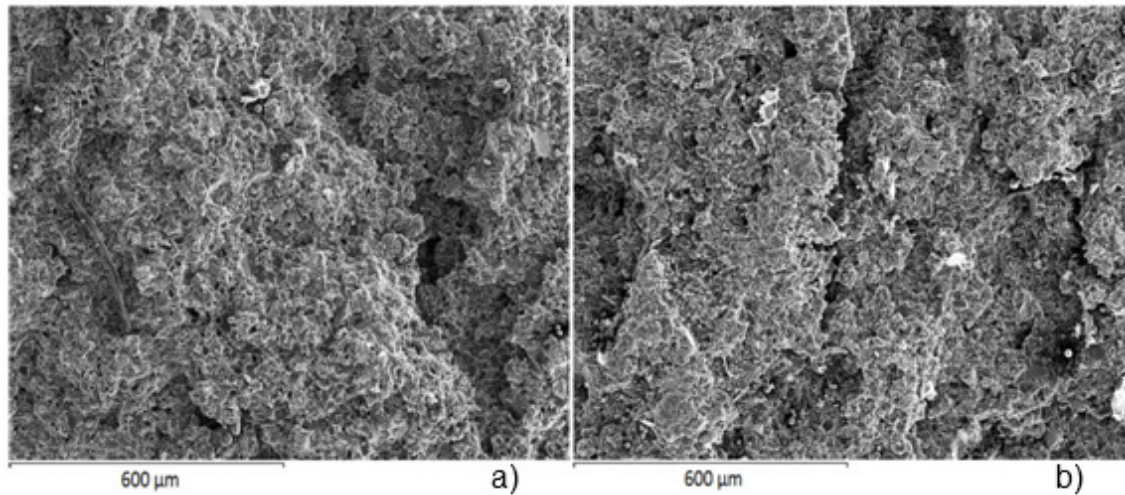


Figura 66 - Micrografia SEM das superfícies de rotura dos provetes de ensaios de tracção. a) Taxa de deformação de 0,1 mm/min; b) Taxa de deformação de 10 mm/min. (x100)

Como se pode verificar, a micrografia apresentada para diferentes velocidades de ensaio não revela alterações significativas. Para comprovar se a velocidade de ensaio não tem influência na micrografia do adesivo para qualquer situação era necessário efectuar ensaios a uma velocidade de ensaio superior de forma a verificar se a superfície de rotura permanecia inalterada.

#### 4.3 TAST – *THICK ADHERENT SHEAR TEST*

O ensaio de corte TAST foi efectuado à temperatura ambiente pelo método referido anteriormente na secção de procedimentos experimentais. A curva de tensão vs deformação de corte fornecida pelo extensómetro MTS durante o ensaio é apresentada na Figura 67.

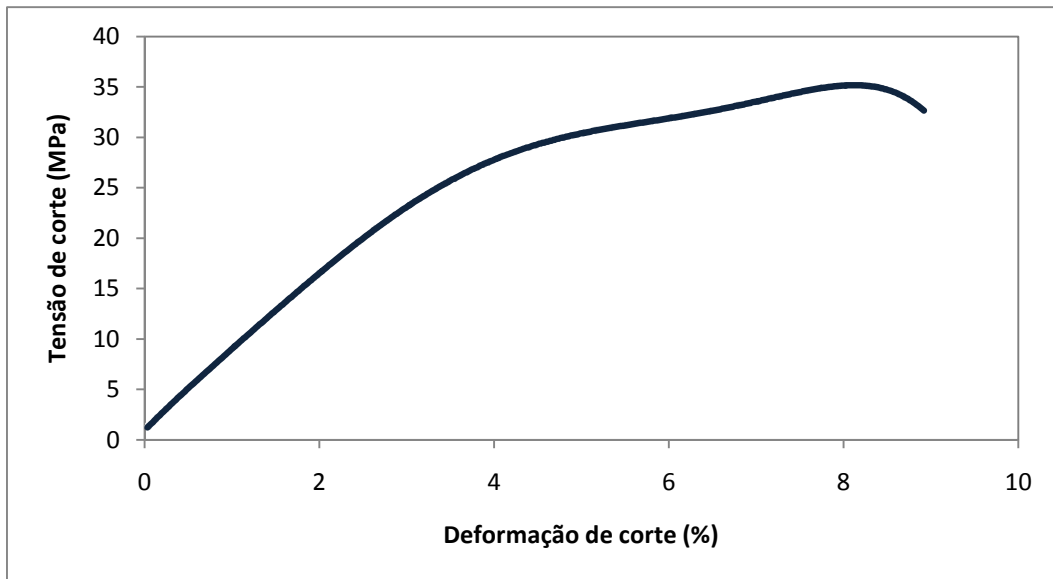


Figura 67 - Curva de tensão vs deformação de corte obtida pelo extensómetro mts.

O extensómetro MTS mede a deformação do adesivo e a do substrato durante o ensaio o que pode conduzir a resultados diferentes dos esperados. De forma a verificar os resultados obtidos pelo extensómetro foi necessário recorrer à medida da deformação pelo vídeo microscópico (Figura 68).

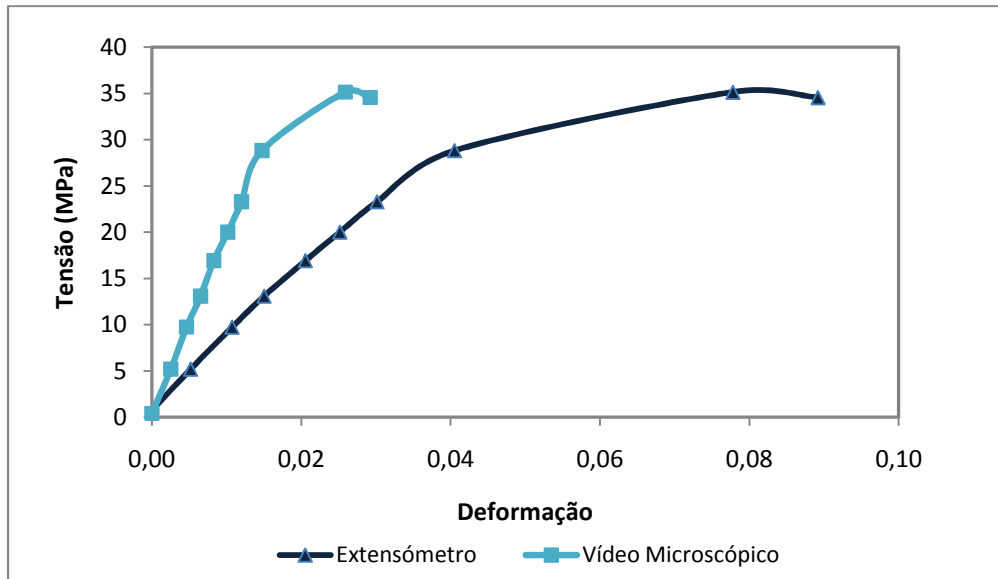


Figura 68 - Curva de tensão vs deformação de corte com o extensômetro e vídeo microscópico.

Como se pode verificar na Figura 66 a medição da deformação pelo método do vídeo microscópico conduz a valores de deformação mais pequenos que no caso do extensômetro pois não contabiliza a deformação do substrato.

Após a elaboração dos gráficos é possível retirar as propriedades mecânicas do adesivo ao corte (Tabela 6).

Tabela 6 - Módulo e tensão de corte para o adesivo.

| Módulo de Corte G<br>(Extensômetro) | Módulo de Corte G<br>(Vídeo Microscópico) | Resistência ao Corte<br>(MPa) |
|-------------------------------------|-------------------------------------------|-------------------------------|
| 866,74 ± 27                         | 2156,8 ± 102                              | 46,7 ± 1,75                   |

A relação entre o módulo de Young e o módulo de corte é a seguinte:

$$G = \frac{E}{2(1 + \nu)} \quad (15)$$

Seguindo a equação descrita é possível retirar um módulo de corte teórico de 2258 MPa.

Como é possível verificar pelos resultados experimentais obtidos, o valor de módulo de corte que mais se aproxima do valor teórico é o que foi adquirido pelo método do vídeo microscópico.

Pode-se assim concluir que para adesivos com elevada rigidez que o uso de extensómetro para obter a deformação do adesivo pode causar erros elevados devido às pequenas deformações que se verificam neste tipo de adesivos.

A superfície de rotura da junta apresenta uma rotura coesiva no adesivo como seria de esperar mas próxima da interface (Figura 69).

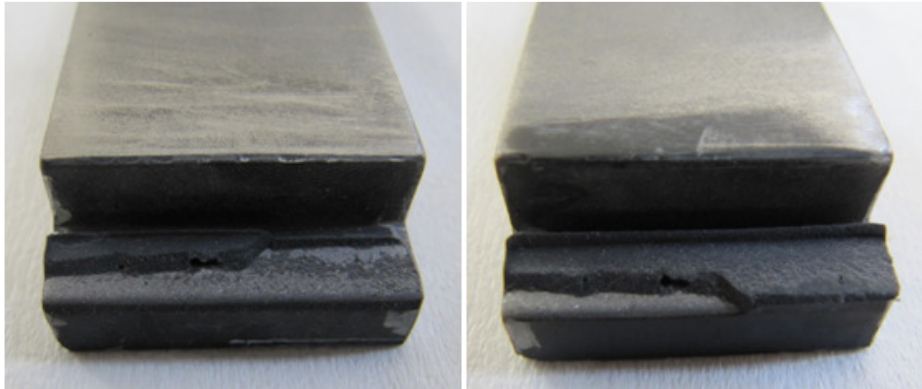


Figura 69 - Superfície de rotura dos provetes TAST.

#### 4.4 JUNTAS DE SOBREPOSIÇÃO SIMPLES

As curvas de força vs deslocamento de juntas de sobreposição simples com comprimentos de sobreposição de 12,5 e 25 mm à temperatura ambiente ( $\approx 25^\circ\text{C}$ ) estão representadas na Figura 70. As curvas obtidas para todos os provetes de ensaio encontram-se apresentadas na secção 8.

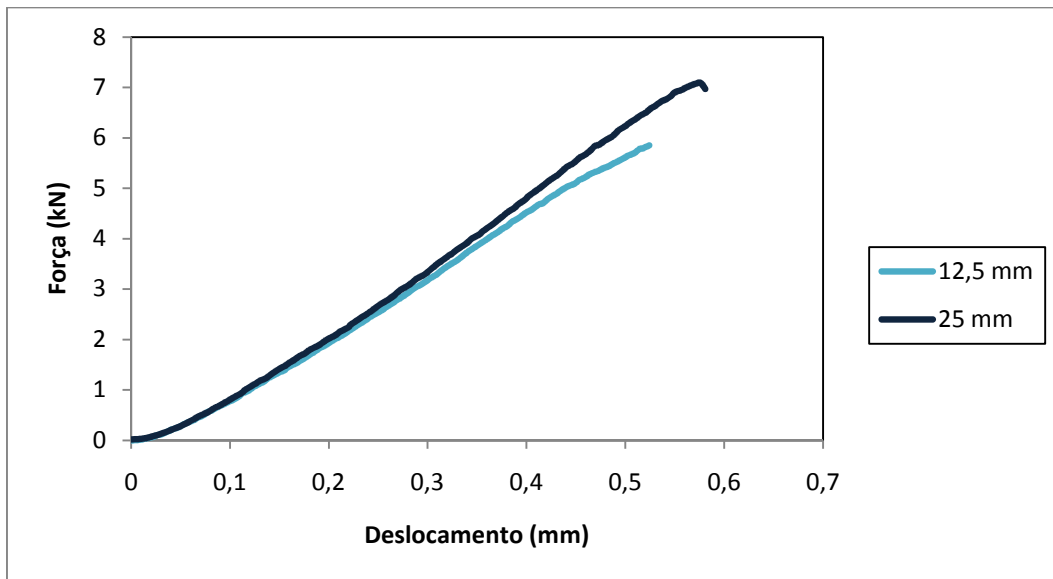


Figura 70 - Curvas de tracção de juntas de sobreposição simples para diferentes comprimentos de sobreposição.

A influência do comprimento de sobreposição na força máxima no adesivo está apresentada na Figura 71, onde se verifica um aumento da força máxima com o aumento do comprimento de sobreposição. A força máxima aumentou cerca de 32 % para o dobro do comprimento de sobreposição.

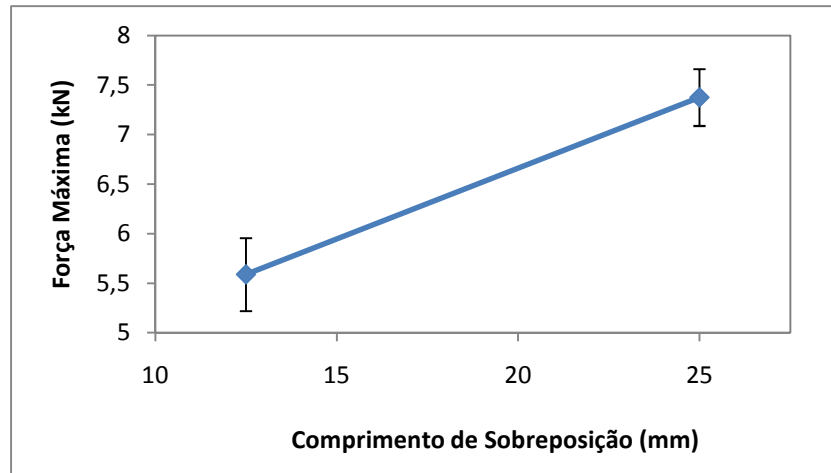


Figura 71 - Influência do comprimento de sobreposição na força máxima.

Como foi referido anteriormente, a tensão de corte média pode ser calculada recorrendo à Equação 1. Os valores obtidos para a tensão de corte média para os diferentes comprimentos de sobreposição estão descritos na Tabela 7.

Tabela 7 - Tensão de corte média para os diferentes comprimentos de sobreposição.

|                                    | 12,5 mm | 25 mm |
|------------------------------------|---------|-------|
| <b>Tensão de Corte Média (MPa)</b> | 17,9    | 11,8  |

Como se pode verificar a tensão de corte média é inferior à tensão de corte do adesivo obtida nos ensaios TAST (46,7 MPa). Este facto deve-se às elevadas rigidez e fragilidade do adesivo que é caracterizada por uma distribuição de tensão de corte não uniforme na junta de sobreposição simples.

#### 4.5 ENF (*END NOTCHED FLEXURE*)

Foram testados três exemplares que apresentaram roturas coesivas a nível da interface para os ensaios ENF (Figura 72).



Figura 72 - superfície de rotura dos provetes ENF.

As curvas de  $P-\delta$  para cada exemplar testado à temperatura ambiente ( $\approx 25^\circ\text{C}$ ) encontram-se representadas na Figura 73.

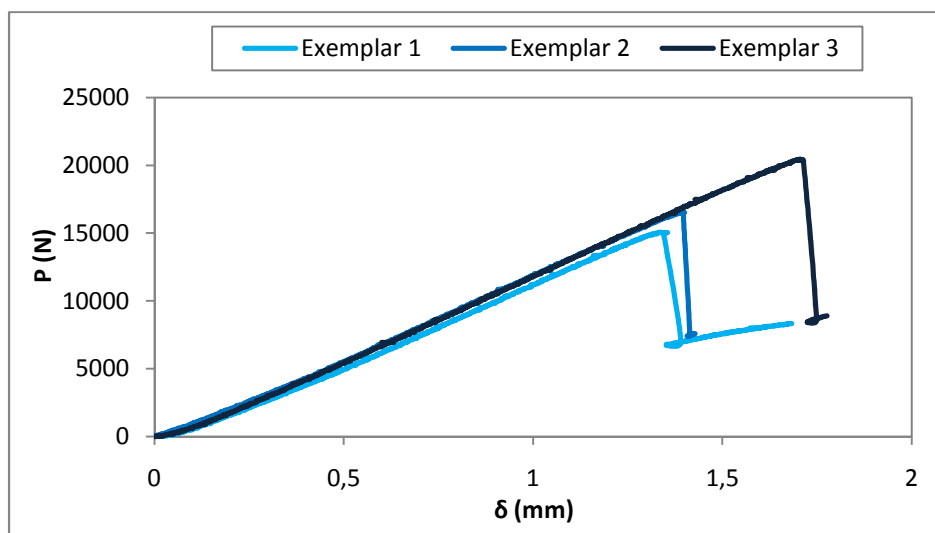


Figura 73 - Curvas de  $P-\delta$  para os três exemplares a  $25^\circ\text{C}$ .

A propagação da fenda ocorreu de uma forma repentina após se atingir a carga máxima como é característico nos adesivos frágeis e apresenta uma propagação da fractura instável [23].

As curvas R obtidas não possuem um patamar onde a taxa de libertação de energia em modo II estabiliza para se poder visualizar claramente o valor de  $G_{IIc}$  por isso os valores de taxa crítica de libertação de energia em modo II foram retirados recorrendo ao ponto máximo de cada curva. O facto de não se poder visualizar uma curva R característica deve-se à fractura instável que se verificou nas curvas  $P-\delta$ . Assim sendo, os valores retirados para  $G_{IIc}$  podem não corresponder aos valores reais obtidos com uma fractura estável.

A relação entre os valores obtidos para a taxa de libertação de energia em modo II e em modo I é de 7 (Tabela 8). A relação  $G_{IIc}/G_{Ic}$  varia de adesivo para adesivo mas geralmente está compreendida entre 4 e 10 [22].

Tabela 8 - Comparação dos valores de  $G_{Ic}$  e  $G_{IIc}$ .

| $G_{Ic}$ (N/mm) [12] | $G_{IIc}$ (N/mm) | $G_{IIc}/G_{Ic}$ |
|----------------------|------------------|------------------|
| $0,47 \pm 0,03$      | $3,34 \pm 1,00$  | 7                |

## 5. ANÁLISE NUMÉRICA

A geometria analisada foi de uma junta de sobreposição simples cujas dimensões foram mencionadas na descrição do procedimento destas juntas.

A junta foi analisada recorrendo ao programa de elementos finitos ABAQUS CAE. A análise numérica efectuada foi uma análise 2D para a simulação de uma junta adesiva de sobreposição simples. O objectivo desta análise visa compreender a distribuição da tensão na junta adesiva e verificar se a componente térmica presente (devido à cura a alta temperatura do adesivo) é relevante no resultado final.

Os elementos utilizados foram elementos quadráticos isoparamétricos de 8 nós, contínuos, e a força de tracção aplicada é a correspondente à força de rotura do adesivo obtida nos resultados experimentais.

Foi utilizado o estado plano de deformação na simulação da junta devido ao facto de na análise 2D o comprimento da largura ser muito superior à espessura da junta analisada.

O comprimento de sobreposição da junta adesiva foi dividido em 40 elementos. O número de elementos utilizados para analisar toda a junta de sobreposição simples foi de 1124 e a sua integração foi efectuada por 4 pontos de Gauss.

Foram introduzidas as propriedades mecânicas dos substratos e adesivos que definem a componente elástica dos materiais (módulo de Young e coeficiente de Poisson) bem como a componente plástica retirada nas curvas obtidas nos ensaios experimentais.

Os resultados que se podem obter pelo programa de elementos finitos são muito susceptíveis ao refinamento da malha, principalmente em locais onde ocorram gradientes de tensão, como sucede com as extremidades da junta. Assim, qualquer comparação de resultados deve ser efectuada com a mesma malha de elementos finitos.

Na análise numérica de juntas de sobreposição simples a malha utilizada está representada na Figura 74 onde a se encontra mais refinada nas extremidades da junta devido ao gradiente existente.

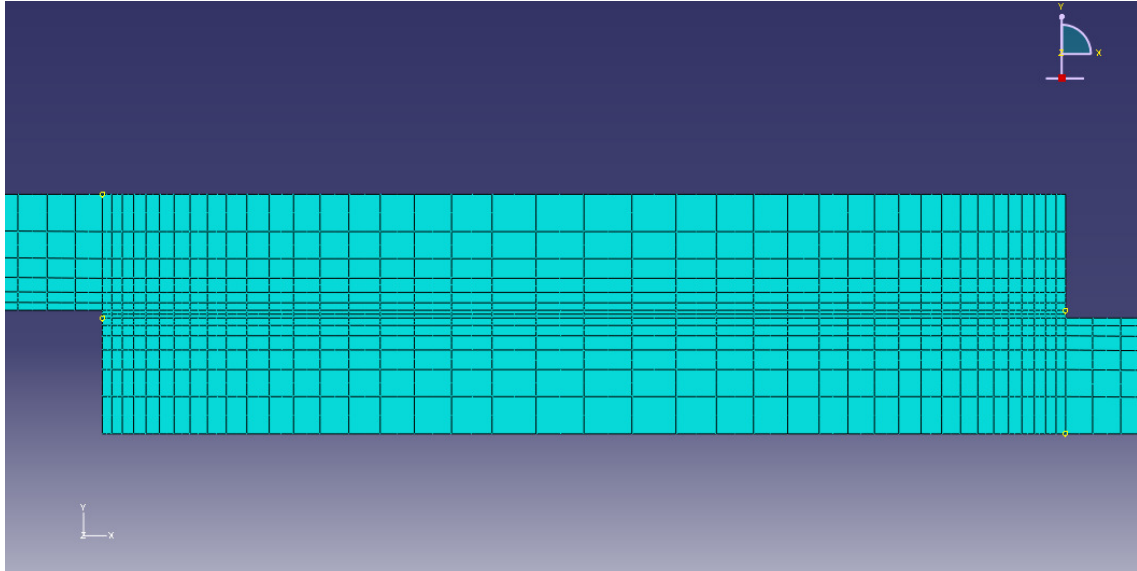


Figura 74 - Malha utilizada no programa ABAQUS.

Na análise numérica foi introduzida a temperatura de cura do material bem como a temperatura de ensaio do mesmo. Assim sendo, a componente térmica consiste na variação de temperatura entre a temperatura operacional (temperatura da junta em serviço) e a temperatura de cura do adesivo ( $140^{\circ}\text{C}$ ).

A união da componente térmica com a componente mecânica traduz o comportamento total da junta adesiva.

De forma a comparar a tensão e deformação às diferentes temperaturas o local de análise tem que ser o mesmo em todos os modelos. Na análise em causa a zona intermédia da junta adesiva foi a escolhida para retirar os resultados de tensão para todas as juntas analisadas (Figura 75).

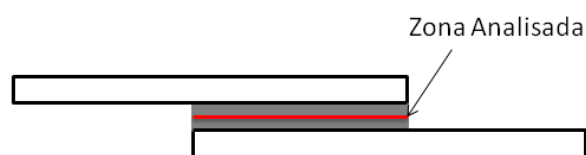


Figura 75 - Ilustração da zona de análise utilizada.

## Comprimento de sobreposição de 25 mm

A distribuição de tensões à temperatura ambiente ( $\approx 25^\circ\text{C}$ ) na junta adesiva apresenta uma maior concentração de tensões na sua extremidade. Logo os pontos críticos da junta são as extremidades e é o local que irá ceder em primeiro no ensaio de tracção de juntas de sobreposição simples (Figura 76).

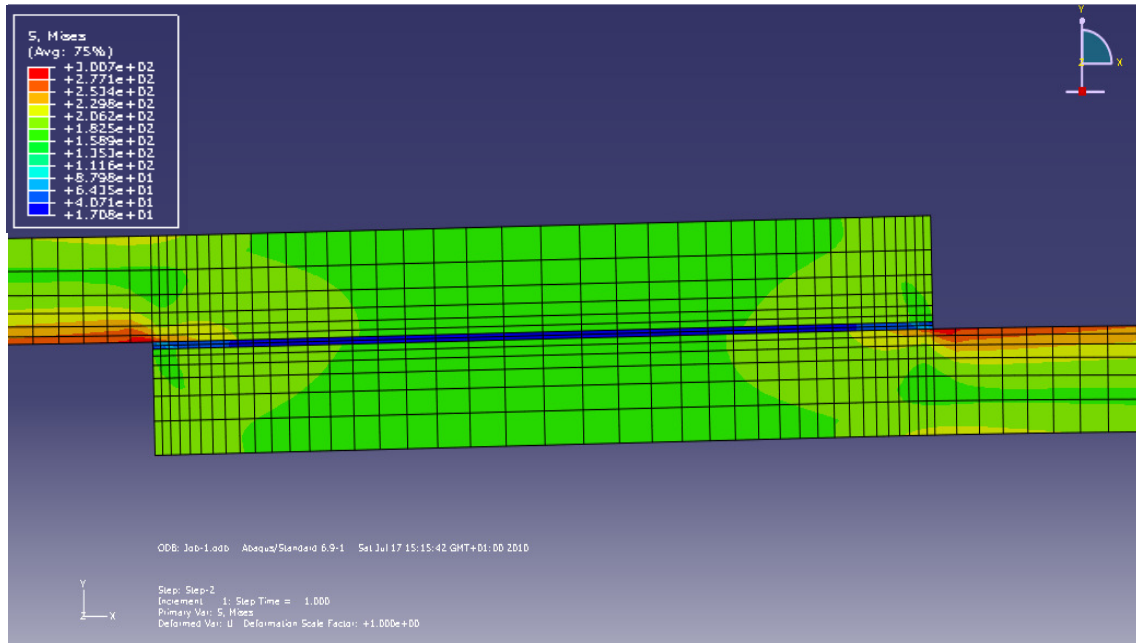


Figura 76 - Distribuição da tensão de von mises na junta adesiva.

A força introduzida para retirar a distribuição de tensão foi a força de rotura obtida experimentalmente. A acção individualizada desta força na simulação da junta adesiva é denominada neste projecto de componente mecânica.

As tensões de corte no adesivo obtidas ao longo do comprimento de sobreposição da junta estão apresentadas na Figura 77.

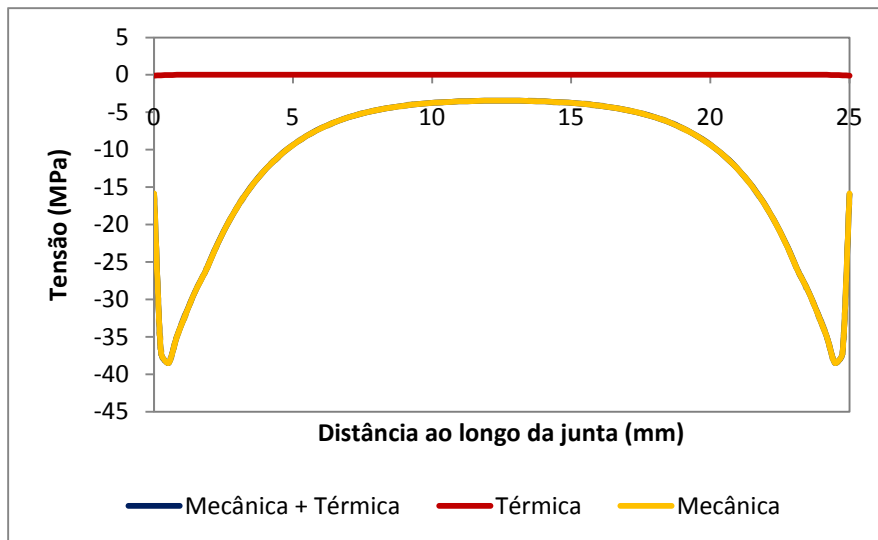


Figura 77 - Análise das tensões de corte a 25 °C.

A distribuição da tensão de arrancamento apresenta-se na Figura 78.

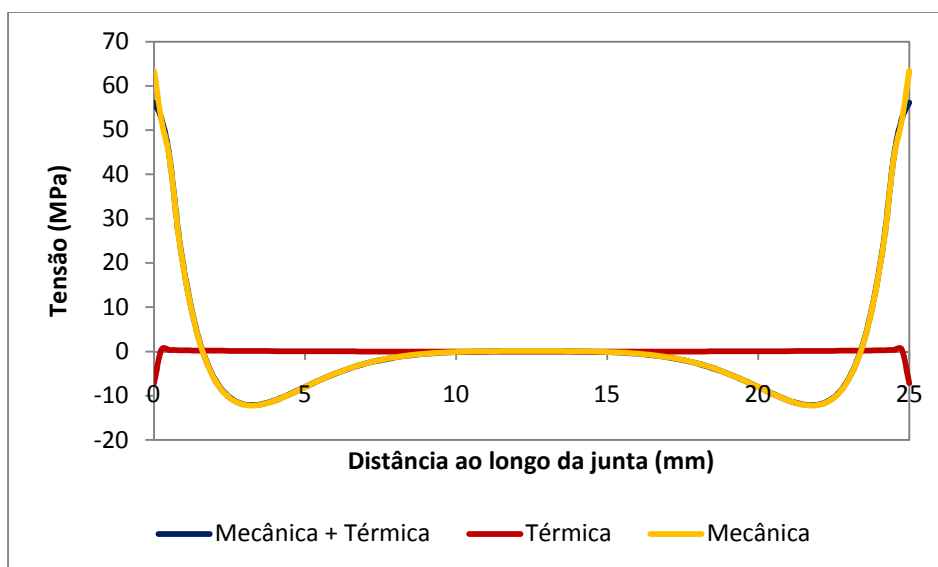


Figura 78 - Análise das tensões de arrancamento a 25 °C.

A componente térmica nas tensões de arrancamento e de corte não tem qualquer influência no comportamento do adesivo.

A tensão de Von Mises também foi alvo de análise (Figura 79). A tensão de Von Mises incorpora todas as componentes de tensão existentes no ensaio de tracção de uma junta de sobreposição simples o que pode beneficiar a análise dos resultados.

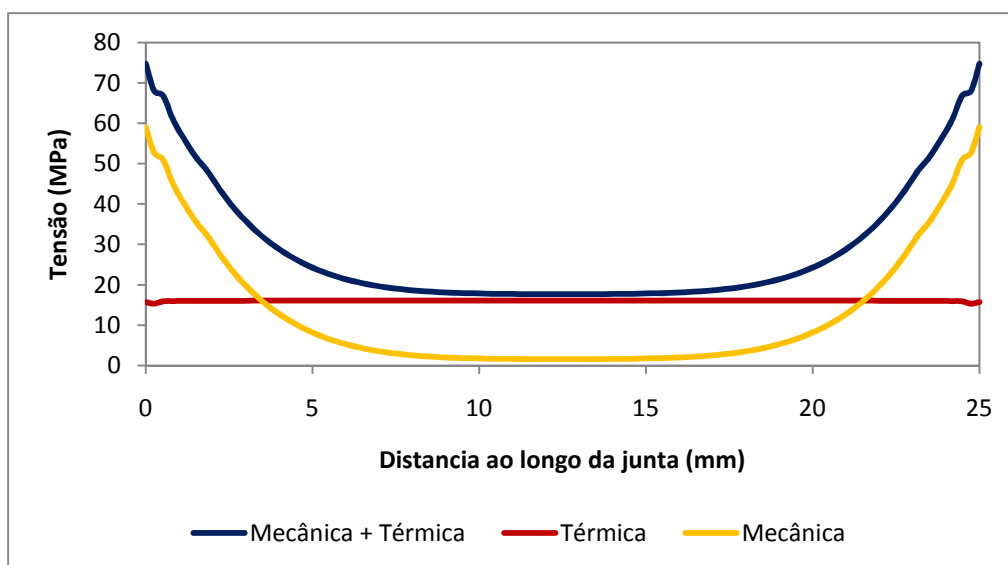


Figura 79 - Análise das tensões de Von Mises a 25 °C.

Relativamente à influência da componente térmica verifica-se que contribui para uma alteração no resultado final obtido. Este facto pode ser explicado devido à diferença de temperatura que existe entre a temperatura ambiente e a temperatura de cura (140 °C) o que introduz tensões residuais longitudinais. A influência das tensões residuais longitudinais não é visível nas tensões de corte e arrancamento por isso é tão importante a análise de tensões de Von Mises.

Como se pode verificar na Tabela 9 a tensão máxima obtida encontra-se próxima de 75 MPa o que coincide com a tensão máxima atingida pelo adesivo no ensaio de tracção de provetes maciços à temperatura ambiente. Assim, verifica-se que a junta adesiva rompeu, provavelmente, por ter atingido a tensão máxima do adesivo.

Tabela 9 - Valores de tensões de Von Mises, Corte e arrancamento.

|                | <b>Tensão Von Mises (MPa)</b> | <b>Tensão de Corte (MPa)</b> | <b>Tensão de Arrancamento (MPa)</b> |
|----------------|-------------------------------|------------------------------|-------------------------------------|
| <b>Térmica</b> | 16,1                          | 0,1                          | 0,4                                 |
| <b>Total</b>   | 74,7                          | 38,5                         | 56,2                                |

### Comprimento de sobreposição de 12,5 m

No comprimento de sobreposição de 12,5 mm os passos tomados foram idênticos aos da análise anterior. Assim pode-se verificar que as distribuições de tensão de corte (Figura 80), arrancamento (Figura 81) e Von Mises (Figura 82) seguem a mesma tendência que as distribuições de tensão para o comprimento de sobreposição de 25 mm.

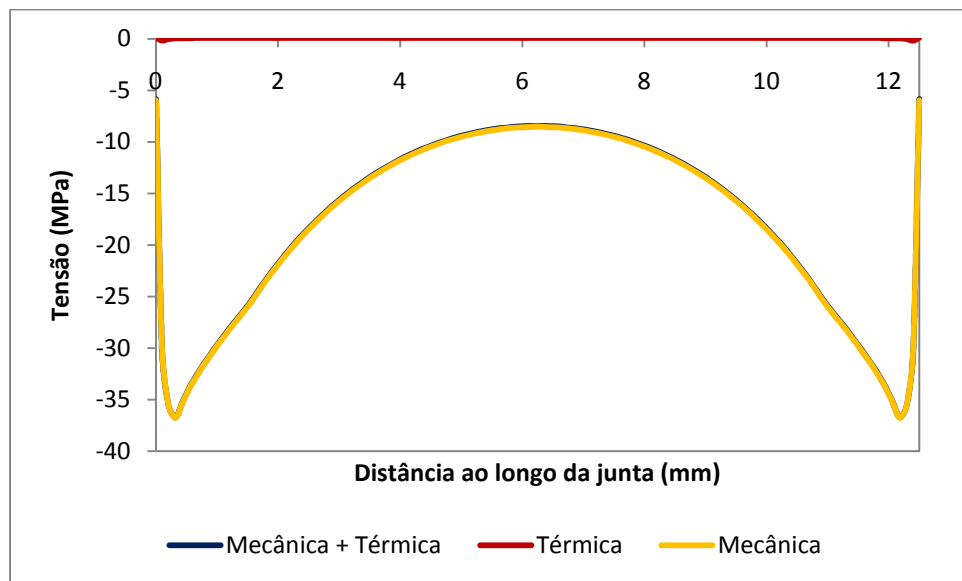


Figura 80 - Distribuição das tensões de corte a 25 °C.

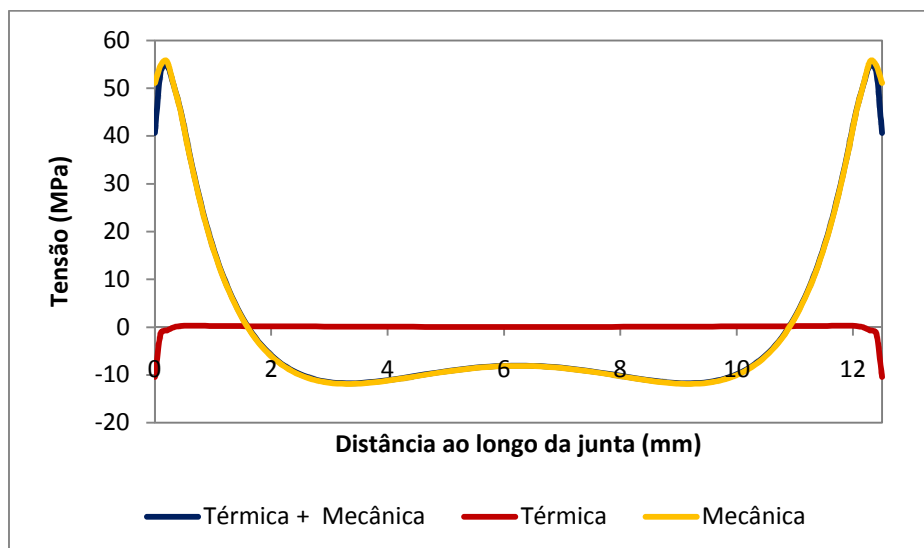


Figura 81 - Distribuição de tensões de arrancamento ao longo da junta a 25 °C.

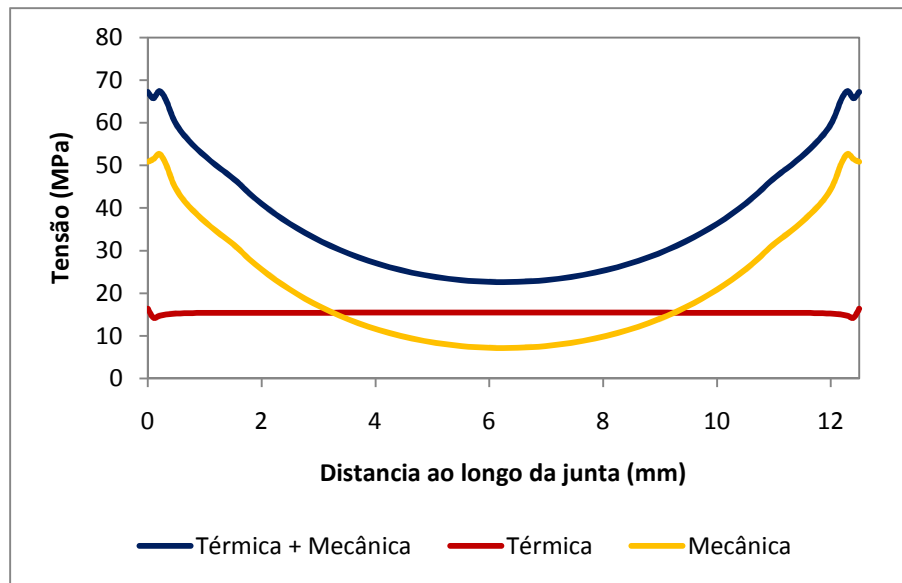


Figura 82 - Distribuição da tensão de von mises a 25 °C.

Os valores das tensões de Von Mises, de corte e de arrancamento para as diferentes componentes que constituem a simulação estas descritas na Tabela 10.

Tabela 10 - Tensões de Von Mises, corte e arrancamento para um comprimento de sobreposição de 12,5 mm.

|                | Tensão Von Mises (MPa) | Tensões de Corte (MPa) | Tensões de Arrancamento (MPa) |
|----------------|------------------------|------------------------|-------------------------------|
| <b>Térmica</b> | 16,3                   | 0,2                    | 0,3                           |
| <b>Total</b>   | 69,2                   | 36,7                   | 54,9                          |

Como já se tinha verificado na junta com o comprimento de sobreposição de 25 mm, o adesivo apresenta uma tensão máxima de Von mises próxima da tensão de rotura do material o que comprova uma vez mais que a junta provavelmente rompeu por atingir a tensão de rotura do material.

## 6. CONCLUSÕES E TRABALHOS FUTUROS

Os resultados obtidos no ensaio de tracção de provetes maciços estão de acordo com o modelo de *Airing* [21] onde é referido que a resistência à tracção diminui linearmente com o aumento da temperatura e aumenta logaritmicamente com o aumento da velocidade de ensaio. O módulo de Young segue a mesma tendência que a da resistência de tracção.

Os ensaios efectuados a 200 °C demonstram que quando a temperatura de transição vítrea é ultrapassada, a resistência à tracção e a deformação final diminuem drasticamente.

A deformação final aumenta com o aumento da temperatura mas possui um comportamento mais complexo para diferentes velocidades de ensaio para as temperaturas de 125 °C e 150 °C que pode ser explicado por defeitos existentes na produção dos provetes de ensaio.

Com os resultados obtidos deduz-se que a influência da temperatura possui uma importância superior à velocidade de ensaio para as propriedades mecânicas do adesivo pois é o parâmetro provoca maiores alterações de comportamento no adesivo.

A análise micrografia revela a influência da plasticidade e fragilidade na rotura da junta adesiva nos ensaios de tracção com diferentes temperaturas, no entanto a superfície de rotura não revela alterações para diferentes velocidades de ensaio.

Nas juntas de sobreposição simples, a maior concentração de tensões encontra-se nas extremidades das juntas e na simulação à temperatura ambiente as tensões finais revelam uma componente térmica acentuada devido às tensões residuais provenientes da temperatura de cura.

Os ensaios de fractura demonstram uma relação entre a taxa de libertação crítica em modo II e de modo I de cerca de 7 sendo  $G_{IIc}$  de 3,34 N/mm.

Futuramente, pode-se analisar a influência da temperatura nos ensaios de fractura em modo II bem como nos ensaios de tracção de juntas de sobreposição simples para posterior comparação com a respectiva análise numérica a temperaturas elevadas.

- [1] Higgins, A., *International Journal of Adhesion & Adhesives* 20, 367-376 (2000)
- [2] Butkus, L. M., Mathern, P. D., Johnson, W. S., *The Journal of Adhesion*, 66, 251-213 (1998)
- [3] da Silva, L. F. M., de Magalhães, A. G., de Moura, M. F. S. F., *Juntas Adesivas Estruturais*, Publindústria, Porto (2007)
- [4] Banea, M. D., da Silva, L. F. M., *The Journal of Adhesion*, 85, 261–285 (2009)
- [5] Banea, M. D., da Silva, L. F. M., *Journal of Materials: Design and Applications*, 223, 1-18 (2009)
- [6] <http://caib.nasa.gov/>
- [7] Gognard, P., da Silva, L. F. M., Öchsner, A., Adams, R. D., Eds., *Handbook of adhesion technology*, Volume 1, Springer
- [8] R. Zaera, S. Sánchez-Sáez, J.L. Pérez-Castellanos, C. Navarro, *Composites: Part A*, 31, 823-833 (2000)
- [9] da Silva, L. F. M., Adams, R. D., *Journal of Adhesion science and Technology*, 20, 1705-1726 (2006)
- [10] da Silva, L. F. M., Adams, R. D. e Gibbs, *International Journal of Adhesion & Adhesives*, 24, 69-83 (2004)
- [11] da Silva, L. F. M. e Adams, R. D., *International Journal of Adhesion & Adhesives*, 27, 362–379 (2007)
- [12] Banea D.M., da Silva L.F.M., Campilho R.D.S.G., *Effect of temperature on tensile strength and mode I fracture toughness of a high temperature epoxy adhesive, submitted to Polymer Testing*.
- [13] Shindo, Y., Takeda, T., Narita, F., Saito, N., Watanabe, S., Sanada, K., *Composites Science and Technology*, 69, 1904-1911 (2009)
- [14] Davidson, B. D., Kumar, M., Soffa, M. A., *Composites: Part A*, 40, 67-79 (2009)
- [15] Vettegren, V. I., Bashkarev, A. Y., Sytov, V. A., *Technical Physics Letters*, 30, 99-101, (2004)
- [16] Richardson, D. E., McLennan, M. L., Anderson, G. L., Macon, D. J., Batista-Rodriguez, A., 79, 157-174, (2003)
- [17] Kawashima, K., Ito, T., Sakuragi, M., *Journal of materials science*, 27, 6387-6390 (1992)
- [18] Ma, H., *Journal of materials science*, 45, 2351-2358 (2010)

- [19] da Silva, L. F. M., da Silva, R. A. M., Chousal, J. A. G., Pinto, A. M. G., *Journal of Adhesion Science and Technology*, 22, 15–29 (2008)
- [20] Kadioglu, F., Vaughn, L. F., Guild, F. J., Adams, R. D., *The Journal of Adhesion*, 78, 355–381, (2002)
- [21] H. Chai, *International Journal of Fracture*, 130, 497-515, (2004)
- [22] Campilho, R. D. S. G., de Moura, M. F. S. F., Ramantani, D. A., Morais, J. J. L., Domingues, J. J. M. S., *Int. J. Adhes. Adhes.* 29, 678–686, (2009).
- [23] Arrese, A., Carbajal, N., Vargas, G., Mujika, F., *Engineering Fracture Mechanics*, 77, 51–70, (2010)

## 7. ANEXOS

### Curvas de tensão vs deformação para a velocidade de ensaio de 0,1 mm/min

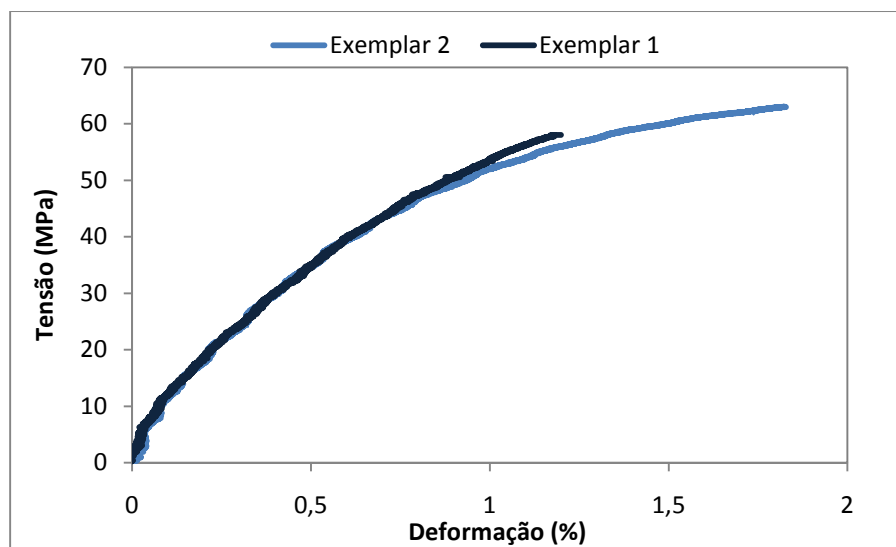


Figura 83 – Curvas de tensão vs deformação para a temperatura ambiente a 0,1 mm/min.

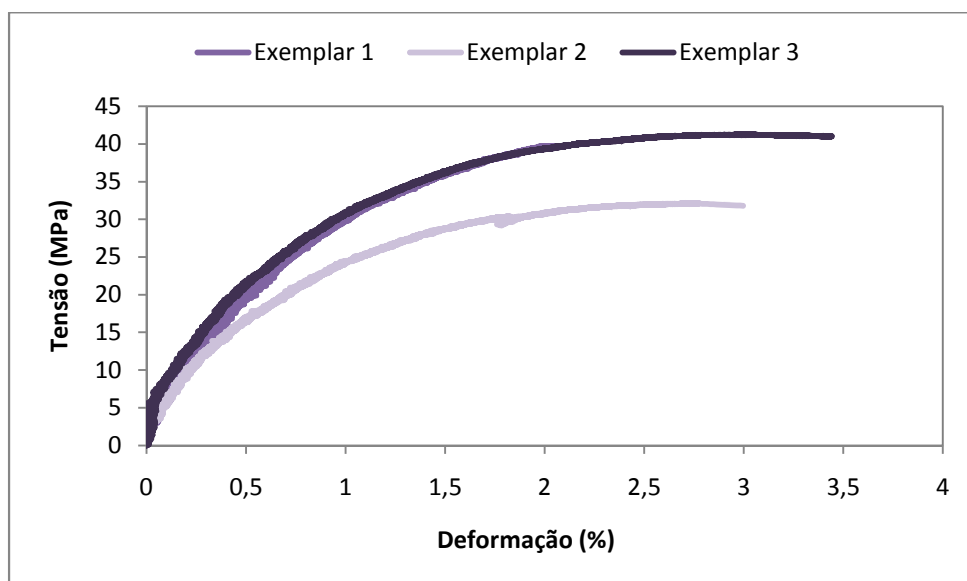


Figura 84 - Curvas de tensão vs deformação para 100 °C a 0,1 mm/min.

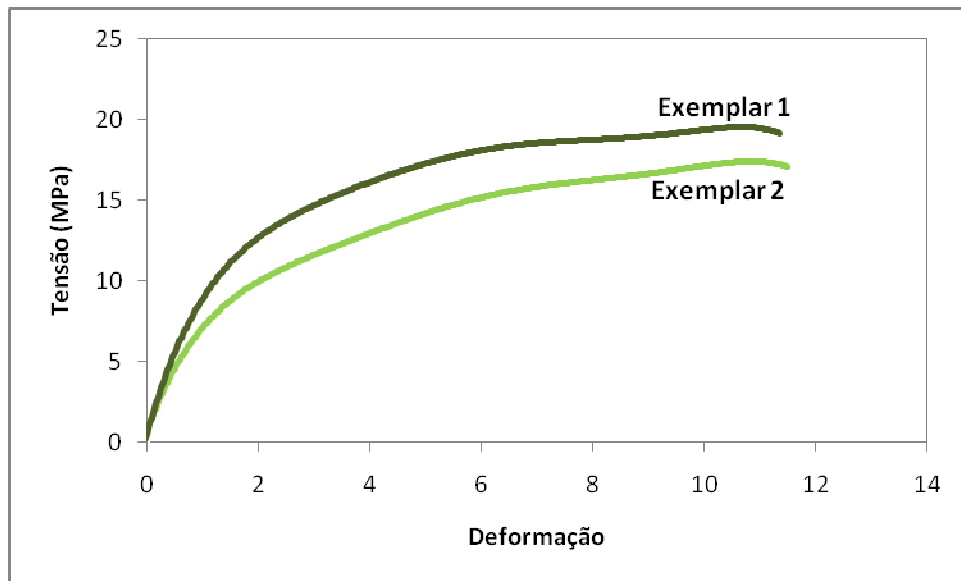


Figura 85 - Curvas de tensão vs deformação para 125 °C a 0,1 mm/min.

### Curvas de tensão vs deformação para a velocidade de ensaio de 1 mm/min

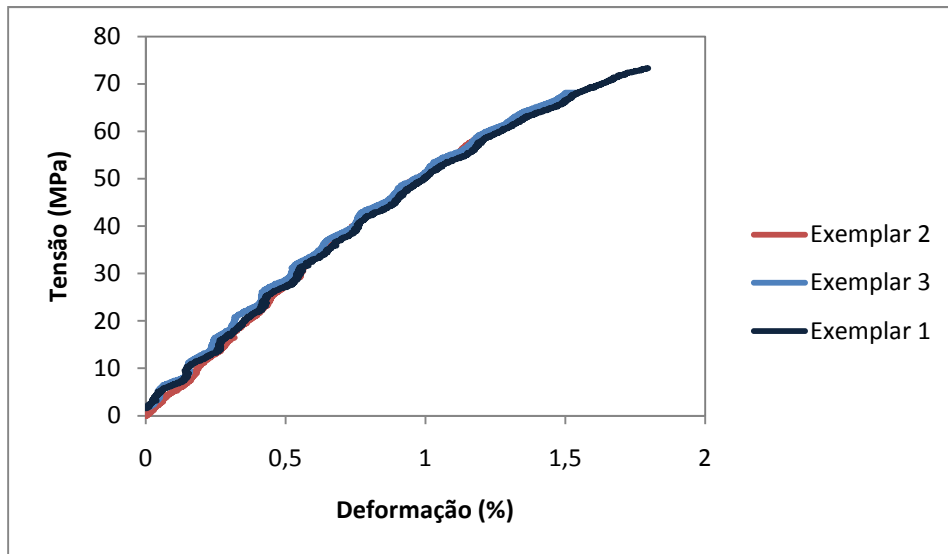


Figura 86 - Curvas de tensão vs deformação para temperatura ambiente a 1 mm/min

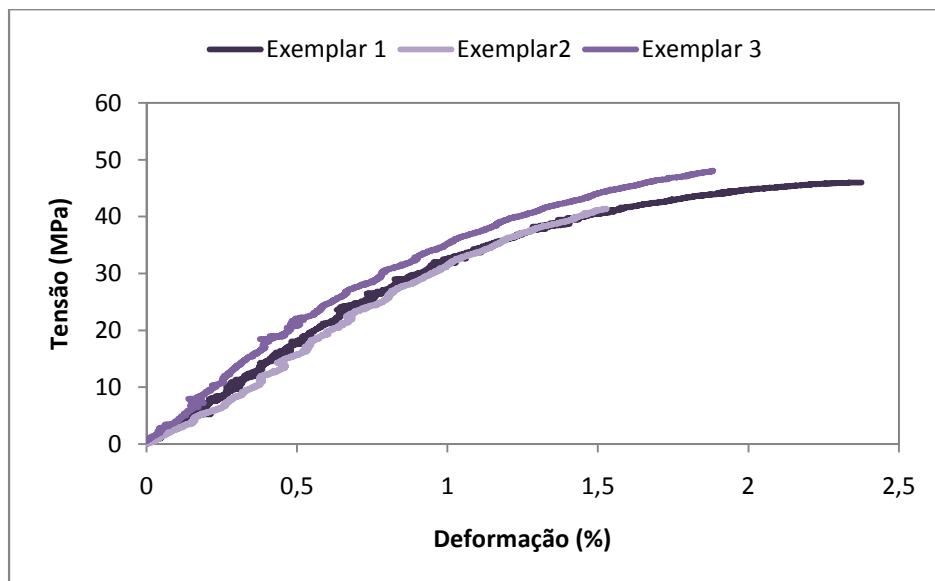


Figura 87 - Curvas de tensão vs deformação para 100 °C a 1 mm/min.

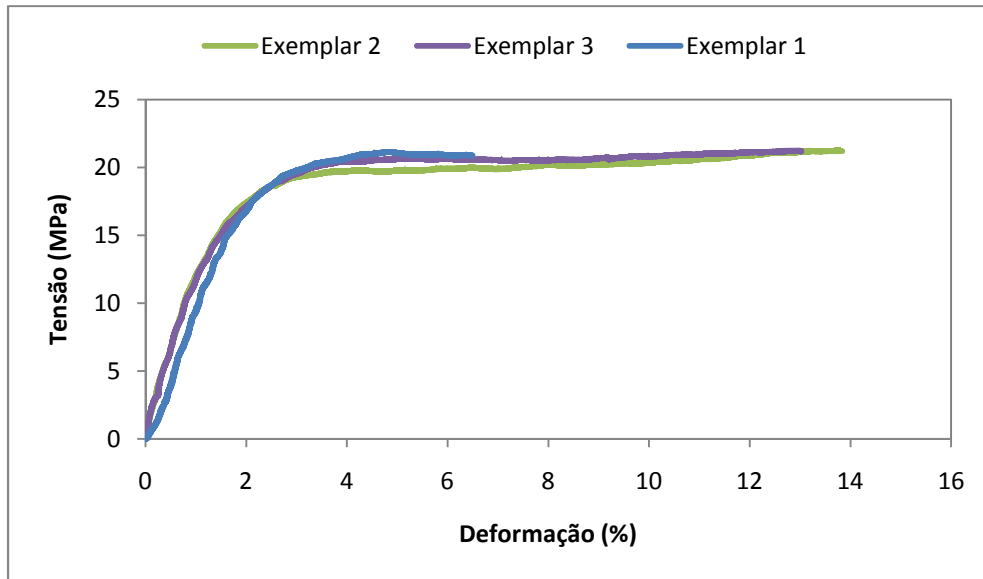


Figura 88 - Curvas de tensão vs deformação para 125 °C a 1 mm/min.

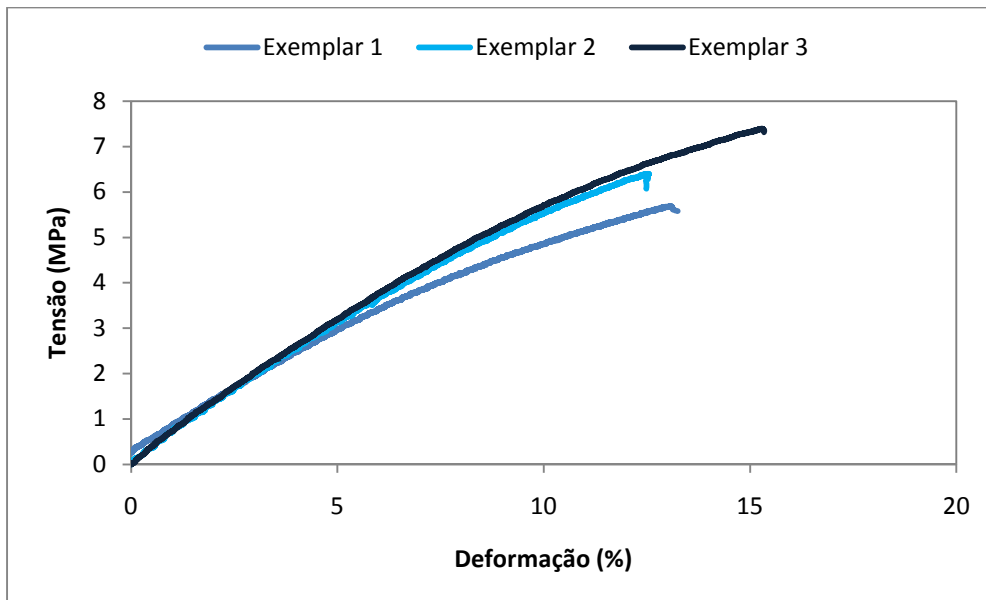


Figura 89 - Curvas de tensão vs deformação para 150 °C a 1 mm/min.

### Curvas de tensão vs deformação para a velocidade de ensaio de 10 mm/min

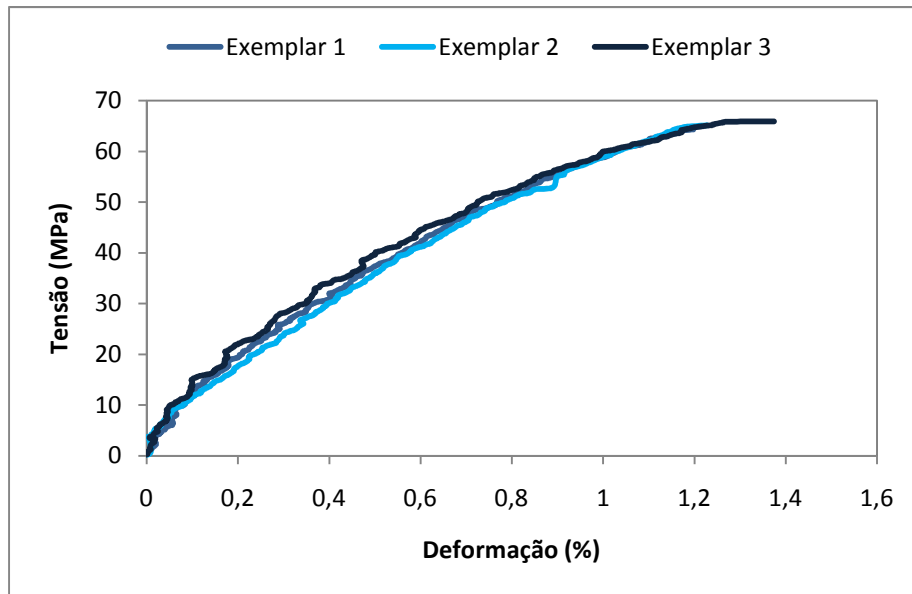


Figura 90 - Curvas de tensão vs deformação para a temperatura ambiente a 10 mm/min.

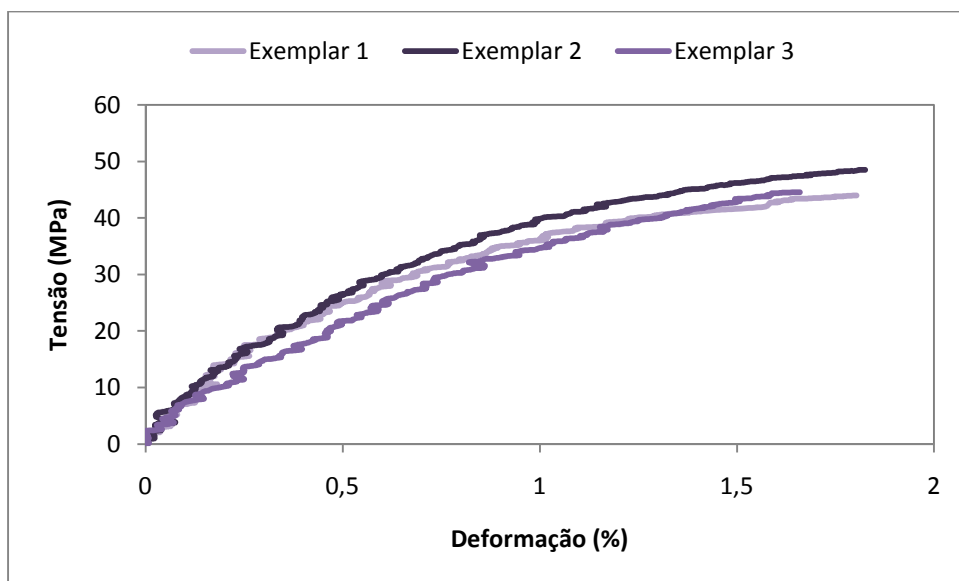


Figura 91 - Curvas de tensão vs deformação para 100 °C a 10 mm/min.

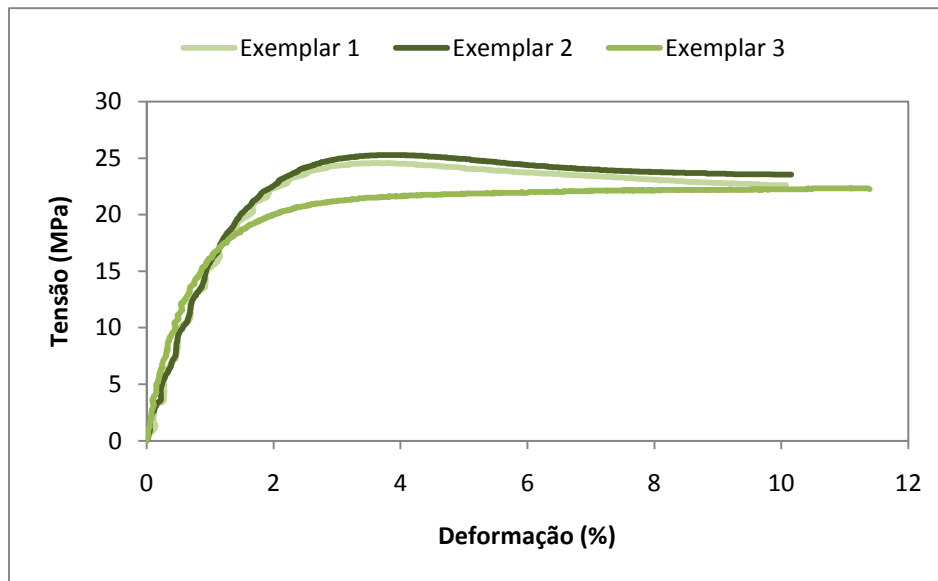


Figura 92 - Curvas de tensão vs deformação para 125 °C a 10 mm/min.

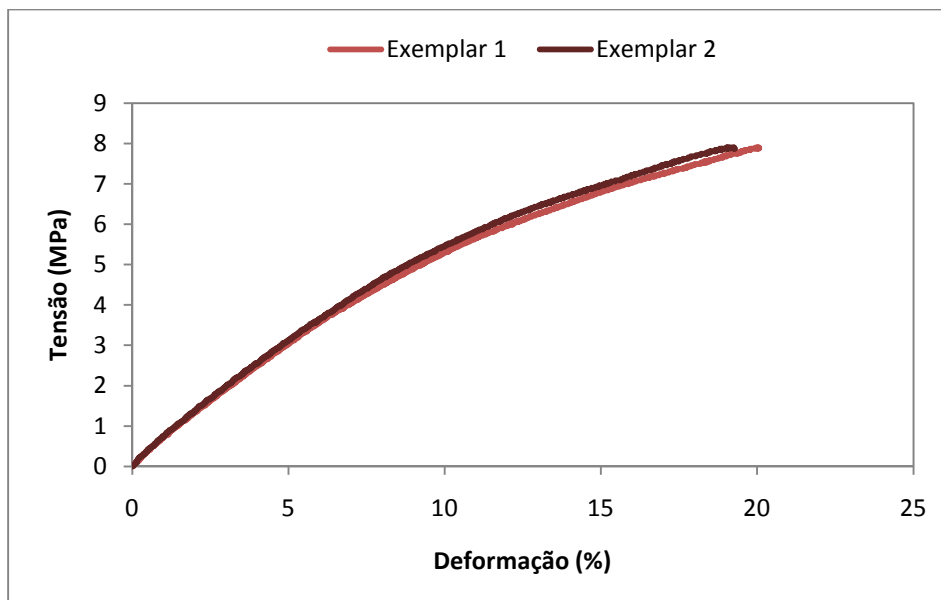


Figura 93 - Curvas de tensão vs deformação para 150 °C a 10 mm/min.

### Curvas de Força vs deslocamento para juntas de sobreposição simples

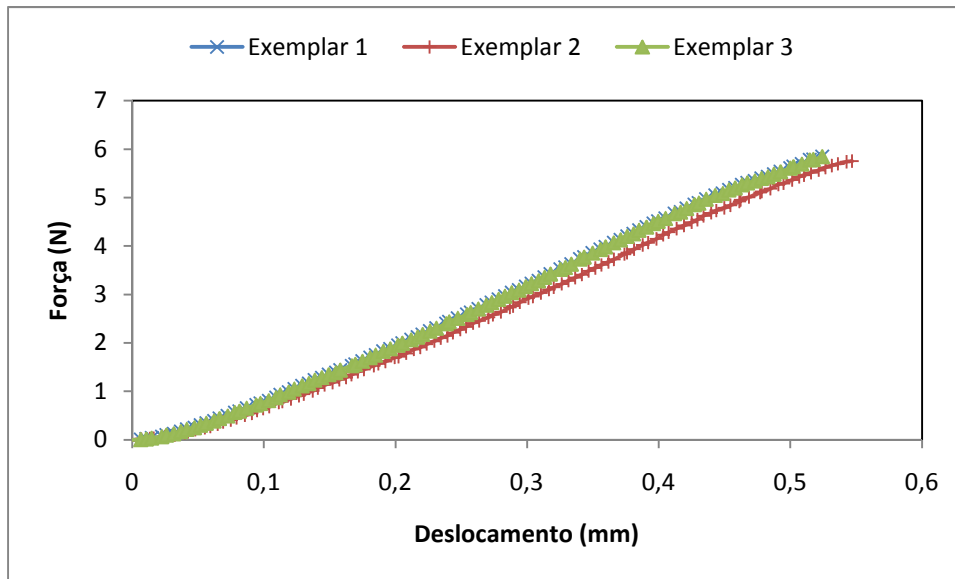


Figura 94 - Curvas de força vs deslocamento para o comprimento de sobreposição de 12,5 mm.

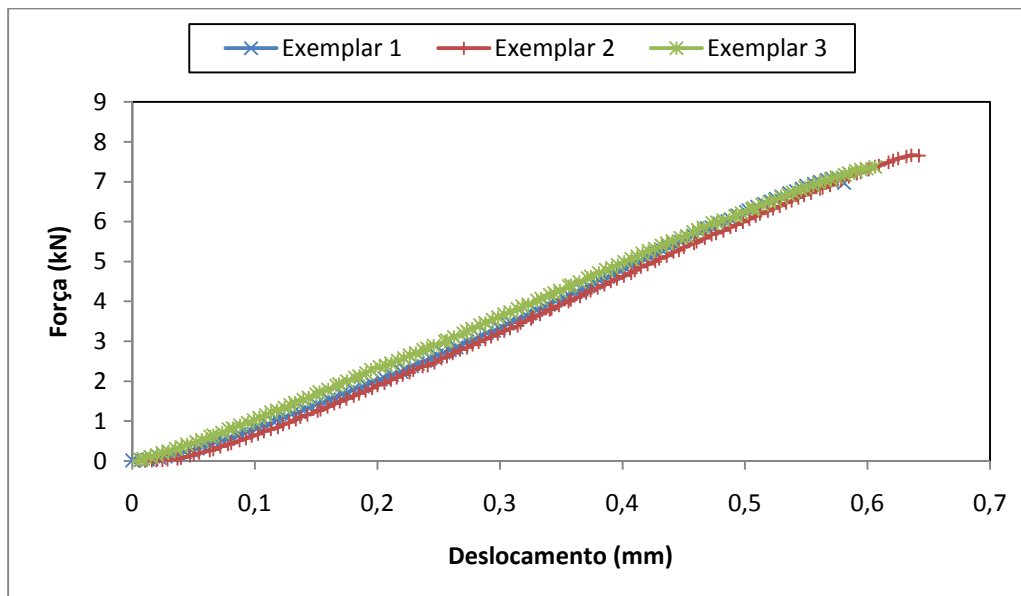


Figura 95 - Curvas de força vs deslocamento para o comprimento de sobreposição de 25mm.