



DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E DE FRATURA DE UM ADESIVO EPÓXIDO DÚCTIL

JOÃO EDGAR DA CUNHA PINTO

novembro de 2020

DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E DE FRATURA DE UM ADESIVO EPÓXIDO DÚCTIL

João Edgar da Cunha Pinto

1990715

2020

Instituto Superior de Engenharia do Porto

Engenharia Mecânica

DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E DE FRATURA DE UM ADESIVO EPÓXIDO DÚCTIL

João Edgar da Cunha Pinto

1990715

Dissertação apresentada ao Instituto Superior de Engenharia do Porto para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Engenharia Mecânica, realizada sob a orientação do Doutor Raul Duarte Salgueiral Gomes Campilho e coorientação da Mestre Mónica Glória Cardoso.

2020

Instituto Superior de Engenharia do Porto

Engenharia Mecânica

JÚRI

Presidente

Doutora Elza Maria Morais Fonseca

Professor Adjunto, ISEP

Orientador

Doutor Raul Duarte Salgueiral Gomes Campilho

Professor Adjunto, ISEP

Coorientador

Mestre Mónica Glória Cardoso

Professor Assistente Convidado, ISEP

Arguente

Doutor José Joaquim da Mota Machado

Investigador, TiTech

AGRADECIMENTOS

Este espaço pretende ser um lugar de honra, reconhecimento e gratidão, dedicado a todos quantos, ao longo destes dois anos, colaboraram comigo nas mais diversas frentes deste trabalho, concretamente, no encorajamento e superação dos obstáculos com que me deparei no processo de concretização do mesmo, até este ponto de chegada - a apresentação final do projeto.

Agradeço, com particular e veemente gratidão, ao professor Raul Duarte Salgueiral Gomes Campilho, meu Orientador, pelo trato sempre exigente e de rigor científico com que, de forma tão experiente, humana e compreensiva, me conduziu com indizível dedicação e inexcedível disponibilidade, nos "labirintos" deste trabalho, rumo à sua efetiva realização.

De igual modo, não podia ainda deixar de englobar no laço daquela gratidão que realiza os sentimentos mais nobres de quem a sente, a professora Mónica Glória Cardoso, minha Coorientadora, pela sua sempre pronta colaboração no processo de desenvolvimento e concretização deste Estudo, bem como a minha família e amigos que sempre, desde a minha inscrição no curso até à apresentação final deste Estudo, estiveram sempre presentes.

PALAVRAS CHAVE

Adesivo estrutural; Junta adesiva; Ductilidade; Tenacidade à fratura; *Bulk*; *Thick Adherend Shear Test*; *Double-Cantilever Beam*; *End-Notched Flexure*.

RESUMO

Nesta nova fase industrial, e com desenvolvimento de novos materiais, tem-se observado um incremento gradual na substituição de componentes, que veio alertar para outra situação que, na perspetiva global de um projeto, não é menos importante - a união dos vários componentes. No remoto e próximo passado, a união referida era efetuada por componentes mecânicos (rebites ou parafusos) ou por soldadura, mas estes métodos apresentam alguns inconvenientes, tais como aumento do peso, problemas corrosivos, concentrações de cargas nas zonas unidas e risco de fissuração. Devido a estes inconvenientes, surge a solução de ligação adesiva dos componentes. No entanto, para a aplicação desta técnica e para a utilização de ferramentas de cálculo que permitam ao projetista dimensionar estruturas adesivas, é fundamental o conhecimento das propriedades mecânicas e de fratura mais relevantes dos adesivos a usar.

Este estudo apresenta a caracterização de um adesivo estrutural que foi lançado recentemente no mercado, pelo que é fundamental caracterizá-lo para efeito de projeto de estruturas adesivas. Para tal, é necessário realizar ensaios de tração com provetes *bulk* para se obter propriedades mecânicas tais como o módulo de Young (E), a tensão de cedência (σ_y), a tensão de rotura à tração (σ_r) e a deformação de rotura à tração (ϵ_r). É também realizado o ensaio *Thick Adherend Shear Test* (TAST), que tem como finalidade caracterizar as propriedades mecânicas ao corte, e permite obter os resultados do módulo de corte (G), tensão de cedência ao corte (τ_y), tensão de rotura ao corte (τ_{max}), e deformação de rotura ao corte (γ). Através do ensaio *Double-Cantilever Beam* (DCB) calcula-se a taxa crítica de libertação de energia de deformação em modo I (G_{Ic}) pelos métodos *Compliance Calibration Method* (CCM), *Corrected Beam Theory* (CBT) e *Compliance-Based Beam Method* (CBBM). Por último, no ensaio *End-Notched Flexure* (ENF) calcula-se a taxa crítica de libertação de energia de deformação em modo II (G_{IIc}) pelos métodos *Compliance Calibration Method* (CCM), *Corrected Beam Theory* (CBT) e *Compliance-Based Beam Method* (CBBM).

Após a realização dos ensaios referidos e análise dos dados obtidos, verificou-se que existe uma boa repetibilidade entre provetes do mesmo ensaio e uma convergência de valores do adesivo caracterizado em laboratório com os valores do fabricante.

KEYWORDS

Structural adhesive; Adhesive joint; Ductility; Fracture toughness; Bulk; Thick Adherend Shear Test; Double-Cantilever Beam; End-Notched Flexure.

ABSTRACT

In this new industrial era, and with the development of new materials, there has been a gradual increase in the replacement of components, which has come to warn of another situation that, in the global perspective of a design project, is not less important - joining the various components. In the remote and near past, joining was accomplished by mechanical components (rivets or screws) or by welding, but these methods have some drawbacks, such as increased weight, corrosive problems, loads concentrations in the joined areas and risk of cracking. Due to these drawbacks, the adhesive bonding solution for components appears. However, for the application of this technique and for the use of design tools that enable the designer to design adhesive structures, it is essential to know the most relevant mechanical and fracture properties of the adhesives to be used.

This study presents the characterization of a recently launched on the market structural adhesive, making it essential to characterize it for the purpose of designing adhesive structures. For that, it is necessary to carry out bulk tensile tests to obtain mechanical properties such as Young's modulus (E), yield strength (σ_y), tensile strength (σ_t) and tensile failure strain (ϵ_f). The Thick Adherend Shear Test (TAST) is also performed, which aims to characterize the shear mechanical properties, and allows to obtain the results of shear modulus (G), shear yield strength (τ_y), shear strength (τ_{max}) and shear failure strain (γ). Through the Double-Cantilever Beam (DCB) test, the critical strain energy release rate in mode I (G_{Ic}) is calculated using the Compliance Calibration Method (CCM), Corrected Beam Theory (CBT) and Compliance-Based Beam Method (CBBM). Finally, in the End-Notched Flexure (ENF) test, the critical strain energy release rate in mode II (G_{IIc}) is calculated using the Compliance Calibration Method (CCM), Corrected Beam Theory (CBT) and Compliance-Based Beam methods Method (CBBM).

After carrying out the aforementioned tests and analyzing the obtained data, it was found that there is good repeatability between test specimens from the same test and a convergence of the values of the adhesive characterized in the laboratory with the manufacturer's values.

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

Lista de Abreviaturas

4ENF	<i>Four-Point End Notched Flexure</i>
AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i>
Al	Alumínio
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
CBT	<i>Corrected Beam Theory</i>
CCM	<i>Compliance Calibration Method</i>
DBT	<i>Direct Beam Theory</i>
DCB	<i>Double-Cantilever Beam</i>
DEM	Departamento de Engenharia Mecânica
DIN	<i>Deutsches Institut für Normung</i>
ELS	<i>End Loaded Split</i>
EN	<i>European Normalization</i>
ENF	<i>End-Notched Flexure</i>
ISEP	Instituto Superior de Engenharia do Porto
ISO	<i>International Standard Organization</i>
JSD	Junta de sobreposição dupla
JSS	Junta de sobreposição simples
LEFM	<i>Linear Elastic Fracture Mechanics</i>
LEM	Laboratório de Ensaios Mecânicos

LVDT	<i>Linear Variable Diferencial Transducer</i>
MEF	Método de Elementos Finitos
MDC	Modelos de Dano Coesivo
NF	Norma Francesa
TAST	<i>Thick Adherend Shear Test</i>
TDCB	<i>Tapered Double Cantilever Beam</i>
ZPF	Zona de Processo de Fratura

Lista de Símbolos

A	Área da secção transversal inicial do provete
a	Comprimento de fenda
a_e	Comprimento equivalente de fenda
b	Largura da junta; Largura do provete
C	Flexibilidade
C_0	Flexibilidade inicial
dA	variação de superfície da fenda
$d_{adesivo}$	Deslocamento do adesivo
$d_{substrato}$	Deslocamento do substrato
$d_{transdutor}$	Deslocamento do transdutor
$E; E_x$	Módulo de elasticidade longitudinal ou módulo de Young
E_f	Módulo de flexão equivalente
G	Módulo de elasticidade transversal ou módulo de corte, quando se refere a ensaios ao corte, e taxa de libertação da energia, quando se refere a ensaios de fratura

G_c	Taxa crítica de libertação de energia ou tenacidade à fratura
G_{Ic}	Taxa crítica de libertação de energia de deformação em modo I
G_{IIc}	Taxa crítica de libertação de energia de deformação em modo II
h	Distância entre extremidades dos dois entalhes; Altura de cada aderente
I	Momento estático de segunda ordem da viga
K	Fator de intensidade de tensão
l	Comprimento de sobreposição
M_f	Momento fletor
P	Força ou carga aplicada
$P_{máx}$	Força ou carga máxima aplicada
P_u	Carga aplicada por unidade de largura
$t, t_{adesivo}$	Espessura da camada adesiva
t_p	Espessura do provete
$t_{substrato}$	Espessura do substrato
U	Energia de deformação interna do sólido
W	Trabalho realizado pelas forças exteriores
θ_0	Rotação relativa dos aderentes na ponta da fenda
θ_p	Rotação relativa dos aderentes na linha de carregamento
ν	Coefficiente de Poisson
V_0	Deslocamento de corte entre os aderentes superior e inferior na extremidade da fenda
γ	Deformação de corte
$\gamma_{máx}$	Deformação de corte máxima

γ_f	Deformação de rotura ao corte
δ	Deslocamento
Δ	Varição; Fator de correção do comprimento de fenda
ε	Deformação à tração
ε_f	Deformação de rotura
σ	Tensão à tração
σ_r	Tensão de rotura à tração
σ_R	Tensão remota aplicada
σ_y	Tensão limite de elasticidade ou tensão limite elástico
τ	Tensão de corte
$\tau_{m\acute{a}x}$	Tensão de corte máxima
τ_r	Tensão de rotura ao corte

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - Alguns locais de aplicação dos adesivos nas viaturas ligeiras de passageiros [8]	11
Figura 2 - Esquema de ligações adesivas na construção da estrutura de um avião comercial [9]	12
Figura 3 - Avião com ligação através de sistema mecânico (rebites) [10] (a) e avião com ligação através de adesivos [11] (b).....	12
Figura 4 – Esquema da adesão de uma restauração adesiva à dentina por resina composta de acordo com a estratégia adesiva <i>etch-and-rinse</i> [15].	13
Figura 5 - Tipos de esforços a atuar numa junta adesiva [16]	13
Figura 6 - Tipos de rotura [5]	14
Figura 7 - Configurações mais comuns de juntas [5].....	15
Figura 8 - Provetes de tração de acordo com a norma EN ISO 527-2: a) provete longo, b) provete reduzido (dimensões em mm) [23].....	18
Figura 9 - Junta topo a topo com substratos cilíndricos [5, 24]	18
Figura 10 - Molde de para fabricação de provetes em adesivo maciço [29].....	20
Figura 11 - Cua tensão-deformação típica de um adesivo [30]	21
Figura 12 - Métodos para determinação da tensão limite de elasticidade σ_y [23].....	22
Figura 13 - Provelte <i>Napkin-ring test</i> [30]	23
Figura 14 - Provelte TAST (dimensões em mm) segundo a norma ISO 11003-2 [23].....	24
Figura 15 - Fixação para ensaio TAST [30]	25
Figura 16-Provetes TAST fabricados com e sem lâminas [40]	26
Figura 17 - extensómetro com bobine LVDT [23].....	27
Figura 18 - Medição dos deslocamentos no ensaio TAST [30]	28
Figura 19 - Provelte Arcan (dimensões em mm) [30].....	29
Figura 20 - Figura 30 - Método Arcan [43] a) vista explodida e b) fixação [30].....	29
Figura 21 - Provelte <i>Napkin-ring test</i> [30]	30
Figura 22 - Geometria de um provete usado no ensaio TAST sob a norma ISO 110033-[30]	30
Figura 23 - Calços ou lâminas para controlar a sobreposição e o filete de adesivo [23].....	31
Figura 24- Figura 41 - Modos de rotura em juntas adesivas [33].....	32
Figura 25 - Geometria do provete DCB segundo a norma ASTM D 3433 - 99 (dimensões em mm) [52] ..33	

Figura 26 - Representação esquemática do provete DCB [54]	33
Figura 27 - Representação esquemática do provete TDCB [47]	34
Figura 28 - DCB com blocos de carga (a) e dobradiças (b) [23]	34
Figura 29 - Setup ensaio DCB. Substratos com furos de carregamento (a) [5] e substratos com dobradiças (b) [41].	35
Figura 30 - Curva $P-\delta$ de um ensaio DCB [59]	35
Figura 31 - Fotografia captada durante um ensaio DCB (a) e pormenor da fotografia para avaliar a propagação da fenda (b) [41]	36
Figura 32 – Representação esquemática do carregamento da junta para determinar Δ [61].	37
Figura 33 – Representação esquemática da regressão linear para obter Δ devido à rotação dos substratos quando solicitados em modo I [61].	37
Figura 34 – Representação esquemática da ZPF e do conceito de α_e [63]	38
Figura 35 - Representação esquemática do ensaio ENF [23]	40
Figura 36 - Geometria e dimensões do provete 4ENF [23]	41
Figura 37 - Geometria e dimensões do provete ELS [23]	41
Figura 38 - Representação esquemática do ensaio ENF [23]	42
Figura 39 - Variação do rácio modo misto com assimetria da carga aplicada em provetes ADCB [46]	46
Figura 40 - Representação esquemática do ensaio ADCB [53]	46
Figura 41 - Geometria do provete ATDCB [71]	46
Figura 42 - Configuração do teste MMB [23]	47
Figura 43 - Geometria e dimensões do provete SLB [54]	47
Figura 44 - Esquema do teste FRMM [23]	48
Figura 45 - Esquema do ensaio CLS [23]	48
Figura 46 - Dimensões dos provetes maciços de adesivo pela norma NF T 76-142 (dimensões em mm) .52	
Figura 47 - Fabrico das amostras	53
Figura 48 - Configuração do ensaio de tração (<i>bulk</i> – provete 5) com o extensómetro mecânico posicionado	53
Figura 49 - Curvas $P-\delta$ dos provetes maciços	54
Figura 50 - Curvas $\sigma-\varepsilon$ dos provetes maciços	54
Figura 51 - Determinação da tensão limite elástico à tração a 0,2% (provete 5)	55
Figura 52 - Rotura dos provetes maciços (provete 2): rotura na zona não útil do provete e análise da superfície de rotura	55

Figura 53 - Rotura dos provetes maciços (provete 3): rotura na zona útil do provete e análise da superfície de rotura	56
Figura 54 – a) e b) limpeza e desengorduramento do gabarito com o auxílio da lixa e da acetona	57
Figura 55 - Fabricação de amostras TAST	57
Figura 56 - <i>Setup</i> do ensaio TAST: fixação do provete à máquina de ensaios e pormenor da instalação do extensómetro mecânico	58
Figura 57 - Rotura dos provetes TAST	59
Figura 58 - Curvas $P-\delta$ dos provetes TAST	59
Figura 59 - Curvas $\tau-\gamma$ dos provetes TAST	60
Figura 60 - Determinação da tensão limite elástico ao corte a 0,2% (provete 1)	60
Figura 61 - Rotura dos provetes TAST	61
Figura 62 - Representação esquemática dos provetes DCB utilizados (dimensões em mm) [77]	62
Figura 63 - Localização dos calços calibrados	63
Figura 64 - Amostra DCB após o ensaio	64
Figura 65 - Curvas $P-\delta$ dos provetes DCB	65
Figura 66 – Curvas - R de um provete DCB pelos métodos CCM, CBT e CBBM	66
Figura 67 - Marcação e colocação de calços nos substratos	67
Figura 68 - Provetes ENF com pinças para aplicação de pressão durante a cura	68
Figura 69 - Curvas $P-\delta$ dos provetes ENF	69
Figura 70 - Curva R obtida pelo ensaio ENF para o provete P8 através do método CBBM	69

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 – Vantagens e desvantagens de ligações adesivas [6]	10
Tabela 2 - Propriedades dos adesivos estruturais [20]	17
Tabela 3 - Testes de modo misto e respetivo rácio de modo misto [69]	45
Tabela 4 - Características técnicas do adesivo SikaForce® - 1722	51
Tabela 5 - Propriedades mecânicas obtidas à tração	56
Tabela 6 - Propriedades mecânicas obtidas ao corte	61
Tabela 7 – Valores de G_{Ic} obtidos através dos métodos CCM, CBT e CBBM	66
Tabela 8 - Valores de G_{IIc} obtidos através dos métodos CCM, CBT e CBBM	70

ÍNDICE

1	INTRODUÇÃO	3
1.1	Contextualização	3
1.2	Objetivos	3
1.3	Organização da dissertação	4
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	9
2.1	Ligações adesivas	9
2.1.1	Caraterização das juntas adesivas	10
2.1.2	Aplicações.....	10
2.1.3	Esforços possíveis.....	13
2.1.4	Modos de rotura	14
2.1.5	Tipos de ligações mais comuns	14
2.1.6	Adesivos estruturais	16
2.2	Caraterização de adesivos.....	17
2.2.1	Tipos de ensaios mais utilizados.....	17
2.2.2	Propriedades mecânicas à tração.....	19
2.2.2.1	Métodos de ensaio	19
2.2.2.2	Ensaio de provetes maciços	19
2.2.2.3	Procedimentos de ensaio	20
2.2.3	Propriedades mecânicas ao corte	22
2.2.3.1	Tensão de corte máxima e o módulo de corte. Métodos de ensaio	23
2.2.3.2	Ensaio TAST.....	23
2.2.3.3	Procedimentos de ensaio	25
2.2.4	Propriedades mecânicas em modo-misto	28
2.2.4.1	Métodos de ensaio	29
2.2.5	Propriedades de fratura à tração	31

2.2.5.1	Métodos de ensaio	32
2.2.5.2	Ensaio DCB	34
2.2.5.3	Procedimentos de ensaio	35
2.2.5.4	Métodos para determinação do G_{Ic}	36
2.2.6	Propriedades de fratura ao corte	40
2.2.6.1	Métodos de ensaio	40
2.2.6.2	Ensaio ENF	41
2.2.6.3	Procedimentos de ensaio	42
2.2.6.4	Métodos para determinação do G_{IIc}	42
2.2.7	Propriedades de fratura em modo-misto	44
2.2.7.1	Métodos de ensaio	45
3	DESENVOLVIMENTO	51
3.1	Escolha do adesivo a testar	51
3.2	Ensaio de tração de provetes maciços	52
3.2.1	Fabrico dos provetes	52
3.2.2	Ensaio realizados	53
3.2.3	Análise de resultados	53
3.2.3.1	Curvas $P-\delta$ e $\sigma-\epsilon$	54
3.2.3.2	Propriedades mecânicas	56
3.3	Ensaio TAST	57
3.3.1	Fabrico dos provetes	57
3.3.2	Ensaio realizados	58
3.3.3	Análise de resultados	58
3.3.3.1	Curvas $P-\delta$ e $\tau-\gamma$	59
3.3.3.2	Propriedades mecânicas	61
3.4	Ensaio DCB	62
3.4.1	Fabrico dos provetes	62
3.4.2	Ensaio realizados	64
3.4.3	Análise de resultados	64

3.4.3.1	Curvas P- δ e R	65
3.4.3.2	Propriedades de tenacidade	66
3.5	Ensaio ENF	67
3.5.1	Fabrico dos provetes	67
3.5.2	Ensaio realizado.....	68
3.5.3	Análise de resultados	68
3.5.3.1	Curvas P- δ e R	69
3.5.3.2	Propriedades de tenacidade	70
4	CONCLUSÕES E PROPOSTAS DE TRABALHOS FUTUROS	73
5	REFERÊNCIAS.....	77

INTRODUÇÃO

- 1.1 Contextualização
- 1.2 Objetivos
- 1.3 Organização da dissertação

1 INTRODUÇÃO

1.1 Contextualização

Não há dúvida que nos tempos modernos, o tempo futuro se confunde cada vez mais com o presente. Vivemos na era da cibernética onde a ciência em geral, as novas tecnologias e as metodologias de investigação e experimentação da engenharia evoluem ao ritmo das novas e exigentes necessidades do novo mundo. Neste contexto cabe afirmar-se que o uso, a diversificação e o incremento de adesivos, muito embora ainda não estejam tão desenvolvidas como a tradicional soldadura ou as ligações aparafusadas, se tornou na resposta técnica mais eficaz para unir materiais, de diferente rugosidade, combinando a resistência com a leveza dos mesmos, permitindo, assim, não só uma maior sustentabilidade e durabilidade das estruturas mas também uma maior resistência à fadiga.

A aplicação técnica destes adesivos implica o conhecimento prévio das suas propriedades mecânicas, pois as ligações adesivas estão sujeitas à combinação e/ou à variação da tração, do corte, do arrancamento e da clivagem.

A criação, a diversificação, a evolução, o aperfeiçoamento e o uso de novos adesivos têm tido, hoje em dia, grandes e manifestos incrementos, todavia, deve anotar-se que tem falhado neste processo e progresso tecnológico, a sua caracterização exímia e exigente. Tal falha, tem-se revelado bastante prejudicial à afirmação tecnológica de alguns destes adesivos que muitas vezes deixam de ser opções viáveis sendo substituídos por outras alternativas. É já considerável a diversificação e a aplicação de adesivos, contudo não se pode ou deve afirmar o primado de uns sobre os outros, pois cada um tem a sua área de aplicação e utilidade. O importante é que, tal como foi referido acima, estes sejam devidamente caracterizados para que o menu variado de escolhas para uma determinada aplicação seja tecnicamente a mais adequada e eficaz possível.

1.2 Objetivos

Este trabalho tem como escopo central a caracterização do adesivo estrutural SikaPower-1277 da empresa Sika, relativamente às propriedades mecânicas e de fratura. De forma a obter o conhecimento da resistência de estruturas adesivas ligadas com o mesmo. De forma a obter-se esse conhecimento, realiza-se os ensaios de corte, de tração e de fratura através do modo I e modo II. Para tal é necessário obter-se:

- A tensão limite elástico à tração, σ_y , e ao corte, τ_y ;
- O módulo de Young, E ;
- O módulo de corte, G ;
- A deformação de rotura à tração, ε , e ao corte, γ ;
- A tensão de rotura à tração, σ_r , e ao corte, τ_r ;
- A taxa limite de libertação de energia em modo I, G_{Ic} ;
- A taxa limite de libertação de energia em modo II, G_{IIc} .

De forma a obter estes dados, fabrica-se os provetes necessário para a execução dos respetivos ensaios, como provetes *bulk*, obtém-se as propriedades mecânicas à tração, os provetes TAST, obtém-se as propriedades mecânicas ao corte, os provetes DCB obtém-se as propriedades à tração de fratura em modo I e os provetes ENF obtém-se as propriedades ao corte de fratura em modo II. Para se obter a tenacidade à fratura à tração (taxa crítica de libertação de energia à tração) G_{Ic} e ao corte G_{IIc} . Estes métodos necessitam da medição do comprimento de fenda e também através do método do comprimento de fenda equivalente. É de elevada importância o conhecimento das propriedades mecânicas e de fratura dos materiais, de forma a prever a sua melhor empregabilidade no contexto da sua aplicação industrial.

O adesivo em estudo é o SikaPower® - 1277, que tem como características:

- Alta resistência e rigidez;
- Alta resistência à fluência;
- Elevada resistência à fadiga;
- Elevada resistência ao impacto.

Este adesivo é aplicado na indústria automóvel, eólica, ferroviária, agricultura, entre outras [1].

1.3 Organização da dissertação

Este estudo apresenta-se, estruturalmente, dividido em 4 capítulos, a saber:

Capítulo 1 – Detém-se na contextualização geral do tema em foco – os adesivos. Neste espaço, são apresentados os aspetos principais inerentes à área dos adesivos. Os objetivos a que este estudo se propõe são também aqui outro assunto de destaque.

Capítulo 2 – Apresenta-se a revisão bibliográfica que constituiu o principal suporte teórico do estudo. Neste quadrante, dão-se a conhecer os mais variados aspetos/características, vantagens/desvantagens, tipos de ligação clássicos/adesivos e ainda tipos de ensaios para a caracterização das propriedades adesivas.

Capítulo 3 – É o epicentro do desenvolvimento do estudo. Tenta-se como que abrir as portas de um laboratório técnico-experimental onde o adesivo e tudo o que a ele dizia respeito foi tecnicamente testado em várias etapas, a saber:

- A seleção do adesivo;
- A produção de provetes;
- A realização dos ensaios;
- A (re)análise dos resultados experimentais;
- A comparação entre os resultados obtidos e os do fornecedor.

Capítulo 4 – Apresentam-se as principais conclusões do estudo realizado e propostas de trabalhos futuros.

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

- 2.1 Ligações adesivas
- 2.2 Caracterização de adesivos

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

As juntas unidas por adesivo têm imensas aplicações em sectores de atividade que valorizam a sua relação resistência-peso, a sua resistência à corrosão e a facilidade com que estas são executadas. Nestes aspetos, este tipo de ligação é vantajoso relativamente aos métodos tradicionais de ligação como por exemplo as ligações aparafusadas ou soldadas [2-4].

Antes de desenvolver, propriamente, a temática deste estudo, considera-se importante a apresentação preliminar, muito embora em formato tópico, de alguns aspetos/conceitos fundamentais da mesma. Quando o enfoque é a caracterização do adesivo é necessário considerar previamente a compreensão dos seguintes aspetos: escolha do material, o tipo de união, a geometria das juntas, tratamento superficial, entre outros.

2.1 Ligações adesivas

Os materiais foram evoluindo ao longo dos últimos anos. Por forma a acompanhar esta evolução, as uniões dos mesmos sofreram também uma transformação, ou seja, algumas indústrias optaram por substituir os métodos tradicionais de ligação por juntas adesivas. Este método de ligação tem provado ser mais eficazes, eficientes e resistentes às condições ambientais adversas. De um modo geral, obtêm-se ligações mais duradouras em comparação com os métodos de ligação clássicos, de forma a manter intacta a sua estrutura, com materiais iguais ou diferentes. Apresentam-se de seguida os vários tipos de processos de ligação [5]:

- Ligações por soldadura:
 - por aquecimento direto (gás, resistência, infravermelhos e laser);
 - de explosão.
- Ligações mecânicas (rebitadas, aparafusadas e brasagem);
- Ligações por adesivos;
- Ligações por solventes;
- Ligações por aquecimento:
 - Induzido (indução, dielétrico e eletrofusão);
 - Gerado por fricção (vibração e ultrassons).

Este método de ligação entre materiais idênticos ou de diferentes naturezas, tem evoluído com o passar dos tempos, o que tem provocado uma maior panóplia em termos de gamas de escolha, de forma a ligar os materiais diversos e a provocar um aumento qualitativo do seu índice de desempenho e de eficiência, relativamente a outros tipos de ligações. Não existe uma opção primordial por um dos métodos para ligações, devido à sua grande diversidade, mas existem métodos mais apropriados a uma função do que a outra, conforme a necessidade e exigência da sua aplicação, os tipos de materiais a ligar, o tipo de junta e restrições.

Esta tecnologia vai crescendo e consolidando a sua posição no mercado mundial, principalmente pela indústria naval, aeronáutica e automóvel [6].

As vantagens principais das ligações adesivas são a diminuição de peso, a resistência da ligação e a possibilidade de ligar materiais diversos. Na Tabela 1 enumeram-se as principais vantagens e desvantagens deste tipo de ligação relativamente às ligações tradicionais [6].

Tabela 1 – Vantagens e desvantagens de ligações adesivas [6]

Vantagens	Desvantagens
<ul style="list-style-type: none"> • Menor peso das estruturas; • Ligação de materiais diferentes; • Distribuição uniforme de tensões; • Amortecimento de vibrações; • Capacidade de unir formas complexas e complexas e superfícies irregulares; • Ligação e vedação simultâneas; • Resistência à fadiga. 	<ul style="list-style-type: none"> • Irreversibilidade do processo; • Redução dos esforços de arrancamento e clivagem; • Fraca resistência ao arrancamento; • Fraca resistência à propagação de fendas; • Preço elevado, relativamente a ligações mecânicas; • Necessidade de estudar o comportamento/resistências de juntas adesivas com envelhecimento (água e temperatura).

2.1.1 Caracterização das juntas adesivas

2.1.2 Aplicações

A nível mundial, a utilização da tecnologia de ligações adesivas encontra-se em diversos campos de aplicação e numa franca expansão. Para tal, a seleção do melhor adesivo para a determinada função é um fator preponderante e, para isso, têm de ser considerados os limites de resistência a que o adesivo vai ser solicitado. A vida útil do

adesivo também tem de ser tida em conta, pois depende das condições de serviço em termos de envelhecimento.

As propriedades do material do adesivo e a capacidade de resistência devem ser tidas em conta a nível de projeto. Os seus requisitos de processamento são importantes para uma análise de avaliação adequada da sua seleção.

A nível mundial, a utilização de adesivos continua em franco crescimento, transversal a todos os sectores, nomeadamente os abaixo referidos:

- Indústria automóvel

A preocupação e intuito da diminuição do peso estrutural originou um aumento na aplicação de juntas adesivas, devido à substituição dos materiais ditos convencionais (necessidade da substituição da utilização de aço em chassis por materiais em alumínio, compósitos e plásticos técnicos), que são impossíveis de se ligarem por métodos tradicionais.

Nas linhas de montagem de automóveis são utilizadas quantidades consideráveis de adesivos estruturais por veículo (na Figura 1 podem-se visualizar diferentes locais de aplicação). Sendo as ligações adesivas elementos essenciais em variadíssimas fases de produção automóvel, podem-se distinguir seis aplicações principais [7]:

- *Direct glazing* (vidragem direta), a aplicação de para-brisas (Figura 1 - A);
- Exterior dos automóveis, aplicação de estruturas externas, tais como *spoilers*, *ailerons*, placas de teto, entre outras (Figura 1 - B);
- Interior dos automóveis, agregação de tabliers, tecidos, placas eletrónicas, consolas de bordo, entre outros (Figura 1 - C);
- Estrutura da carroçaria, montagem da estrutura interna do automóvel (Figura 1 - D);
- Reforço estrutural do chassis, instalação de estruturas responsáveis por conferir resistência extra ao veículo. Estas estruturas utilizam grandes quantidades de adesivos estruturais (Figura 1 - E);
- *Sound damping* (redução e amortecimento do ruído), utilização de adesivos e selantes com o intuito de impor uma melhor acústica no automóvel e reduzir o ruído externo (Figura 1 - F).

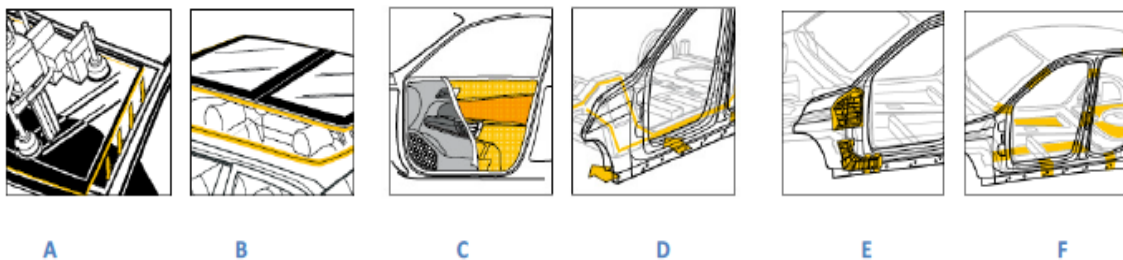


Figura 1 - Alguns locais de aplicação dos adesivos nas viaturas ligeiras de passageiros [8]

- Indústria aeronáutica

Na construção de um avião os principais adesivos utilizados são adesivos estruturais, que visam a construção da estrutura do mesmo, como se pode observar na Figura 2 e Figura 3. Outro exemplo são as proteções dos reatores, que requerem um máximo de exigência a nível mecânico, onde a temperatura e as vibrações são fatores preponderantes e condicionantes para a seleção do adesivo e dimensionamento da junta.

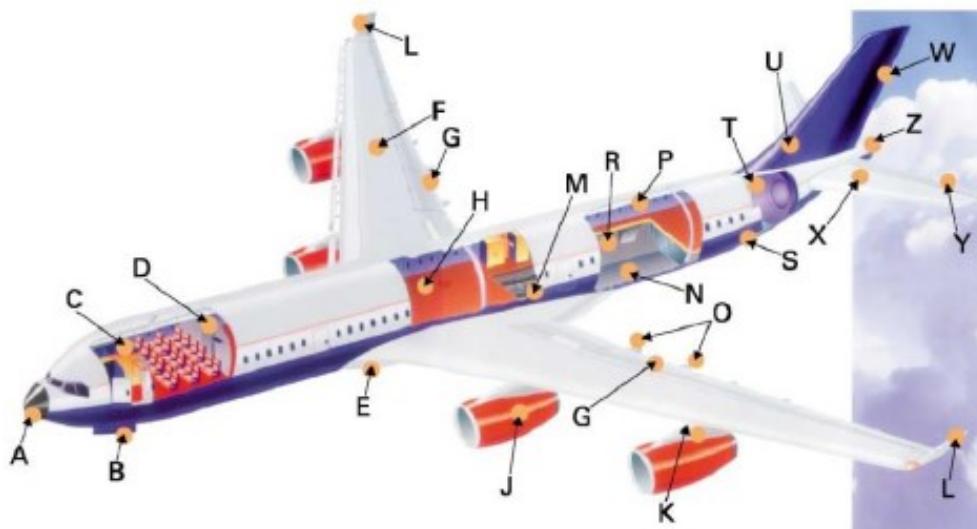


Figura 2 - Esquema de ligações adesivas na construção da estrutura de um avião comercial [9]

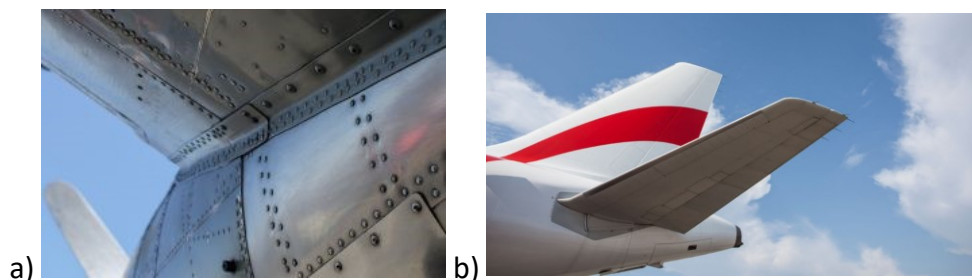


Figura 3 - Avião com ligação através de sistema mecânico (rebites) [10] (a) e avião com ligação através de adesivos [11] (b)

- Medicina

Em 1955 teve início a utilização de adesivos na medicina, através de Buonocore, que propôs a aplicação de ácido fosfórico no esmalte dentário como forma de criar micro retenções que permitam a adesão de resinas [12, 13].

A união micromecânica entre o esmalte e à dentina, através de um processo de desmineralização dos dentes e da infiltração do adesivo, dá-se após a sua polimerização [14].

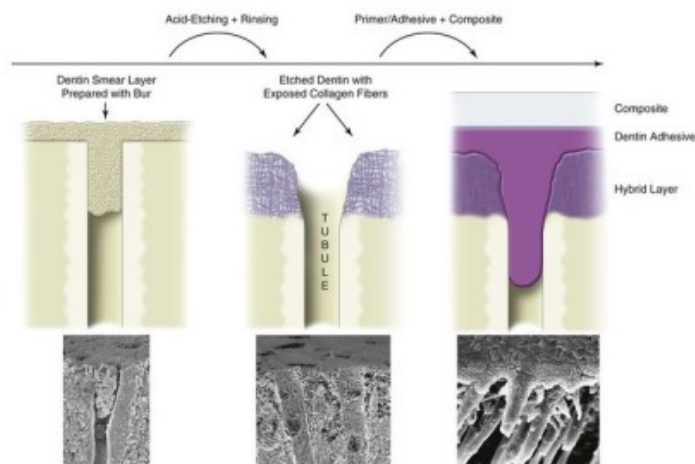


Figura 4 – Esquema da adesão de uma restauração adesiva à dentina por resina composta de acordo com a estratégia adesiva *etch-and-rinse* [15].

2.1.3 Esforços possíveis

As ligações adesivas estão essencialmente sujeitas aos tipos de cargas visualizados na Figura 5 [16].

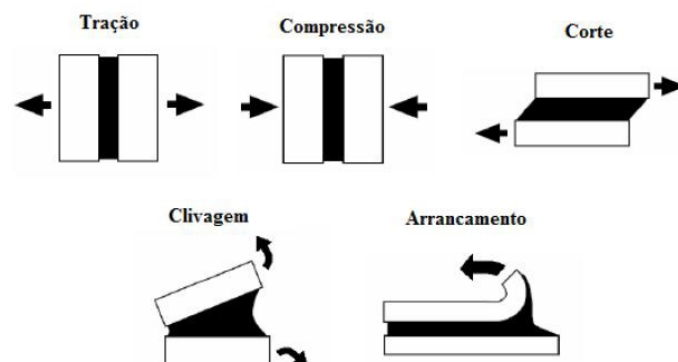


Figura 5 - Tipos de esforços a atuar numa junta adesiva [16]

Estas cargas podem ser caracterizadas [5, 17, 18] como:

- Cargas de tração/compressão – são esforços originados por forças a atuar perpendicularmente ao plano de colagem e que são distribuídas uniformemente ao longo da área de adesão;
- Cargas de corte – são esforços que surgem quando as cargas são aplicadas ao longo da área de adesão e que provocam escorregamento entre os dois aderentes;
- Cargas de clivagem – ocorrem quando as forças na extremidade de uma junta rígida atuam de forma a separar dos substratos;

- Cargas de arrancamento - ocorrem quando as forças na extremidade de uma junta rígida atuam de forma a separar dos substratos. Este caso de carga é idêntico ao da clivagem, embora neste caso um dos ou ambos os substratos são flexíveis, de tal forma que o ângulo de separação que pode ser maior no arrancamento do que na clivagem.

2.1.4 Modos de rotura

As cargas/esforços a que estão sujeitas as juntas adesivas provocam os tipos de rotura que se podem ver na Figura 6.



Figura 6 - Tipos de rotura [5]

Estas roturas podem ser caracterizadas por [5]:

- Rotura adesiva, Figura 6 a) – ocorre na interface entre o adesivo e um dos substratos. Um dos substratos ficará sem qualquer vestígio de adesivo;
- Rotura coesiva, Figura 6 b) – é provocada pela ligação do adesivo ao substrato ser mais forte do que a própria resistência do adesivo, pelo que existe um rompimento pelo próprio adesivo, existindo vestígios do mesmo em ambos os substratos. Este é o tipo de rotura mais vulgar, pois basta existir uma fina película de adesivo num dos substratos (mesmo sendo invisível a olho nu), para a rotura ser considerada coesiva;
- Rotura de um dos aderentes, Figura 6 c) – uma junta devidamente projetada e aplicada irá romper pelo substrato e nunca pelo próprio adesivo;
- Rotura mista, Figura 6 d) – devido a um mau procedimento de tratamento superficial ou uma possível deficiência na limpeza dos substratos, existirá uma combinação de roturas adesiva e coesiva.

2.1.5 Tipos de ligações mais comuns

Os adesivos estruturais que estão na base da evolução tecnológica das diferentes indústrias que usam este método de ligação são os adesivos epóxicos, devido às suas propriedades mecânicas e químicas atrativas. Por outro lado, a utilização de juntas adesivas em geral fica limitada pela baixa resistência dos adesivos a elevadas

temperaturas e sob o efeito de humidade, o que pode provocar a desunião (perda de adesão entre o substrato e o adesivo).

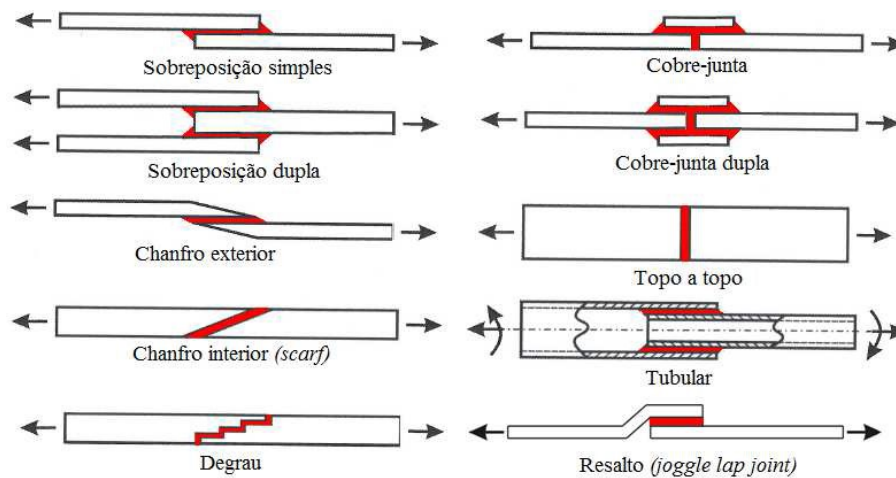


Figura 7 - Configurações mais comuns de juntas [5]

De seguida, descrevem-se os tipos de junta apresentados na Figura 7:

- A junta de sobreposição simples é a mais utilizada devido a serem de fácil fabricação, os adesivos estarem sujeitos praticamente a esforços de corte e poderem ser aplicadas em aderentes finos.
- A junta de sobreposição dupla reduz os efeitos de flexão, como também não requer maquinaria dos aderentes, porém a sua produção é mais demorada do que as juntas de sobreposição simples.
- A junta de chanfro exterior diminui os efeitos de arrancamento nas extremidades, mas o tempo de fabrico é mais moroso, e o seu processo de fabrico é mais caro devido à necessidade em maquinar/produzir o chanfro.
- A junta de chanfro interior provoca a diminuição dos gradientes de esforço ao longo do adesivo, mas apresenta um tempo de fabrico mais elevado, um processo de fabrico mais caro e dificuldade em maquinar/produzir o chanfro.
- A junta em degrau origina uma diminuição dos esforços de arrancamento, mas tem um tempo de fabrico elevado. Em materiais compósitos, a maquinaria pode danificar as fibras.
- A junta cobre-junta tem uma resistência superior às juntas de sobreposição simples, mas também se encontra sujeita a esforços de arrancamento.
- A junta cobre-junta dupla origina uma redução no aparecimento de esforços de flexão, no entanto tem um tempo de fabrico elevado.
- A junta topo a topo é de simples fabricação, mas por outro lado a sua eficácia é reduzida (concentração de tensões de arrancamento e corte nas extremidades) e não permite esforços de flexão (clivagem).
- A junta tubular é muito útil na ligação de tubos, mas existe pouco conhecimento sobre a distribuição de tensões.

- A junta de ressalto é a forma mais simples e eficaz de forma a garantir um alinhamento das forças.

2.1.6 Adesivos estruturais

Os adesivos estruturais, que têm por base um material polimérico, quando aplicados entre superfícies, promovem a sua ligação e resistem à separação das mesmas por ações combinadas de esforços de tração, compressão, corte, clivagem e arrancamento. Os adesivos estruturais, que apresentam uma grande contribuição para a rigidez e resistência da estrutura [6], são usados em aplicações permanentes e devem apresentar elevada resistência mecânica, e ser divididos nas seguintes famílias [16]:

- Epóxidos – adesivo composto por uma resina epóxida (com uma boa resistência mecânica à tração e ao corte, de fácil aplicação, mas com fraca resistência ao arrancamento) e por um endurecedor ou agente de cura. As suas propriedades poderão ser alteradas de acordo com a relação entre esta resina e outras que se poderão adicionar (poliamida, fenólico, entre outras) [16]. É muito versátil, pois adere bem a todo o tipo de substrato, com a exceção de alguns polímeros e elastómeros com baixa energia superficial. Dependendo do tipo de resina utilizada, assim como da formulação específica do mesmo, podem oferecer ao utilizador uma variedade de propriedades ao adesivo, bem como uma ampla diversidade de aplicação e características de cura [16].
- Fenólicos - adesivo composto por uma resina fenólica (com uma boa resistência mecânica, ao calor, boa estabilidade dimensional e elevada resistência à humidade), é usado principalmente para colar madeira, ou então para ligar este material ao metal;
- Acrílicos – este adesivo tem como constituinte principal o monómero de metacrilato de metila (matéria-prima do acrílico) e permite várias variações na sua composição química, o que confere diferentes características. No geral, estes adesivos têm boa resistência mecânica ao corte, boa aderência, facilidade de utilização e curam rapidamente à temperatura ambiente. Os adesivos em acrílico são utilizados, maioritariamente, na junção de termoplásticos como o PVC, em borrachas, e até em aço e alumínio, pois aderem facilmente a qualquer superfície, lisa ou rugosa;
- Poliromáticos – adesivos utilizados por resistirem a temperatura elevadas, mas o seu processamento é muito difícil, pois requerem longos tempos de cura e com ciclos de pressão e temperaturas elevadas. São frágeis à temperatura ambiente;
- Poliuretanos – são adesivos com um elevado poder de adesão na maioria dos materiais (mesmo nos mais difíceis, como polímeros e compósitos), e têm um bom desempenho a baixa temperatura, boa tenacidade, molhabilidade, resistência ao arrancamento e à abrasão, a choques e vibrações e, ainda, bom comportamento na presença de humidade. São flexíveis, mas exigem uma boa preparação da superfície e uma correta proporção na mistura, sendo muito sensíveis à sua variação [19, 20].

Na Tabela 2 podem ser observadas algumas das propriedades mais relevantes de alguns adesivos que já foram caracterizados anteriormente. Com estes dados é possível verificar qual o melhor adesivo a utilizar para as diferentes aplicações, bem como os valores limites das propriedades pelos quais eles poderão atuar. Contudo, a área dos adesivos estruturais encontra-se em constante evolução, o que implica que os valores apresentados pelos fabricantes sejam meramente indicativos.

Tabela 2 - Propriedades dos adesivos estruturais [20]

Tipos de adesivo	Resistência ao corte [MPa]	Temp. máxima de utilização em contínuo [°C]	Resistência à fluência	Resistência ao arrancamento	Resistência a choques	Resistência a solventes
Fenólico-Vinílico	17 a 35	100 a 130	boa	média	boa	mediocre
Fenólico-Nitrilo	13 a 30	140 a 170	boa	média	boa	boa
Anaeróbicos (acrílicos)	10 a 40	120 a 150	média	boa	boa	média
Cianoacrilato	10 a 35	80	má	mediocre	má	má
Poliuretano	8 a 15	90	boa	média	boa	boa
Poliimida	10 a 15	250 a 300	má	boa	mediocre	boa
Epóxido	15 a 45	80 a 150	mediocre	boa	má	boa
Epóxido-Poliamida	15 a 25	80	boa	mediocre	boa	mediocre
Epóxido-Polisulfid	15 a 25	80	boa	mediocre	boa	boa
Epóxido-Fenólico	20	200 a 250	mediocre	boa	má	boa
Epóxido-Nitrilo	10 a 46	100 a 120	média	boa	boa	boa

2.2 Caracterização de adesivos

Para caracterizar um adesivo, é necessário proceder a alguns ensaios, sendo o mais comum o ensaio de tração, que tem como finalidade obter dados de projeto sobre a resistência do adesivo. Este ensaio tem também como objetivo o controlo da qualidade da junta adesiva.

As propriedades mais relevantes de um adesivo são as seguintes: o módulo de elasticidade (declive da curva no domínio elástico), a tensão de cedência, que corresponde à transição elástica/plástica, a tensão de rotura, a deformação de rotura e a tenacidade à fratura. Todas estas propriedades, exceto as tenacidades à fratura, são obtidas da curva de tensão/deformação, que é obtida da curva $P-\delta$ que é dada pelo *software* da máquina de ensaios de tração [6, 21]. Estas propriedades é que caracterizam o adesivo sendo que, para o adesivo ser estrutural, a resistência ao corte deve ser superior a 6,9 MPa à temperatura ambiente [22].

2.2.1 Tipos de ensaios mais utilizados

Os ensaios mais comuns para determinar as propriedades à tração são os ensaios em juntas adesivas e os ensaios que utilizam provetes de adesivo maciço (*bulk*). Através dos ensaios em provetes maciços (*bulk*) obtêm-se as seguintes informações: o módulo de elasticidade longitudinal, o coeficiente de Poisson e a tensão de rotura [6]. A fabricação dos provetes *bulk* rege-se pela norma EN ISO 527-2 (Figura 8), na qual podem ser

produzidos provetes longos ou reduzidos. A seleção do tipo de provete depende da rigidez do adesivo.

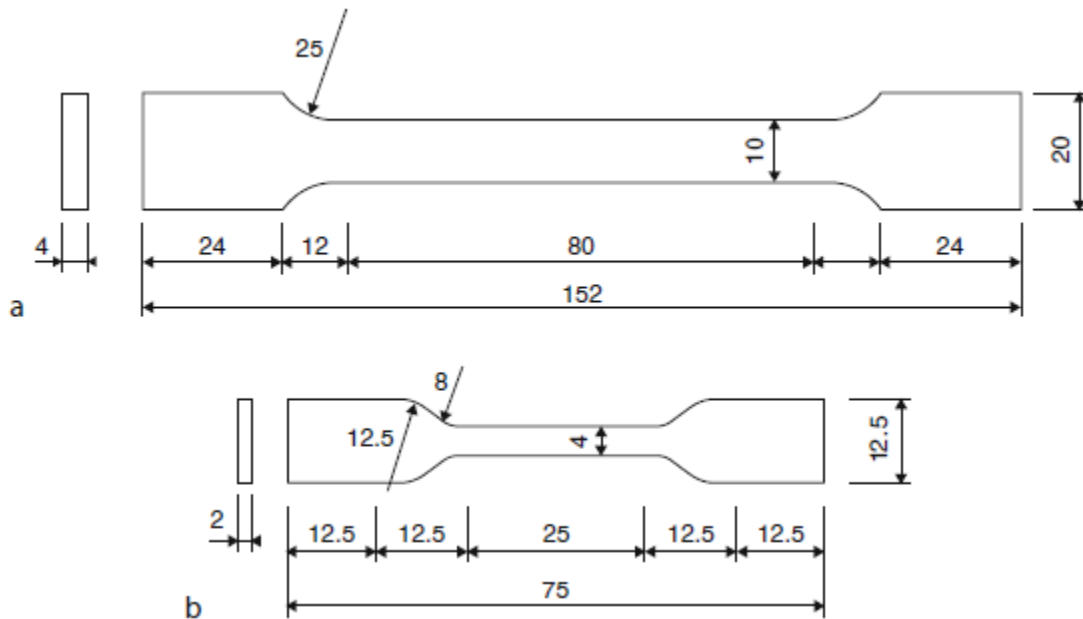


Figura 8 - Provetes de tração de acordo com a norma EN ISO 527-2: a) provete longo, b) provete reduzido (dimensões em mm) [23]

O ensaio em juntas topo a topo também permite obter as propriedades à tração. Por norma, os substratos são elaborados em aço, os quais são ligados topo a topo, sendo a sua secção circular ou retangular (Figura 9). Neste tipo de ensaio o provete é solicitado axialmente até à rotura. Para garantir que os aderentes estão devidamente alinhados e posicionados, é necessário recorrer ao uso de gabaritos, dado que os pequenos desalinhamentos dos aderentes pode provocar uma pequena diferença na rigidez [23].

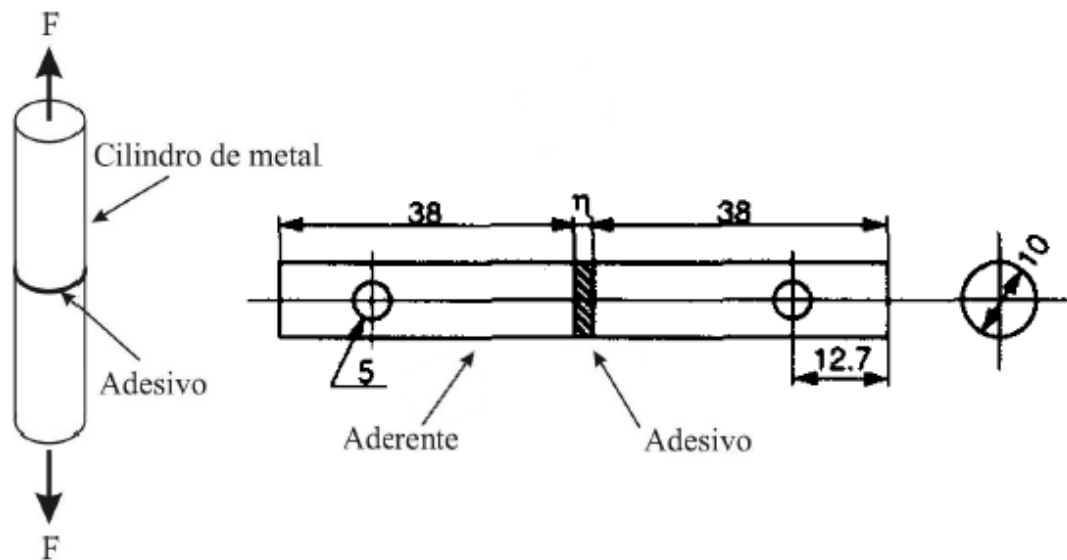


Figura 9 - Junta topo a topo com substratos cilíndricos [5, 24]

2.2.2 Propriedades mecânicas à tração

Para determinar as propriedades mecânicas de adesivos, recorre-se frequentemente ao ensaio destrutivo denominado de ensaio de tração. Este ensaio é de prática corrente, dado ser de fácil elaboração e de rápida execução. Muitos autores têm vindo a desenvolver muitos estudos no que concerne aos ensaios de tração, pelo que é relativamente fácil de encontrar muita informação sobre os mesmos.

Com o ensaio de tração obtém-se a curva tensão-deformação, com a qual é possível determinar o módulo de elasticidade longitudinal, a tensão de transição elástica-plástica, a tensão máxima e a deformação de rotura. Por outro lado, a tensão é calculada através da divisão da força em cada momento pela área inicial transversal da zona útil do provete [6].

2.2.2.1 Métodos de ensaio

Os ensaios de junta topo a topo (*butt-joint*) e os ensaios de provetes de adesivo maciço (*bulk*), são os ensaios mais utilizados para determinar as propriedades de um adesivo à tração [23]. Deve-se realçar que os ensaios em provetes maciços são de fácil realização e que a espessura a utilizar deve ser a mínima possível, de forma a representar a camada fina presente em juntas adesivas [25].

Por outro lado, o ensaio de junta topo a topo utiliza substratos com secção circular em aço e ligados por uma camada de adesivo. Este ensaio tem como contrapartida a dificuldade na obtenção das propriedades mecânicas à tração devido à precisão necessária no fabrico dos provetes e no alinhamento dos mesmos durante o ensaio [6].

2.2.2.2 Ensaio de provetes maciços

Os ensaios de provetes maciços regem-se dimensionalmente pela norma EN ISO 527-3 [26] (Figura 8), na qual é definido que o ensaio de provetes maciços consiste na solicitação de forma contínua crescente através de uma força de tração uniaxial, registando-se tanto esta força, como também o alongamento sofrido pelo provete na sua secção útil. O desenho da curva de tensão vs. deformação está diretamente relacionada com a medição das deformações por transdutores que se aplicam no provete ou através de meio ótico de medição [6].

Na norma estão especificadas duas configurações de provete, que se designam por provete longo e por provete reduzido. A rigidez do adesivo é que vai definir qual o tipo de provete a usar. Quanto mais rígido for o adesivo, menor irá ser a sua deformação, pelo que o provete de maior dimensão é o mais adequado. É necessário eliminar as porosidades ou vazios nos provetes, de modo a não comprometer os dados obtidos [27].

Para reduzir ao máximo os defeitos designados por “bolhas de ar”, é necessário recorrer à técnica de libertação por vácuo, cujo procedimento é elevar a temperatura para o

adesivo ficar mais fluído e assim as bolhas saírem do interior para o exterior. Outra técnica possível é a da pressão hidrostática, na qual se comprime o ar existente até a um volume irrisório, de forma a que este se dissolva no adesivo [27].

Existem duas formas de produzir os provetes maciços: através de pressão entre pratos ou por injeção num molde [28]. Pela injeção no molde, injeta-se manualmente o adesivo no mesmo, por meio de uma pistola, sendo que a placa inferior suporta todo o conjunto do molde, a placa intermédia garante a geometria e também a espessura do provete, e a placa superior fecha o molde (Figura 10) [29]. Esta opção é a mais viável caso o adesivo seja pouco viscoso. No caso de o adesivo ser muito viscoso, a opção pressão entre pratos é a mais indicada.

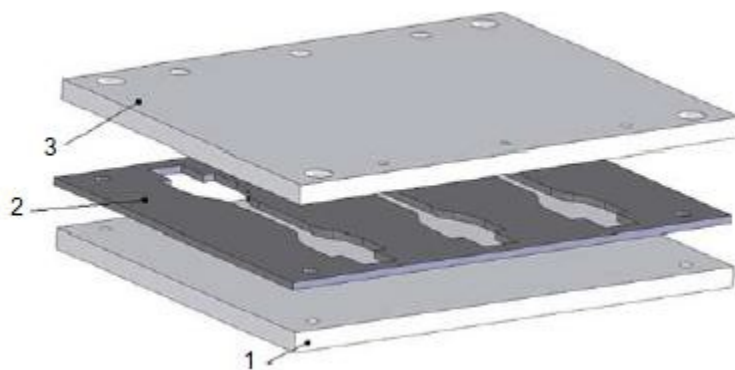


Figura 10 - Molde de para fabricação de provetes em adesivo maciço [29]

Para otimizar o processo de fabrico dos provetes, por forma a desmoldá-los adequadamente após a cura sem que os mesmos fiquem colados aos moldes e ou pratos, coloca-se desmoldante em todas essas superfícies. Com este cuidado, também se previne a rotura dos provetes durante a desmoldação [6, 27].

2.2.2.3 Procedimentos de ensaio

Para alcançar o êxito com os diferentes ensaios é necessário seguir os procedimentos transcritos nas normas. Nestas normas, estão definidos os procedimentos e as condições a ter nos ensaios a realizar. No que concerne aos procedimentos, é de salientar qual o tipo de preparação das amostras, a velocidade a usar, a geometria mais adequada, o tipo de tratamentos superficiais, caso sejam necessários, entre outros aspetos. Quanto às condições nas quais se realizam os ensaios, é necessário ter em conta a temperatura e a humidade relativa no espaço no qual se elabora os ensaios, dado que estes influenciam os resultados. Também é necessário verificar as características mecânicas dos provetes em questão. Deve-se ter em atenção que os adesivos a testar não devem ter uma temperatura de transição vítrea próxima da temperatura do local do ensaio [30].

Os ensaios devem ser realizados numa máquina homologada para estes fins. Prendem-se os provetes nas amarras de forma bem apertada para que não haja escorregamento,

garantindo que o provete não fica desalinhado. Desta forma, a rotura vai ocorrer na zona útil do provete. As amarras, por norma, têm uma distância normalizada descrita nas normas e deve ser cumprida sempre que seja possível. É importante o seu correto alinhamento, de forma a eliminar possíveis esforços transversais e de flexão, através da rotação das amarras. As tensões limite requerem equipamentos de medição extremamente precisos, como a célula de carga, que mede a força aplicada a cada instante do ensaio. Para uma maior precisão de resultados, recomenda-se que a capacidade da célula de carga seja superior em apenas uma ordem de grandeza relativamente à força de rotura dos provetes [9]. Para adesivos de elevada resistência, pode ser utilizada uma célula de carga até 5 kN, enquanto para adesivos de baixa resistência é suficiente utilizar uma célula de carga de 1 kN [23].

Para analisar a ductilidade e flexibilidade do adesivo, sujeito a carregamento axial, é necessário utilizar um extensómetro, cujo alongamento é registado no decorrer do ensaio de tração. Existem dois tipos de extensómetros: mecânicos e óticos. A utilização de extensómetros mecânicos pressupõe que o ensaio seja interrompido para a sua remoção antes da ocorrência da rotura, o que constitui uma limitação deste tipo de extensómetro [16, 25]. A velocidade de ensaio é um fator preponderante, e pode variar de 1 até 100 mm/min, consoante as especificações da norma do ensaio em questão [31]. Para a maioria dos adesivos epóxicos estruturais, este intervalo de valores refere-se a condições de “quasi-estático”. Mas, dependendo do tipo de ensaio mecânico, pode resultar numa taxa de deformação de magnitude distinta.

Após o ensaio, as propriedades mecânicas são retiradas da curva de tensão-deformação (σ - ϵ) (Figura 11), sendo essas propriedades a deformação de rotura à tração (ϵ_r), tensão de limite elástico (σ_y) e tensão de rotura à tração (σ_r).

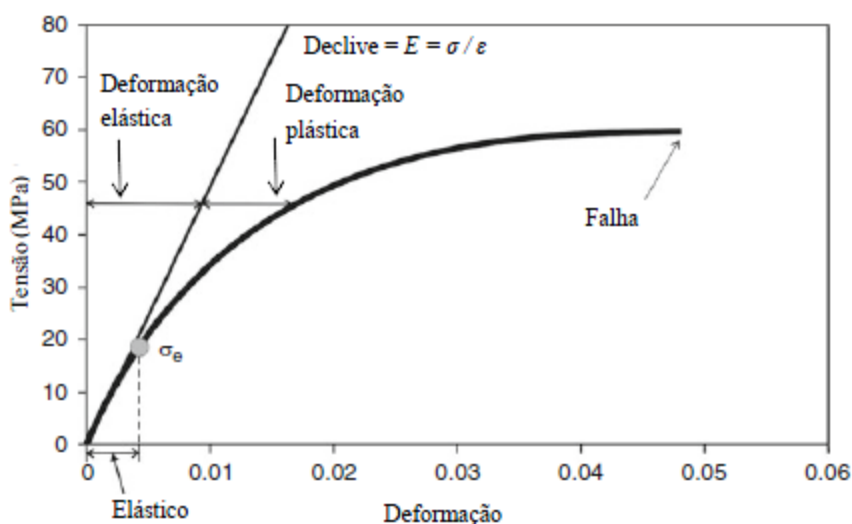


Figura 11 - Curva tensão-deformação típica de um adesivo [30]

A norma EN ISO 527-2 [32] indica que o módulo de elasticidade (E) é calculado através do intervalo entre 0,05% e 0,25% de ε no interior do regime elástico. Para este efeito devem-se selecionar os pontos respetivos da curva σ - ε e calcular o declive entre os mesmos. Estas deformações correspondem a dois valores de σ , que serão também utilizados no cálculo de E (em MPa), baseando-se na seguinte equação:

$$E = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\varepsilon} \quad (1)$$

$\Delta\sigma$ (MPa) corresponde à diferença da tensão e $\Delta\varepsilon$ a alteração da deformação no intervalo de pontos $\varepsilon=0,05\%$ e $0,25\%$.

A tensão limite de proporcionalidade n é outro método, onde n é um número que corresponde a uma deformação arbitrária. Para isso, traça-se uma reta paralela à reta de proporcionalidade entre a tensão e a deformação (Figura 12).

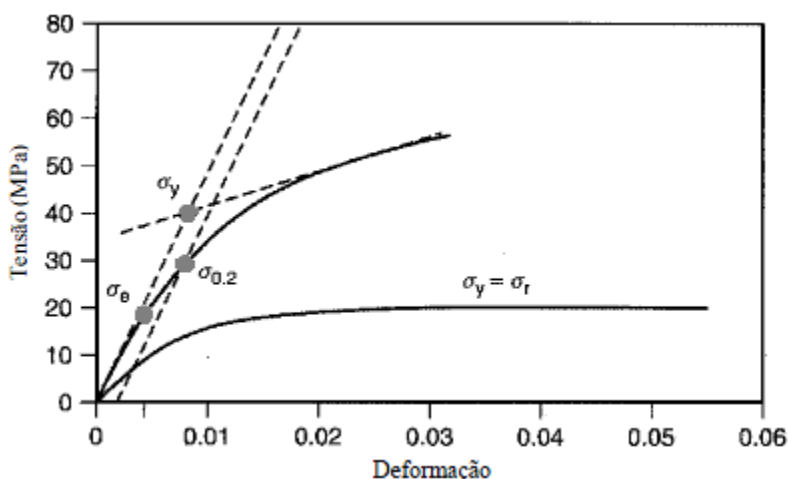


Figura 12 - Métodos para determinação da tensão limite de elasticidade σ_y [23]

Por norma utiliza-se o valor de 0,2%, que adequa a uma deformação plástica de 0,002 por unidade de comprimento [33].

2.2.3 Propriedades mecânicas ao corte

O conhecimento do comportamento ao corte dos adesivos é fundamental, devido às tensões estarem com uma disposição mais benéfica. Para isso é importante que as estruturas adesivas devam ser projetadas de forma a estarem sujeitas apenas a esforços de corte. No caso de se utilizar o ensaio de torção em juntas topo a topo, é necessário aplicar um momento torsor na junta adesiva. Este tipo de ensaio é raramente utilizado, pois são necessários equipamentos de ensaio, apertos e medições mais complicados. Por estas complexidades utilizam-se equipamentos *standard* com a solicitação à compressão ou à tração. No ensaio de corte obtém-se a curva tensão-deformação, na

qual se analisa o comportamento do adesivo ao corte como também se caracteriza a tensão de corte máxima, o módulo de corte e a deformação de corte máxima [5, 34].

2.2.3.1 Tensão de corte máxima e o módulo de corte. Métodos de ensaio

A caracterização das propriedades ao corte é de importante realce. Para tal, realizam-se ensaios em que o adesivo se encontra em estado maciço ou numa junta adesiva com uma camada fina. Para a obtenção de resultados mais fidedignos, utiliza-se um dos ensaios de seguida referidos, de forma a obter-se um estado puro de tensões de corte na região de interesse do provete [6, 16, 30, 34]:

- Ensaio de torção em juntas topo a topo (*Napkin-ring test*);
- Ensaio Arcan (*Notched plate shear method*);
- Ensaio Iosipescu (*V-Notched beam shear method*);
- Ensaio em junta de sobreposição simples (*JSS*);
- Ensaio *Thick Adherend Shear Test* (TAST).

O ensaio de torção em juntas topo a topo (*Napkin-ring test*) (Figura 13) é utilizado quando as deformações são baixas. Neste ensaio, as juntas topo a topo são coladas e os provetes cilíndricos perfeitamente alinhados, enquanto os momentos torsores são aplicados com valor igual e sentidos opostos. Neste ensaio, a deformação do adesivo irá ser maior no raio exterior do cilindro.

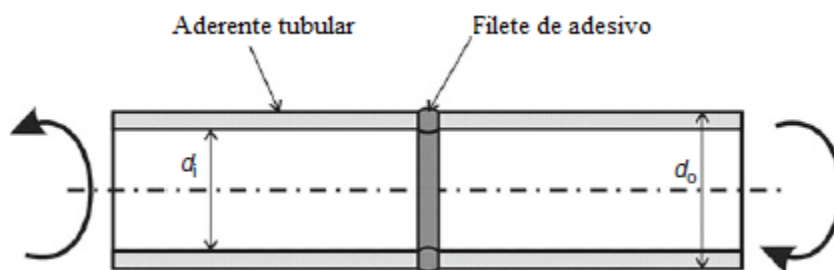


Figura 13 - Provette *Napkin-ring test* [30]

O momento torsor (M_t) aplicado ao provete é calculado através do raio exterior e do raio interior dos substratos, a espessura da camada adesiva w e o τ a uma dada distância r do eixo em que é aplicado M_t . A equação apresentada, explicita este momento.

$$\tau = \frac{2M_t \cdot r}{\pi \cdot (r_o^4 - r_i^4)} \quad (2)$$

2.2.3.2 Ensaio TAST

Este ensaio é dos mais utilizados para a obtenção das propriedades ao corte. Este ensaio é feito numa máquina de ensaios mecânicos universal, em provetes com substratos de aço, devido à sua elevada rigidez (Figura 14). Desta forma, a tensão no adesivo é

praticamente de corte puro, o que permite obter as condições ideais de ensaio. A geometria do provete é bastante relevante, pois a espessura dos substratos deve ser elevada, enquanto o comprimento da ligação deve ser reduzido, para reduzir ao máximo o esforço de arrancamento. De facto, quanto menor for o comprimento da ligação e maior a espessura dos substratos, menor é a probabilidade de arrancamento nas extremidades da junta [5].

O extensómetro mede a deformação da junta adesiva. Para determinar a deformação em corte do adesivo, é necessária uma correção analítica das deformações relativamente às medições do extensómetro, tendo em conta as deformações do substrato.

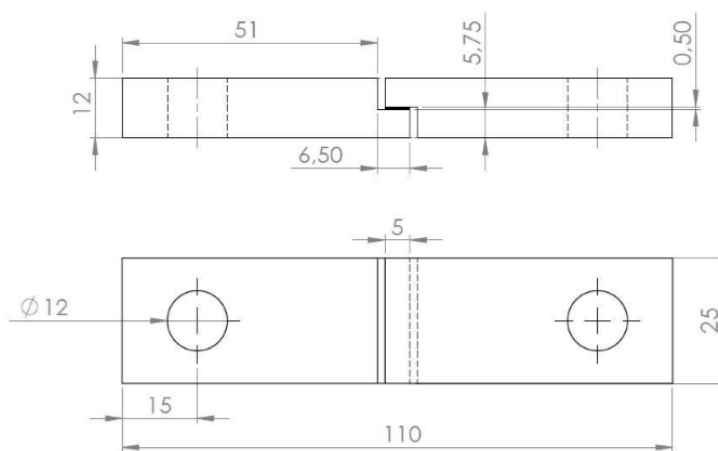


Figura 14 - Provete TAST (dimensões em mm) segundo a norma ISO 11003-2 [23].

A deformação da junta adesiva pode ser medida com um extensómetro baseado num *Linear Variable Differential Transformer* (LVDT) com parte móvel dentro de uma moldura rígida unido por molas [35] ou então através de um sistema ótico. A determinação da deformação de corte real do adesivo requer correções analíticas das deformações medidas pelo extensómetro, tendo em conta as deformações do substrato. Um destes métodos baseia-se na teoria da elasticidade para descontar as deformações de corte dos substratos. A extensometria ótica baseada na correlação de imagem é uma solução que permite evitar danos de contacto e pode ser utilizada até à rotura da junta [36].

A medição do deslocamento relativo dos aderentes é feita através da utilização de um transdutor que se encontra na zona central do provete onde são medidos, desde o início do ensaio até à rotura, o deslocamento e a força aplicada. Por outro lado, a tensão de corte calcula-se através das dimensões da zona colada.

Este ensaio tem como vantagens o seu baixo custo, a reutilização dos substratos metálicos, o estado de tensão praticamente uniforme ao longo da ligação adesiva, e a determinação simples da tensão corte média e do módulo de corte. Como desvantagens

referem-se as ligeiras concentrações de tensão nas extremidades do adesivo e o custo associado à aquisição e utilização dos extensómetros [37].

Neste ensaio, obtém-se as seguintes propriedades principais:

- Módulo de corte do adesivo (G);
- Outras propriedades podem ser obtidas a partir da curva de τ - γ , tal como o módulo secante e a deformação máxima de corte (γ_r);
- Tensão de corte em função da curva de tensão de corte que estende até à rotura do adesivo (τ_r).

Num material isotrópico, existe ainda uma relação que relaciona as propriedades obtidas pelo corte pelo ensaio TAST às propriedades obtidas à tração obtidas em provetes maciços. Tal relação entre E e G é dada pela seguinte equação [30]:

$$G = \frac{E}{2 \cdot (1 + \nu)} \quad (3)$$

O ν (coeficiente de Poisson) do material está no intervalo entre os 0,3 e os 0,5, caso as propriedades E e G sejam obtidas através dos dois ensaios anteriormente referidos.

2.2.3.3 Procedimentos de ensaio

As normas ISO 11003-2 [38] e ASTM D695 [39] determinam os procedimentos e provetes a obter para o ensaio. O *setup* é um dos principais aspetos para a obtenção de resultados fidedignos e isentos de esforços não pretendidos. Para a realização dos ensaios TAST, usam-se amarras ou gabaritos que sejam adaptáveis à máquina de ensaios. A Figura 15 ilustra uma das formas de fixação do ensaio. Esta fixação permite eliminar, teoricamente, os momentos fletores induzidos no provete.

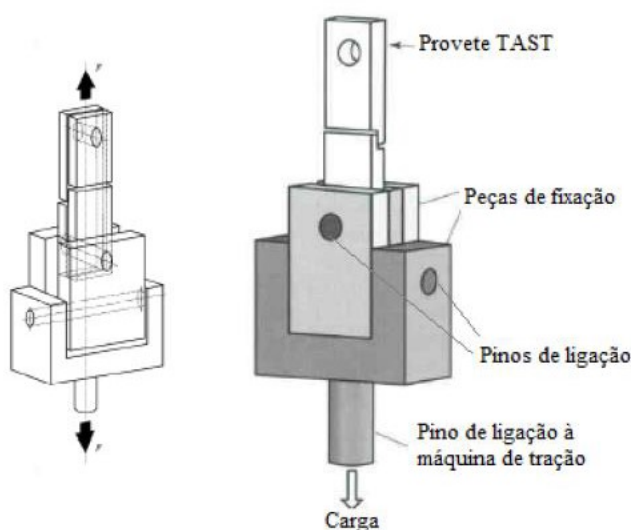


Figura 15 - Fixação para ensaio TAST [30]

Este ensaio consiste na solicitação de forma contínua e crescente através de um deslocamento com direção longitudinal do provete. Através do *software* da máquina obtém-se a curva τ - γ . Convém observar que, na fabricação dos provetes, é muito importante que o adesivo ocupe apenas a área designada na Figura 14. Para o efeito utilizam-se lâminas de aço durante o fabrico, tal como se pode ver na Figura 16.

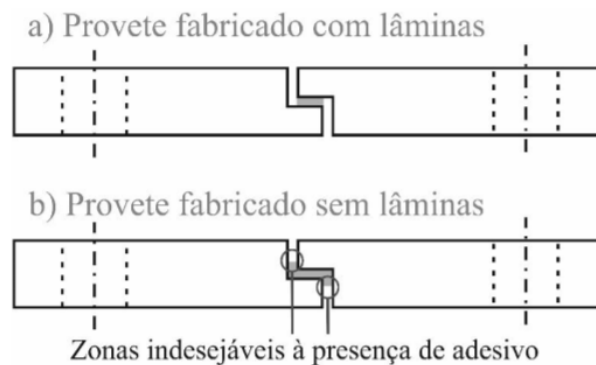


Figura 16-Provetes TAST fabricados com e sem lâminas [40]

Na norma ISO 11003-2[38], a velocidade indicada para o ensaio é de 0,5 mm a 1 mm/min, onde a taxa de deslocamento das amarras será constante, o que provoca uma aceleração na taxa de deformação, na qual as propriedades do adesivo poderão ser influenciadas. Com o objetivo de a velocidade de deformação ser constante no adesivo, esta terá de ser controlada com medições pontuais no processo do deslocamento do adesivo [30].

Mesmo que a deformação da junta adesiva seja mínima, vai existir a necessidade de correções analíticas. Por isso é importante referir que o uso de um extensómetro para a obtenção dos resultados do deslocamento longitudinal do provete pressupõe a existência de correções analíticas, de forma à obtenção da deformação de corte real do adesivo [6, 41].

A extensometria baseada em LVDT caracteriza o ensaio numa moldura rígida com uma parte móvel situada no seu interior e unida por molas. O provete tem três furos na zona central que evidenciam a posição correta do transdutor, tal como demonstra a Figura 17.

O deslocamento entre pinos provoca nos furos um movimento relativo. Após a realização dos ensaios torna-se, por isso, necessária a correção dos dados a fim de se determinar as deformações. A correção é feita através da extensometria ótica, que faz a correspondência de imagens, de forma a avaliar exclusivamente a deformação do adesivo [23].

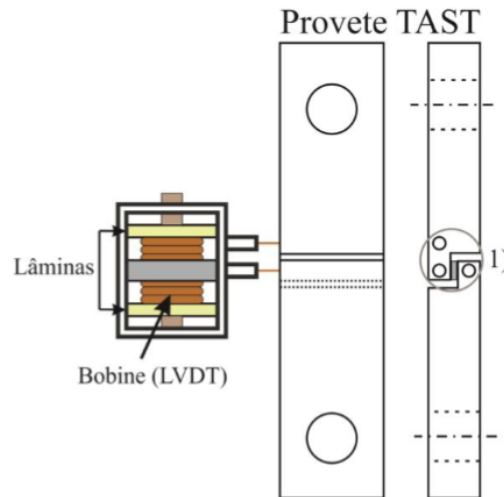


Figura 17 - extensômetro com bobine LVDT [23]

Outra forma de ocorrência de erros na leitura dos dados é a através do desalinhamento dos substratos, que pode originar na flexão dos aderentes e, conseqüentemente, deformações indesejadas. Para se obter uma leitura fidedigna destes dados, devem colocar-se dois extensômetros, ligados em faces opostas do provete, de forma a detetar eventuais desvios ao comportamento esperado do provete [30].

A norma ISO 11003-2 [38] especifica que a correção tem de ser elaborada tendo em conta a deformação de corte de um provete compensador (*dummy*), que é feito exclusivamente de material aderente. Apesar desta correção, estudos anteriores comprovam que a distribuição de tensão de corte no provete não é uniforme, embora se consiga obter uma boa aproximação da resistência ao corte do adesivo [30].

No estudo feito por Vaughn [42] assume-se que os substratos têm exclusivamente corte puro, para a correção dos resultados. A medição é realizada através de um extensômetro resistivo que este atravessa a espessura do provete, e por conseguinte, a zona de ligação. Assim sendo, isola-se o deslocamento do adesivo no ensaio TAST ($d_{adesivo}$), como se pode ver na Figura 18.

$$d_{adesivo} = d_{transdutor} - 2d_{substrato} \quad (4)$$

$$2d_{substrato} = \frac{2t_{substrato} P}{G_{substrato} lb} \quad (5)$$

$$2t_{substrato} = 3,8 - t_{adesivo} \quad (6)$$

em que P [N] é a força aplicada, G [MPa] o módulo de corte, l [mm] o comprimento de sobreposição e b [mm] a largura do provete.

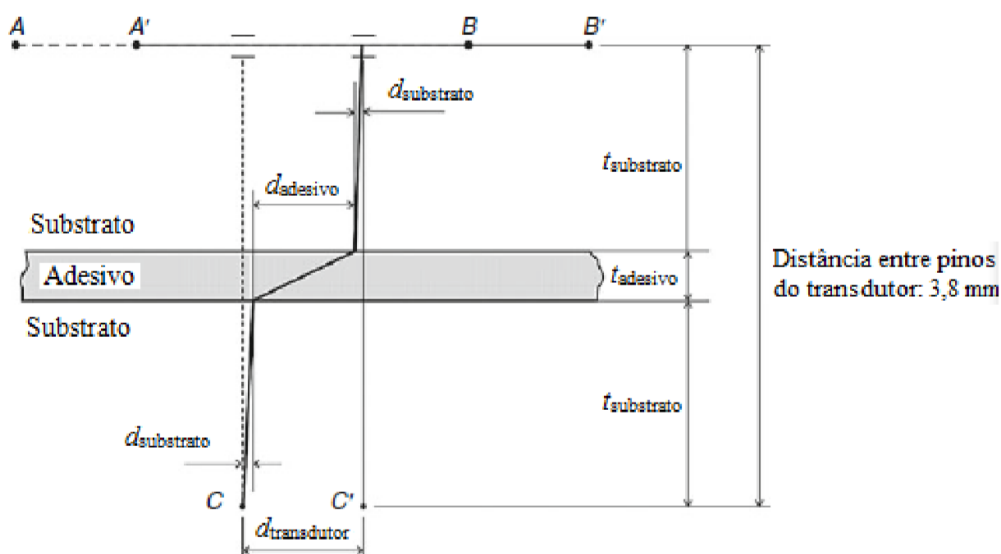


Figura 18 - Medição dos deslocamentos no ensaio TAST [30]

Através do Método de Elementos Finitos (MEF), demonstrou-se que os substratos estão igualmente sujeitos a esforços longitudinais não desprezáveis relativamente ao adesivo. Assim, não se pode afirmar que os substratos estão apenas sujeitos ao corte para a correção pretendida. Para que esta correção seja efetiva, a espessura do adesivo não pode ser demasiado pequena pois, quanto maior for a espessura do substrato, também tem que ser a do adesivo para que a distribuição da tensão de corte seja mais uniforme [6].

2.2.4 Propriedades mecânicas em modo-misto

O ensaio Arcan (ou *Notched plate shear method*) utiliza-se na obtenção das propriedades de corte, através da utilização de provetes de adesivo maciço de espessura reduzida, com uma geometria semelhante a uma borboleta e com dois entalhes simétricos com ângulo de 90° e com um raio de concordância no entalhe de 1,5 mm, de forma a diminuir a concentração de tensões (Figura 19) [30]. Através dos furos das laterais do provete, consegue-se a aplicar, uniformemente, uma carga de corte na zona compreendida entre os dois entalhes. Com este ensaio, é possível obter provetes mais finos do que em outros ensaios ao corte. Por outro lado, existem concentrações de tensões perto da zona do entalhe e, principalmente em adesivos mais frágeis, estas podem induzir falhas prematuras [30].

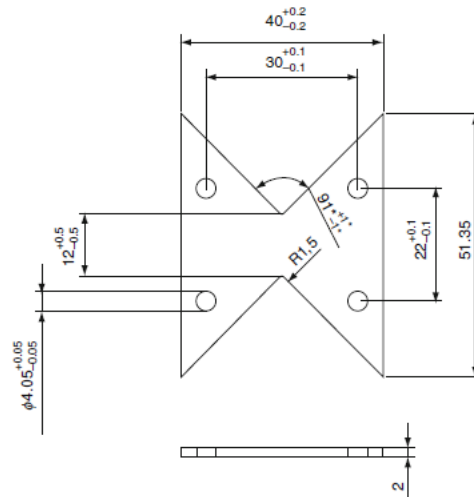


Figura 19 - Provete Arcan (dimensões em mm) [30]

A carga dividida pela área resistente entre os dois entalhes permite obter a tensão média. A deformação de corte entre os dois entalhes pode ser medida através do extensómetro que se encontra instalado sobre o provete, numa orientação de 45° e -45° relativamente ao eixo de carregamento, ou através de um método sem contacto. Todavia, este procedimento torna-se difícil devido à amplitude da deformação a medir, que pode ser próxima de 1% [6, 30]. A fixação provoca deformações biaxiais (Figura 20). Desta forma consegue-se analisar as propriedades em todas direções. Neste ensaio solicita-se o provete ao corte através de forças axiais aplicadas pelo equipamento. Também pode ser aplicado o ensaio de compressão, sendo para o efeito necessário realizar alteração à fixação original de Arcan.

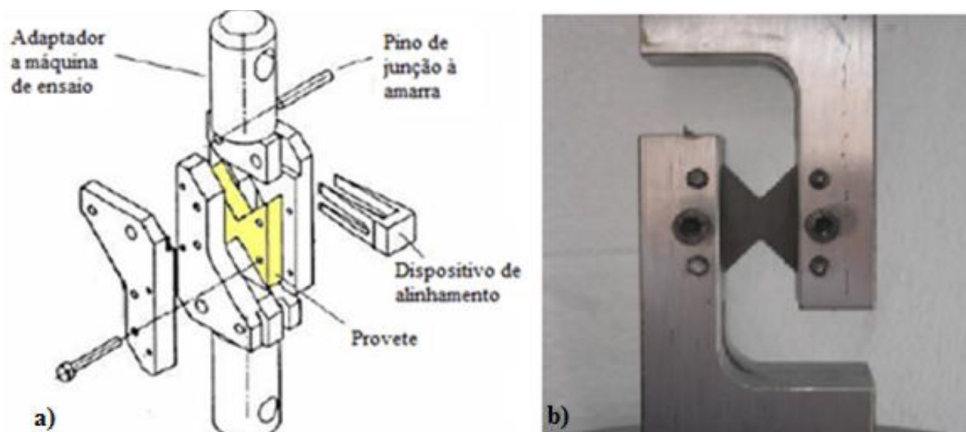


Figura 20 - Figura 30 - Método Arcan [43] a) vista explodida e b) fixação [30]

2.2.4.1 Métodos de ensaio

O ensaio *Napkin-ring test* ou de junta topo a topo em torção é utilizado para substratos tubulares (Figura 21) ou para substratos sólidos.

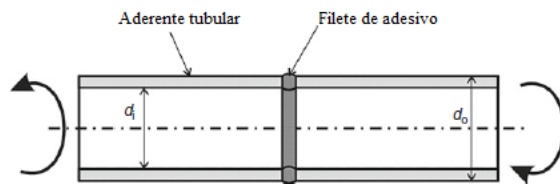


Figura 21 - Provete *Napkin-ring test* [30]

Os ensaios com substratos tubulares são os mais utilizados, onde a união é feita por juntas topo a topo e as paredes dos cilindros têm paredes muito finas, de forma a reduzir a variação de tensão de corte ao longo do adesivo. Este método é mais fiável para a caracterização das propriedades mecânicas ao corte do adesivo caso os aderentes estejam alinhados corretamente, para o estado de tensão de corte ser puro [6]. A sua grande complexidade no fabrico dos provetes, como também do equipamento necessário para o ensaio, são alguns dos entraves para a utilização de este método de ensaio para a obtenção das propriedades mecânicas ao corte [6]. Este ensaio aplica no provete uma torção, com o objetivo de se medir a torção como também a rotação aplicada ao provete.

O ensaio *Thick Adherend Shear Test* (TAST) é dos ensaios de corte mais utilizados, o que se deve à sua fácil conceção dos provetes como o também do respetivo teste. Os principais parâmetros a determinar neste ensaio são $\tau_{máx}$, G , a tensão de corte em até à rotura do adesivo e a deformação máxima de corte ($\gamma_{máx}$). Na Figura 22 pode-se observar a geometria dos provetes.

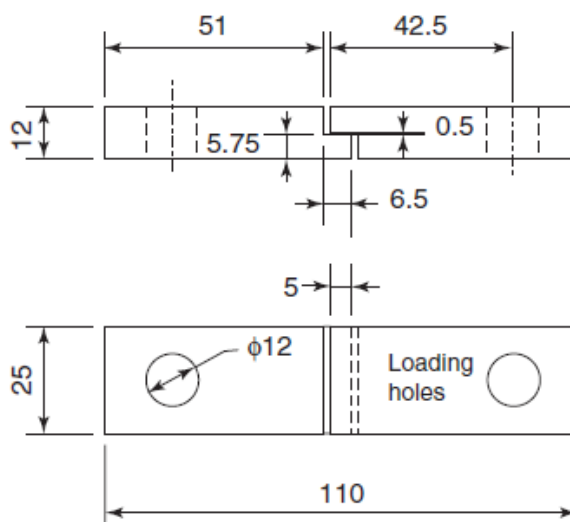


Figura 22 - Geometria de um provete usado no ensaio TAST sob a norma ISO 110033-[30]

Para este ensaio utilizam-se provetes em aço, pois a sua rigidez é muito elevada, o que constitui uma forma de se garantir uma tensão no adesivo quase em exclusivo de corte puro. Como se utiliza um rácio elevado na espessura de substrato, comparativamente ao comprimento da ligação, a geometria do provete auxilia para a obtenção do corte

puro. Desta forma, é minimizado o arrancamento nas extremidades da junta [30]. Este ensaio caracteriza-se por tracionar o provete por intermédio dos furos de carregamento até à sua respetiva rotura, onde a junta adesiva está sujeita a um esforço de corte através devido à geometria dos aderentes. Para garantir a normalização da geometria dos provetes, utilizam-se calços/lâminas, o que evita a sobreposição dos aderentes como também a criação de um filete de adesivo indesejável (Figura 23). Os ensaios TAST são realizados através de uma máquina de ensaios universal.

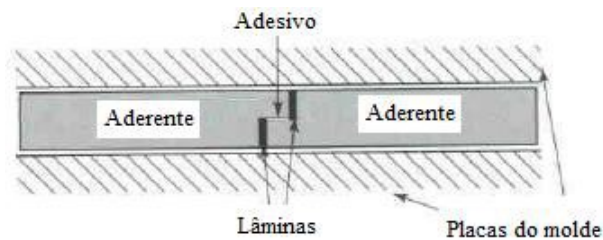


Figura 23 - Calços ou lâminas para controlar a sobreposição e o filete de adesivo [23]

Com este ensaio obtém-se o módulo de elasticidade ao corte e a respetiva tensão de corte. Este ensaio tem alguma complexidade na análise de tensões independentemente das diferentes condições ambientais a que são realizados.

É de elevada importância o rigor da maquinagem dos provetes, para a fabricação das juntas com o molde, como também do próprio ensaio [5, 34].

2.2.5 Propriedades de fratura à tração

De forma a prever a resistência mecânica das juntas adesivas com precisão, a Mecânica da Fratura certas vantagens comparativamente aos métodos baseados na Resistência dos Materiais [44]. Por outro lado, na abordagem fundamentada na Mecânica da Fratura, é assumido um defeito vindo da estrutura a ser analisada, devido ao seu fabrico ou sofrido durante a sua utilização. Assim sendo, nestas circunstâncias, os defeitos podem provocar uma falha catastrófica, ou no seu ciclo de vida, podem até alastrar-se, mantendo-se as suas dimensões abaixo da dimensão crítica.

A tenacidade à fratura (G_c) é uma das referências/padrão na caracterização de um adesivo à fratura. O desenvolvimento da fenda pode ocorrer em três modos diferentes, como pode ser observado na Figura 24. O modo I consiste no modo de abertura ou tração, enquanto os modos II e III representam os modos de corte. A carga aplicada em inúmeras estruturas cria uma combinação de modos de solicitação durante o crescimento da fenda, pelo que neste caso se devem utilizar critérios de modo misto para a simulação da propagação do dano [45-47].

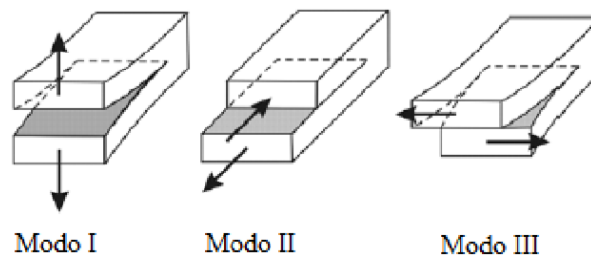


Figura 24- Figura 41 - Modos de rotura em juntas adesivas [33]

O carregamento de modo I é originado por uma sollicitação de abertura na extremidade da fenda, e o parâmetro necessário para caracterizar a fratura é G_{Ic} [48].

A fórmula que se apresenta corresponde à taxa de libertação de energia:

$$G = \frac{dW}{dA} - \frac{dU}{dA} \quad (7)$$

onde o trabalho realizado pelas forças exteriores é denominado por W [J], a variação de superfície da fenda é dada por dA [mm²] e a energia de deformação interna é dada por U [J].

Relativamente à taxa crítica de libertação de energia, sendo esta uma propriedade do material, é uma condição fundamental para evitar a propagação de fendas/fissuras [47].

$$G < G_c \quad (8)$$

O fator de intensidade de tensão K contribui também para a caracterização à fratura, pois é um fator que define a alteração do estado de tensão na proximidade da fenda:

$$K = \sigma_r \sqrt{\pi a} \quad (9)$$

A tensão remota designa-se por (σ_r [MPa]) e o comprimento da fenda por a [mm].

2.2.5.1 Métodos de ensaio

Os ensaios mais usuais regem-se pela norma ISO 252117:2009 [49], na qual a determinação do G_{Ic} é dada pelo ensaio *Double Cantilever Beam* (DCB) e *Tapered Double Cantilever Beam* (TDCB) [23]. O ensaio DCB foi desenvolvido por Roesler e Benbow [50] e também por Gilman [51].

Ensaio DCB

Este ensaio consiste na utilização de duas vigas similares e com espessura constante (Figura 25), coladas por um adesivo. Uma vez que é necessário criar uma pré-fenda,

existe uma extremidade sem adesivo de comprimento a_0 . Esta zona denomina-se de pré-fenda.



Figura 25 - Geometria do provete DCB segundo a norma ASTM D 3433 - 99 (dimensões em mm) [52]

No decorrer do ensaio, regista-se a carga P e o respetivo deslocamento δ , em função dos valores do comprimento de fenda (a) [53]. Conforme representado na Figura 26, o provete é solicitado em abertura, o que provoca um estado de clivagem do mesmo. O ensaio termina após a rotura do provete, e nessa altura verifica-se o tipo de rotura que ocorreu. De salientar que a espessura dos substratos se denomina pela letra h e a espessura do adesivo pela letra t .

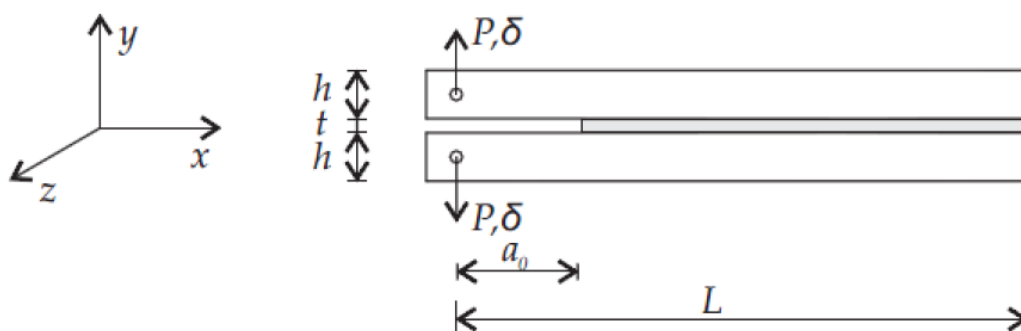


Figura 26 - Representação esquemática do provete DCB [54]

Ensaio TDCB

A norma que é usada para o ensaio DCB (ASTM D 3433 – 99 [55]), também serve o ensaio TDCB, sendo que a diferença está apenas no tipo de geometria dos provetes para a obtenção do G_{Ic} . Este método permite a medição de G_{Ic} sem ser necessário o controlo de a enquanto o ensaio decorre. De forma a garantir uma variação constante da taxa de flexibilidade relativamente ao comprimento da fenda, a espessura dos aderentes varia consoante o comprimento dos mesmos [56, 57]. De realçar que o aumento da espessura dos aderentes origina um aumento da resistência à deformação plástica nos braços do provete.

Para tal, os provetes são maquinados com duas secções de altura constante nas extremidades, como também uma secção intermédia onde a altura se altera conforme o comprimento da fenda, ou seja, com $h=f(a)$, como se pode verificar na Figura 27.

A fabricação dos provetes TDCB é muito mais custosa comparativamente aos provetes DCB, especialmente se os aderentes forem materiais compósitos [30, 46, 47].

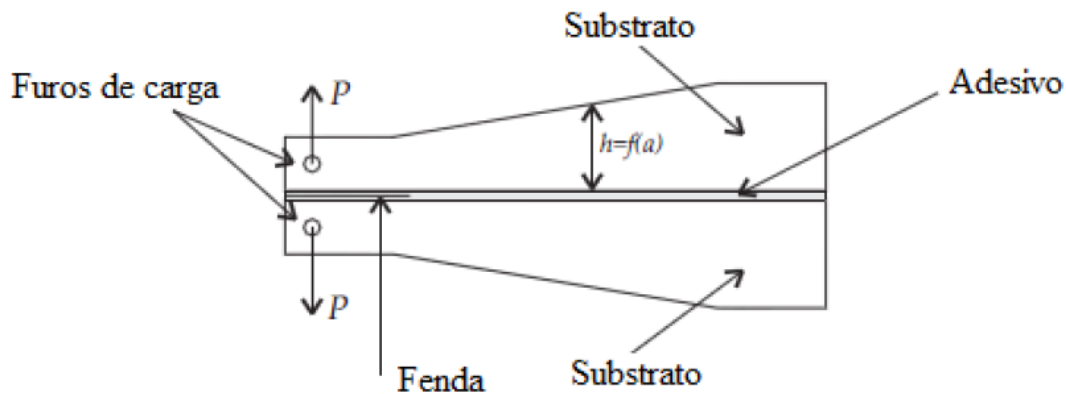


Figura 27 - Representação esquemática do provete TDCB [47]

2.2.5.2 Ensaio DCB

Como já foi supra referenciado, neste ensaio é exigida uma pré-fenda (Figura 26). Nesta extremidade é aplicada a solicitação, o que pode ser realizado por intermédio de dobradiças ou blocos metálicos, ou ainda perfurando as extremidades dos aderentes para utilização de pinos de ligação com a máquina de ensaio (Figura 28) [23, 30].

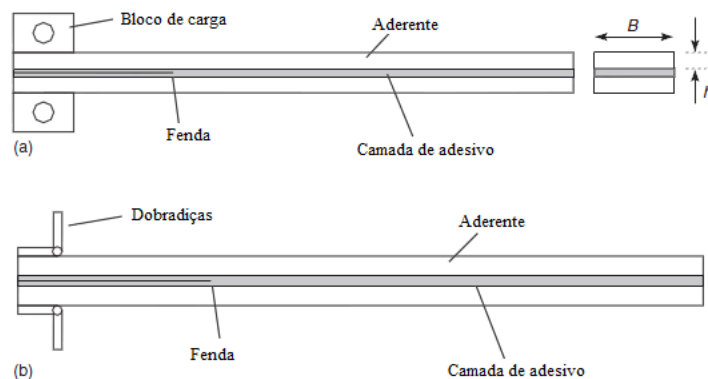


Figura 28 - DCB com blocos de carga (a) e dobradiças (b) [23]

A norma ASTM D 3433 [55] define qual a espessura mínima dos aderentes (t_{\min}) para que não haja plastificação durante o ensaio, pois os substratos são metálicos, simétricos e uniformes, de forma a não influenciar ou poder influenciar os resultados. A carga máxima (T_{\max}) de início da propagação da fenda é aumentada em 150%.

$$t_{\min} = \sqrt{\frac{6T_{\max} \cdot a}{b \cdot \sigma_y}} \quad (10)$$

2.2.5.3 Procedimentos de ensaio

Este ensaio é efetuado através de uma máquina de ensaios universal que garante a fixação do provete, por gabaritos apropriados ou por amarras (Figura 29). A carga do ensaio por norma varia entre os 100 N e os 5000 N. O ensaio é realizado a velocidade constante, pelo que o deslocamento das amarras varia entre 0,1 a 5 mm/min até ao final do ensaio, ou seja, na altura da separação dos aderentes [23, 30].

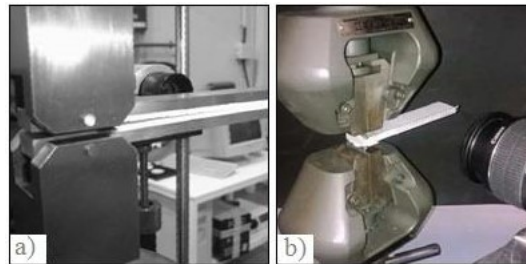


Figura 29 - Setup ensaio DCB. Substratos com furos de carregamento (a) [5] e substratos com dobradiças (b) [41].

No desenrolar do ensaio, o *software* da máquina de ensaios regista a força P e também o deslocamento δ , sendo que no fim do mesmo origina uma curva P - δ , como se pode observar na Figura 30. Para a obtenção do valor de a estabelece-se, recorrendo a uma gravação fotográfica, um intervalo de 5 s entre fotos, para se verificar a progressão da fenda [58].

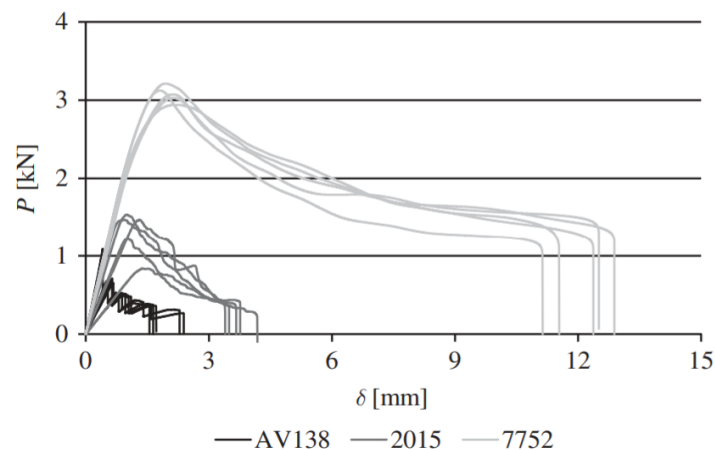


Figura 30 - Curva P - δ de um ensaio DCB [59]

A observação da propagação da fenda é possível devido à colocação de uma fina película de tinta corretora e também de uma escala milimétrica que se cola nos aderentes, para ajudar na medição em cada momento do ensaio [23]. As imagens que se retiraram em cada ensaio permitem obter os valores de a entre intervalos especificados, e podem ser correlacionados com a curva P - δ (o deslocamento absoluto e a velocidade de ensaio, definem o tempo de ensaio em cada ponto da curva). A Figura 31 representa um

exemplo de imagem tiradas durante o ensaio, que possibilitam a medição de a para um dado instante de tempo [45].

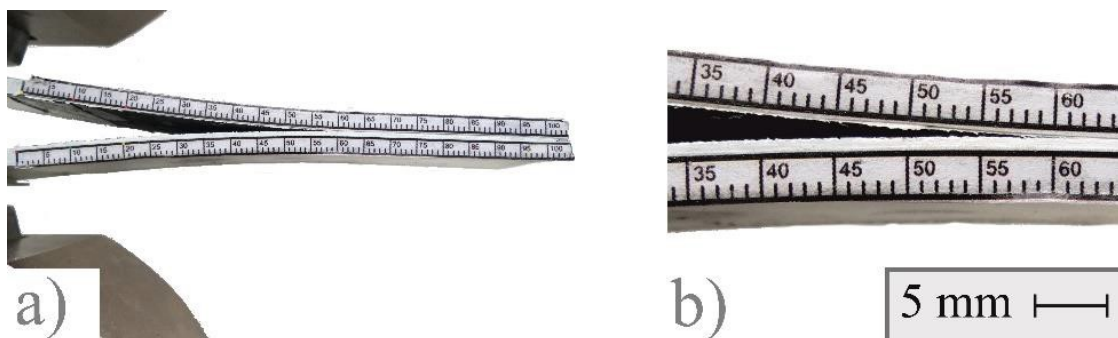


Figura 31 - Fotografia captada durante um ensaio DCB (a) e pormenor da fotografia para avaliar a propagação da fenda (b) [41]

2.2.5.4 Métodos para determinação do G_{Ic}

Existem diversos métodos para a determinação do G_{Ic} quando o ensaio é realizado em provetes DCB. Podem ser métodos que requerem a medição de a , como é o caso do *Compliance Calibration Method* (CCM), *Corrected Beam Theory* (CBT) e *Direct Beam Theory* (DBT), métodos baseados no comprimento de fenda equivalente (a_e), como o *Compliance Based Beam Method* (CBBM) e métodos baseados no Integral- J .

O método CCM, ou método de calibração da flexibilidade, é baseado na equação de Irwin–Kies [60]:

$$G_{Ic} = \frac{P^2}{2B} \cdot \frac{dC}{da}, \quad (11)$$

sendo o C (δ/P) a flexibilidade. Este método necessita do registo contínuo dos valores de P , δ e a [60].

O método CBT, ou teoria das vigas corrigida, pode ser usado como alternativa ao anterior, e usa um fator de correção teórico (Δ) para a rotação e deslocamento do substrato junto à frente de fenda. Por este método, G_{Ic} pode ser obtido por [61]:

$$G_{Ic} = \frac{3P\delta}{2B(a+|\Delta|)}. \quad (12)$$

A determinação de Δ pode ser realizada através de um carregamento numa junta com 3 comprimentos diferentes de a_0 (Figura 32) de modo a obter uma regressão linear de $C^{1/3}=f(a_0)$, conforme ilustrado na Figura 33.

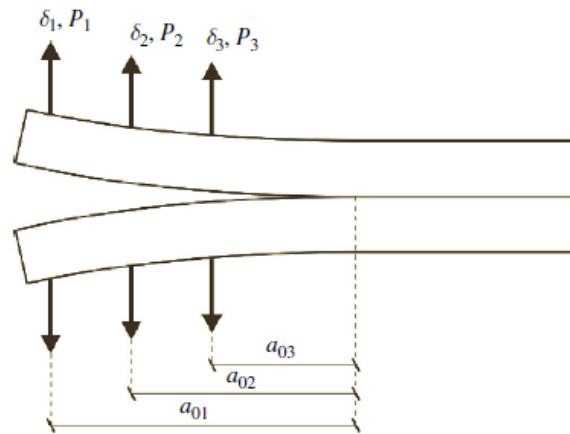


Figura 32 – Representação esquemática do carregamento da junta para determinar Δ [61].

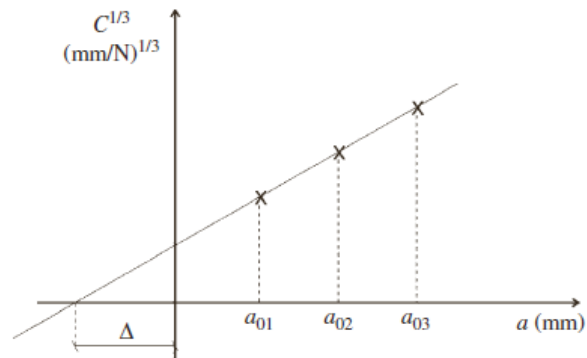


Figura 33 – Representação esquemática da regressão linear para obter Δ devido à rotação dos substratos quando solicitados em modo I [61].

Alternativamente, Wang e Williams [62] propuseram outra forma de determinar os efeitos de rotação e deslocamento dos substratos junto à frente de fenda em modo I, através do parâmetro Δ_I , que é dado por:

$$\Delta_I = h \sqrt{\frac{E_f}{11G_{13}} \left[3 - 2 \left(\frac{\Gamma}{1 + \Gamma} \right)^2 \right]} \quad (13)$$

em que:

$$\Gamma = 1,18 \frac{\sqrt{E_f E_3}}{G_{13}}, \quad (14)$$

onde E_3 é o módulo de elasticidade transversal e G_{13} o módulo de elasticidade ao corte. Deste modo, segundo o método CBT, C em função de a é dada por [61]:

$$C = \frac{8(a + |\Delta|)^3}{E_1 B h^3}, \quad (15)$$

que, modificando, permite obter:

$$C^{1/3} = \frac{2}{h(E_1 B)^{1/3}} (a + |\Delta|), \quad (16)$$

onde h é a espessura do substrato e E_1 é o módulo de elasticidade do material do substrato na direção longitudinal.

Existe também o método baseado na teoria das vigas direta (DBT), que se tem revelado menos preciso que o CCM e o CBT. O cálculo de G_{Ic} por este método é definido pela equação:

$$G_{Ic} = \frac{12a^2 P^2}{B^2 h^3 E_1}. \quad (17)$$

Todos os referidos métodos têm em comum o facto de estarem dependentes da medição do valor de a durante o ensaio. Tal facto pode levar a erros de leitura nos valores de a , que podem adulterar o valor final de G_{Ic} calculado.

O *Compliance-Based Beam Method* (CBBM) que surge no sentido de ultrapassar as limitações anteriormente apresentadas, já que não requer a medição dos valores de a e contabiliza a energia dissipada na Zona de Processo de Fratura (ZPF). A ZPF desenvolve-se imediatamente à frente da fenda devido à nucleação de microfissuras através do adesivo e também devido à sua plastificação. Este fenómeno dificulta a localização precisa da extremidade da fenda. A extensão desta zona é tanto maior quanto mais dúctil for o adesivo. Esta zona é também demasiado importante para ser desprezada, uma vez que afeta a tenacidade medida do adesivo bem como a energia nele dissipada. Deste modo, a Figura 34 representa a ZPF e o conceito de a_e [61].

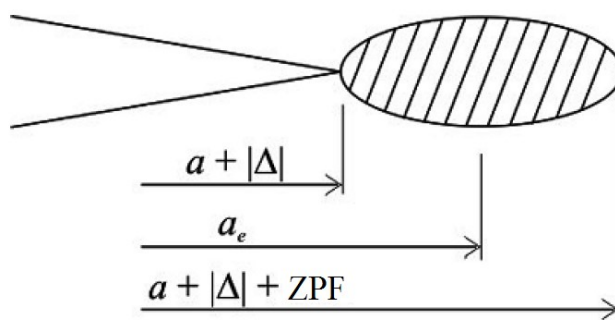


Figura 34 – Representação esquemática da ZPF e do conceito de a_e [63].

Segundo a Resistência de Materiais, a energia de deformação dos aderentes, devido à flexão dos mesmos e efeitos de corte, é dada por:

$$U = 2 \left[\int_0^a \frac{M_f^2}{2E_1 I} dx + \int_0^a \int_{-h/2}^{h/2} \frac{\tau^2}{2G_{13}} B dy dx \right]. \quad (18)$$

Neste caso M_f é o momento fletor, I é o momento estático de segunda ordem da secção reta de cada substrato e τ é a tensão de corte, dada por:

$$\tau = \frac{3}{2} \frac{P}{Bh} \left(1 - \frac{4y^2}{h^2} \right), \quad (19)$$

onde y é a coordenada ao longo da espessura do adesivo. A partir do teorema de Castigliano, o deslocamento (δ) pode ser escrito como:

$$\delta = \frac{\partial U}{\partial P} = \frac{8Pa^3}{E_1 Bh^3} + \frac{12Pa}{5BhG_{13}}. \quad (20)$$

Esta equação é uma aproximação baseada na teoria das vigas, e não considera ainda todos os efeitos que influenciam o comportamento da junta, como é o caso das concentrações de tensões que surgem em torno da frente de fenda devido à rotação e flexão dos aderentes [64]. Para superar estas limitações, recorre-se a um módulo de flexibilidade equivalente ou corrigido (E_f), que surge para o lugar de E_1 :

$$E_f = \left(C_0 - \frac{12(a_0 + |\Delta|)}{5BhG_{13}} \right)^{-1} \frac{8(a + |\Delta|)^3}{Bh^3}, \quad (21)$$

que tem em consideração duas condições iniciais dos ensaios: a_0 e a flexibilidade inicial (C_0). Para além disso, esta aproximação considera a variação das propriedades do material entre diferentes substratos.

Devido às dificuldades mencionadas em monitorizar a e a energia dissipada na ZPF, usa-se a_e em vez de a . O valor de a_e pode ser obtido através da equação (20) como função do valor de C registado durante o ensaio, em que $a_e = a + |\Delta| + |\Delta a_{ZPF}|$. A solução desta equação pode ser obtida com recurso ao *software* Matlab®. Deste modo, o valor de G_{1c} pode ser obtido pela seguinte equação:

$$G_{1c} = \frac{6P^2}{B^2 h} \left(\frac{2a_e^2}{h^2 E_f} + \frac{1}{5G_{13}} \right). \quad (22)$$

Este método de cálculo apenas depende dos valores de P e δ . Como já foi referido, não necessita do registo de valores de a ao longo do ensaio, uma vez que é usado a_e , obtido a partir do valor de C durante o mesmo. Uma outra vantagem tem a ver com o facto de a_e incluir os efeitos da ZPF, o que não acontece nos métodos que se baseiam na medição do valor de a (CCM, CBT e DBT) [61, 65].

2.2.6 Propriedades de fratura ao corte

Os ensaios de fratura em modo II (caraterização ao corte) de juntas adesivas são mais complexos do que os ensaios em modo I e, até ao momento, ainda não existem ensaios normalizados para este modo de carregamento. No entanto, existem ensaios baseados na caraterização da fratura interlaminar de materiais compósitos em modo II, que foram adaptados com o objetivo de estudar as juntas adesivas [47].

O desenvolvimento tardio de ensaios de fratura em modo II reflete um maior ceticismo dentro da comunidade científica sobre a importância e singularidade da fratura em modo II. Apesar das questões que ainda se debatem em torno das origens do verdadeiro significado de singularidade da fratura em modo II, persiste claramente a necessidade de caraterizar como as juntas falharão quando sujeitas a uma carga de corte aplicada num conjunto, bem como a necessidade de determinar a resistência à fratura em modo II [30].

2.2.6.1 Métodos de ensaio

Os ensaios mais importantes para a obtenção da tenacidade à fratura das juntas adesivas no modo II são o *End-Notched Flexure* (ENF), o *Four-Point End-Notched Flexure* (4ENF) e o *End-Loaded Split* (ELS).

A diferença entre o ensaio ENF (Figura 35) e o ensaio 4ENF (Figura 36), é que o ensaio 4ENF tem um equipamento de ensaio mais sofisticado, no qual existe um ponto de carregamento suplementar. Assim sendo, trata-se de um ensaio de flexão em quatro pontos. O provete é construído, de igual forma, como no ensaio ENF, sendo construído por dois substratos de igual comprimento, com t constante, os quais são colados através do adesivo com uma espessura w , colocando-se uma pré-fenda. Conforme o tipo de carregamento escolhido, poderá haver na zona da pré-fenda problemas de fricção [53].

O carregamento é aplicado a meio vão, só que não é no provete, mas sim através de uma distribuição dos esforços igualitários em dois cilindros e com a mesma distância relativamente à força aplicada, como se consegue observar na Figura 36.

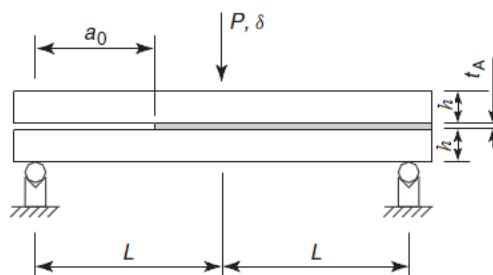


Figura 35 - Representação esquemática do ensaio ENF [23]

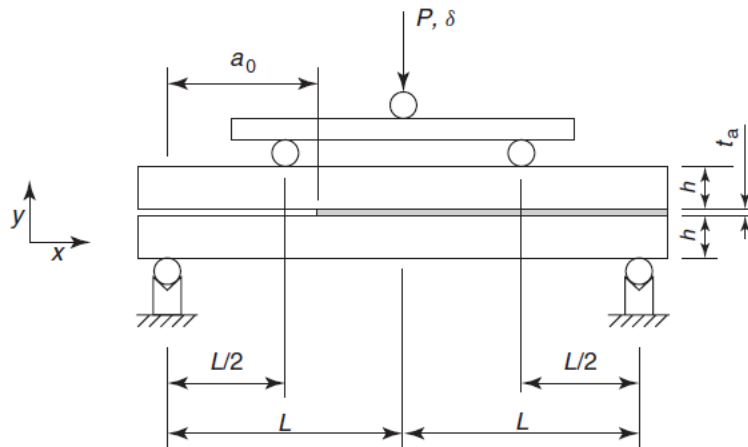


Figura 36 - Geometria e dimensões do provete 4ENF [23]

O ensaio ELS é feito através da solicitação através de um cilindro na extremidade do provete, enquanto a outra extremidade está encastrada. Devido a este facto, a sua fixação é mais complexa, como se pode verificar na Figura 37.

Na zona da fixação, o provete não se pode desviar na direcção vertical, ficando apenas livre para se deslocar na direcção horizontal. Os enormes deslocamentos, como também a forma de aperto do provete são desvantagens de este tipo de ensaio, pois podem originar em resultados menos corretos do G_{IIc} . Em contrapartida, este ensaio apresenta um início estável da fenda [6, 23].

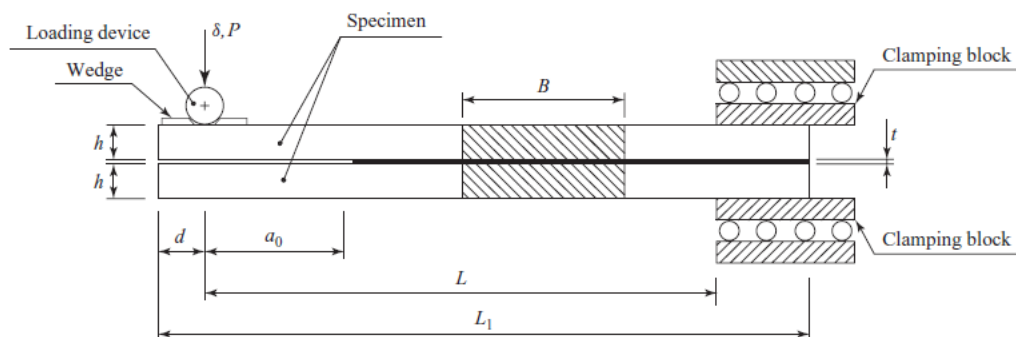


Figura 37 - Geometria e dimensões do provete ELS [23]

2.2.6.2 Ensaio ENF

O ensaio ENF é o mais utilizado para a caracterização das juntas adesivas em modo II. Estes provetes são construídos por dois substratos de espessura idêntica, colados entre si. O provete é apoiado nas suas extremidades e é aplicado um carregamento a meio vão, pelo que o provete está sujeito a uma flexão a 3 pontos, como se pode verificar na Figura 38, o que origina num modo de corte relativamente no adesivo [58].

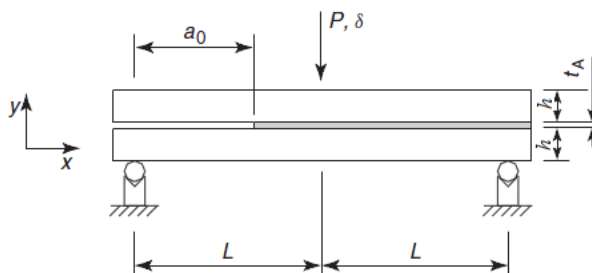


Figura 38 - Representação esquemática do ensaio ENF [23]

2.2.6.3 Procedimentos de ensaio

Utiliza-se a granalhagem na preparação da superfície dos substratos e depois a respetiva limpeza com acetona. As superfícies dos substratos ficam com rugosidade uniforme, de forma à molhagem e respetiva ancoragem serem mais fortes entre o adesivo e o aderente. De forma a que a espessura do adesivo seja constante, colocam-se calços calibrados em duas zonas específicas do provete, com o objetivo de fazer uma pré-fenda (simular defeito inicial) e garantir o valor definido de t [5, 53]. De forma a facilitar a observação da propagação da fenda, aplica-se um revestimento de tinta corretora na face lateral do provete, e é colada uma escala na lateral dos aderentes, de forma a otimizar a medição da propagação da fenda [5]. No procedimento da cura, é necessário que exista uma grande pressão entre os substratos e os calços e, para tal, utilizam-se molas com a finalidade de garantir a espessura desejada do adesivo, e também eliminar a possibilidade da existência de bolhas no adesivo.

Os provetes ficam colocados sobre dois pontos, com distâncias equivalentes relativamente ao centro, enquanto o ponto de aplicação da carga fica a meio vão. O ponto de aplicação da carga é de especial relevância para a execução correta do ensaio. Caso a carga não seja aplicada a meio vão ou a distância entre apoios não seja a estipulada, ocorrerão erros na medição G_{IIC} . A fim de se conseguir a observação do processo da propagação da fenda utiliza-se, comumente, uma máquina fotográfica de resolução elevada.

2.2.6.4 Métodos para determinação do G_{IIC}

O método CCM para determinar o G_{IIC} também é baseado na equação (11) de Irwin–Kies [60]. Para determinar o valor de C da referida equação, existem duas formas possíveis. Uma delas consiste em realizar ensaios de flexão ENF em provetes com diferentes valores de a_0 . Alternativamente, o valor de C pode ser determinado pela *medição* dos comprimentos de fenda durante a sua propagação. Neste caso, deve ser realizado um ajuste cúbico polinomial ($C=C_3a^3+C_2a^2+C_1a+C_0$) para ajustar as curvas de $C=f(a)$, originando [66, 67]:

$$G_{IIc} = \frac{3P^2 C_1 a^2}{2B}. \quad (23)$$

Pelo método DBT, baseado na teoria das vigas direta, a determinação de G_{IIc} é dada por:

$$G_{IIc} = \frac{9P\delta a^2}{2B(2L^3 + 3a^3)}, \quad (24)$$

onde L é corresponde a metade da distância entre apoios do provete (Figura 38) [67]. O CBT é outro método que também pode ser aplicado. Para determinar G_{IIc} , Wang e Williams [62] propuseram a seguinte equação:

$$G_{IIc} = \frac{9P^2 (a + |\Delta_{II}|)^2}{16B^2 E_1 h^3}, \quad (25)$$

onde Δ_{II} é a correção para a devido ao esforço de corte. Segundo os autores, tem-se que $\Delta_{II} = 0,42 \Delta_I$, em que Δ_I é definido pela equação (13).

É de referir que as dificuldades experimentais para medir a são maiores nos ensaios realizados em modo II [61]. De facto, devido à forma como a carga é aplicada, a fenda tende a fechar durante a sua propagação, o que impede uma visualização e localização correta da frente da mesma. Nos métodos apresentados até ao momento, não são contabilizados os efeitos da extensão da ZPF, uma vez que se considera o comprimento real da fenda [67]. De modo a superar estas limitações, pode ser aplicado um método de fenda equivalente (CBBM), semelhante ao referido no ensaio em provetes DCB, de modo a obter G_{IIc} em provetes ENF. Tal como no ensaio DCB, o método também é baseado no conceito de flexibilidade das vigas e na teoria de vigas.

Pela teoria de vigas e pelo teorema de Castigliano, a equação para determinar C para o provete ENF é dada por:

$$C = \frac{3a^3 + 2L^3}{8E_1 B h^3} + \frac{3L}{10G_{13} B h}. \quad (26)$$

O módulo de elasticidade à flexão equivalente (E_f) é obtido usando C_0 e a_0 :

$$E_f = \frac{3a_0^3 + 2L^3}{8Bh^3} \left(C_0 - \frac{3L}{10G_{13} B h} \right)^{-1}. \quad (27)$$

De facto, este procedimento tem em consideração as diferenças de propriedades entre substratos de diferentes materiais e os vários efeitos que não estão incluídos na teoria de vigas, isto é, concentração de tensões na ponta da fenda, contacto entre substratos na região da pré-fenda e os efeitos de deslocamento e rotação dos aderentes na frente

da fenda [66]. Estes efeitos têm influência na curva P - δ mesmo no regime elástico. Portanto, todos estes efeitos são incluídos quando C_0 é utilizado para determinar E_f . Substituindo E_f da equação (27) por E_1 na equação (26) obtém-se uma fenda equivalente que representa os efeitos da ZPF em função de C [61]. Assim, a_e é dado por:

$$a_e = a + \Delta a_{\text{FPZ}} = \left[\frac{C_c}{C_{0c}} a_0^3 + \frac{2}{3} \left(\frac{C_c}{C_{0c}} - 1 \right) L^3 \right]^{\frac{1}{3}}, \quad (28)$$

onde C_c é a flexibilidade corrigida e C_{0c} é a flexibilidade inicial corrigida que são dados por:

$$C_c = C - \frac{3L}{10G_{13}Bh} e; \quad (29)$$

$$C_{0c} = C_0 - \frac{3L}{10G_{13}Bh}. \quad (30)$$

G_{IIC} pode ser agora obtido pela relação de Irwin-Kies [60]:

$$G_{\text{IIC}} = \frac{9P^2 a_e^2}{16B^2 E_f h^3}. \quad (31)$$

A aplicação do método CBBM para caracterizar a fratura de juntas solicitadas em modo I e II apresenta diversas vantagens. Com este método não é necessário medir os comprimentos de fenda durante o ensaio, uma vez que é usado a_e no lugar de a [66]. Experimentalmente, só é necessário registrar os valores de P e δ para o cálculo de G_{IIC} . Usando este procedimento, os efeitos da ZPF, que são mais pronunciados no modo II, estão incluídos no cálculo de G_{IIC} [61]. Para além disso, o módulo de elasticidade equivalente é um valor calculado que depende de C_0 e de a_0 , evitando-se assim a influência da variabilidade dos substratos nos resultados. A única propriedade do material necessária nesta aproximação é o valor de G_{13} dos aderentes. No entanto, alguns estudos realizados [68] demonstram que a influência de G_{13} é muito menor do que a de E_1 , e que pode ser usado um valor típico de G_{13} em detrimento de um valor específico [61, 66]. Para além disso, esta metodologia permite ainda obter a curva R completa.

2.2.7 Propriedades de fratura em modo-misto


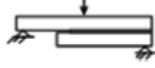
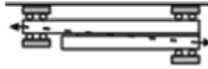

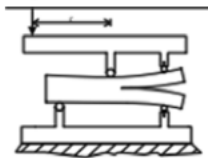
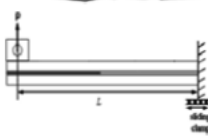
Os materiais, estando sujeitos à fratura, pela simultaneidade dos esforços de corte, como também a esforços normais, definem o modo misto. Devido aos casos de início de fendas e a sua propagação, foi necessário desenvolver procedimentos e dispositivos de forma a aplicar a carga com os dois esforços em simultâneo.

2.2.7.1 Métodos de ensaio

O ensaio *Asymmetric Double-Cantilever Beam* (ADCB), o ensaio *Asymmetric Tapered Double-Cantilever Beam* (ATDCB), o ensaio *Mixed-Mode Bendig* (MMB), o ensaio *Single-Leg Bending* (SLB) e o ensaio *Fernlund-Spelt*, são alguns dos ensaios que caracterizam o comportamento das juntas adesivas quando sujeitas a este modo [23].

Nalguns destes testes, varia-se o rácio de modo misto, entre o modo I e o modo II, de forma a conseguir-se estudar a influência do rácio na resistência da junta. A resistência à fratura costuma aumentar com o aumento da percentagem do modo II [16]. A Tabela 3 mostra o rácio ou gama de rácios de modo misto de alguns tipos de ensaios de fratura em modo misto.

Tabela 3 - Testes de modo misto e respetivo rácio de modo misto [69]

Type of test	Schematic representation	Degree of mixity, φ (°)
Asymmetric Double Cantilever Beam (ADCB)		$\approx 0-34^\circ$
Single Leg Bending (SLB)		$\approx 41^\circ$
Crack Lap Shear (CLS)		$\approx 49^\circ$
Asymmetric Tapered Double Cantilever Beam (ATDCB)		$\approx 20^\circ$
Mixed Mode Bending (MMB)		$\varphi = f(c)$
Fixed Rate Mixed Mode (FRMM)		$\approx 41^\circ$

O ensaio ADCB, que não se encontra normalizado, foi criado a partir do ensaio DCB para proceder à caracterização de adesivos em modo misto. Existem duas formas de induzir o modo misto no provete: carga assimétrica e provete assimétrico [70]. Relativamente à carga assimétrica, as forças são aplicadas nas extremidades dos provetes com diferentes intensidades e não apenas em sentidos contrários, como é executado no ensaio DCB. Na Figura 39 apresentam-se diferentes esquemas de carregamento e respetivo posicionamento no envelope de fratura entre modos puros I e II.

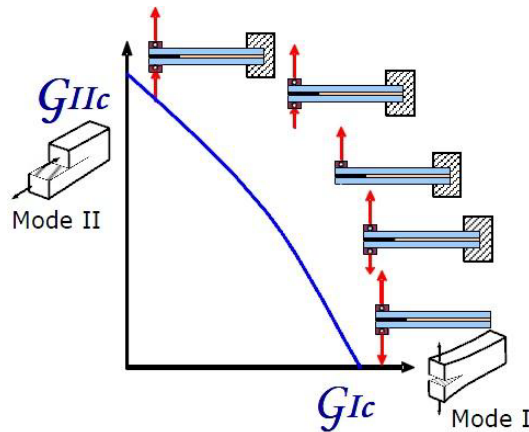


Figura 39 - Variação do rácio modo misto com assimetria da carga aplicada em provetes ADCB [46]

Ao contrário do método anterior, pela utilização de provete assimétrico o ensaio ADCB apenas tem um grau de modo misto constante [46], que se define pela razão entre as espessuras dos substratos (Figura 40).

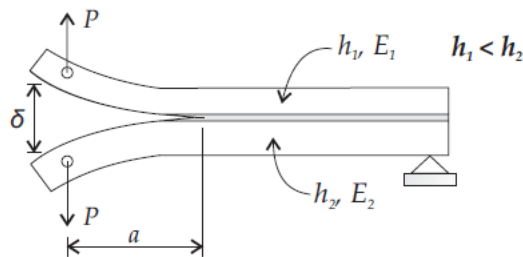


Figura 40 - Representação esquemática do ensaio ADCB [53]

O ensaio ATDCB é uma variante do ensaio TDCB, sendo que os aderentes não têm o mesmo formato (Figura 41). No modo misto, a pré-fenda varia apenas no crescimento da fratura, sendo a média do rácio de modo misto de 24° . A complexidade da geometria do aderente e a limitada variação do rácio de modo misto, são as desvantagens primordiais do ensaio TDCB [71].

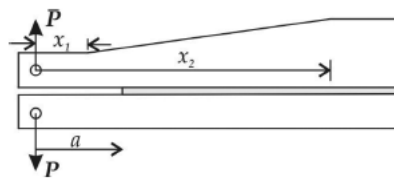


Figura 41 - Geometria do provete ATDCB [71]

O ensaio MMB está normalizado pela norma ASTM D6671 [72], e combina o modo I do ensaio DCB e o modo II do ensaio ENF [23]. A sua grande particularidade em relação aos outros testes de modo misto, é que o rácio de modo misto pode variar praticamente sem limitações. A complexidade da sua configuração (Figura 42), onde as duas cargas superiores são aplicadas através de uma alavanca, torna possível a variação do rácio de

modo misto [30]. A força aplicada a meio vão é descendente, o que vai originar um deslizamento entre os aderentes (modo II) e também um esforço de tração, pois provoca na extremidade do provete a sua abertura (modo I). A variação da posição da carga aplicada, pela alteração da cota c , permite a obtenção dos diferentes rácios de modo misto.

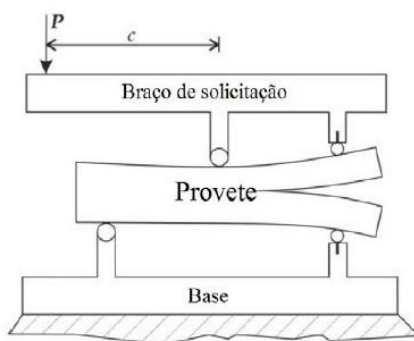


Figura 42 - Configuração do teste MMB [23]

O ensaio SLB também permite a combinação do modo I com o modo II, mas é mais limitativo que o ensaio MMB, pois a amplitude do rácio de modo misto é menor. Por outro lado, não é necessário um *setup* especial para carregamento, uma vez que o ensaio é mais simples [54, 69]. Deve-se ter em atenção os aderentes a um possível escorregamento entre o provete e o suporte, o que pode ser evitado ao utilizar roletes em substituição de suportes fixos. Com esta alteração, a probabilidade de deslizamentos dos aderentes e a fricção nos suportes diminui. Caso contrário, iriam existir erros nos resultados, devido à diminuição da flexibilidade dos provetes quando sujeitos a deflexões elevadas [23]. O modo de carregamento deste ensaio é idêntico ao ensaio ENF, embora o provete SLB tenha a particularidade de o aderente inferior ser mais curto do que o superior, e não se encontrar apoiado na extremidade onde se situa a pré-fenda (Figura 43). Desta forma, é obtido um carregamento de modo misto na extremidade da fenda pois, para além da componente de modo II, induzida pelo carregamento de flexão, gera-se modo I devido à abertura do aderente inferior.

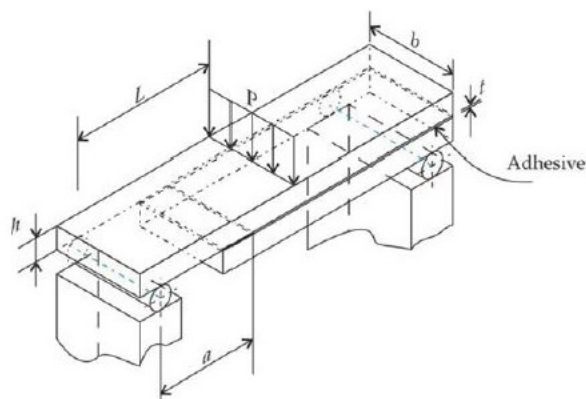


Figura 43 - Geometria e dimensões do provete SLB [54]

O ensaio FRMM tem a particularidade de usar o mesmo *setup* do ensaio ELS e, por este motivo, os laboratórios que o experimentem também realizam o ensaio FRMM. A divergência dos testes está na forma de aplicação da carga. No ensaio ELS, a aplicação da carga é aplicada no aderente inferior e, assim sendo, a deformação é feita de forma solidária. No ensaio FRMM, a aplicação da carga é feita no aderente superior (Figura 44), levando à livre deformação do aderente inferior. Esta deformação desigual promove o modo I e também o modo II.

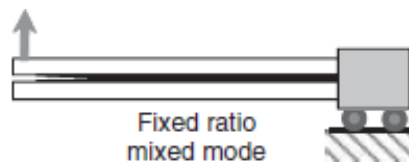


Figura 44 - Esquema do teste FRMM [23]

O ensaio CLS também caracteriza a fratura de juntas adesivas. Este ensaio é um pouco limitativo, pois só permite uma pequena variação no modo misto. Mesmo assim, este teste consegue executar uma pequena variação do rácio pela alteração da relação entre a espessura dos aderentes [23, 69]. A aplicação da carga é feita na extremidade do aderente superior, no lado da pré-fenda. Como se pode verificar na Figura 45 [69], os aderentes são simétricos e com um valor global nominal no modo misto de cerca de 63° [69].

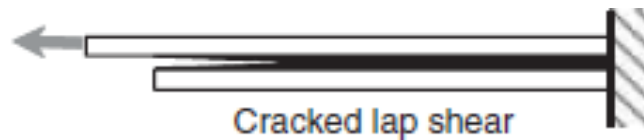


Figura 45 - Esquema do ensaio CLS [23]

DESENVOLVIMENTO

- 3.1 Escolha do adesivo a testar
- 3.2 Ensaio de tração de provetes maciços
- 3.3 Ensaio TAST
- 3.4 Ensaio DCB
- 3.5 Ensaio ENF

3 DESENVOLVIMENTO

Neste capítulo descreve-se a parte experimental deste estudo, os tipos de materiais utilizados, os procedimentos para a produção dos provetes, os ensaios e a análise dos resultados obtidos para a caracterização do adesivo.

3.1 Escolha do adesivo a testar

O adesivo selecionado é o SikaForce® - 1277 da marca Sika, que é um adesivo bi-componente, produzido na Suíça. É um adesivo epóxico estrutural que é constituído pela resina de base epóxida (componente A) e pelo endurecedor de base amina (componente B). A sua mistura é de 2 para 1 (Tabela 4), com cura à temperatura ambiente.

Tabela 4 - Características técnicas do adesivo SikaForce® - 1272

TYPICAL PRODUCT DATA (FURTHER VALUES SEE SAFETY DATA SHEET)		
Properties	SikaPower®-1277 A	SikaPower®-1277 B
Chemical base	Epoxy	Amine
Colour (CQP001-1)	Red	White
	mixed	Light red
Density	1.1 g/cm ³	1.1 g/cm ³
	mixed, calculated	1.1 g/cm ³
Mixing ratio	A:B by volume A:B by weight	2:1 2:1
Viscosity (CQP029-4)	at 10 s ⁻¹	430 Pa·s ^A 100 Pa·s ^A
Consistency	Thixotropic paste	
Application temperature	15 – 35 °C	
Open time (CQP580-1, -6 / ISO 4587)	as contact adhesive	1 hour ^{B, C, D}
Handling time (CQP580-1, -6 / ISO 4587)	time to reach 1 MPa	11 hours ^{C, D}
Curing time (CQP580-1, -6 / ISO 4587)	time to reach 20 MPa	24 hours ^{C, D}
Shore D hardness (CQP023-1 / ISO 7619-1)	80 ^C	
Tensile strength (CQP543-1 / ISO 527)	30 MPa ^{C, E}	
E-Modulus (CQP543-1 / ISO 527)	2 000 MPa ^{C, E}	
Elongation at break (CQP543-1 / ISO 527)	4 % ^{C, E}	
Tensile lap-shear strength (CQP046-9 / ISO 4587)	28 MPa ^{C, D, E}	
Impact peel strength (CQP580-3, -6 / ISO 11343)	30 N/mm ^{C, D, E, F}	
Glass transition temperature (CQP509-1 / ISO 6721)	67 °C ^E	
Shelf life (CQP016-1)	12 months ^G	

CQP = Corporate Quality Procedure
^C 23 °C / 50 % r. h.
^F impactd speed: 2 m/s
^A tested at 20 °C
^D adhesive layer: 25 x 10 x 0.3 mm / on steel
^G storage between 15 and 25 °C
^B applied on both bonding surfaces
^E cured for 2 weeks at 23 °C

Este adesivo foi projetado para ligações de alta resistência e resistência ao impacto de substratos metálicos, como o aço e alumínio e também substratos compostos, como

laminados GFRP e CFRP. A mistura entre a resina e o endurecedor é feito no bico da aplicação.

3.2 Ensaios de tração de provetes maciços

O fabrico dos provetes *bulk*, como a sua geometria, dimensões, preparação do molde, aplicação do adesivo, cura e remoção dos provetes do molde irão ser explicados neste capítulo.

3.2.1 Fabrico dos provetes

Os provetes maciços foram elaborados seguindo a norma Francesa NF T 76-142 [73, 74], e as suas dimensões podem ser observadas na Figura 46.

Para realizar as amostras a granel com forma de *dogbone* para testes de tração, foi usado um molde que permite obter seis provetes ao mesmo tempo. O molde foi desenvolvido e fabricado para reproduzir de acordo com as indicações e dimensões descritas na Norma Francesa NF T 76-142 [73, 74].

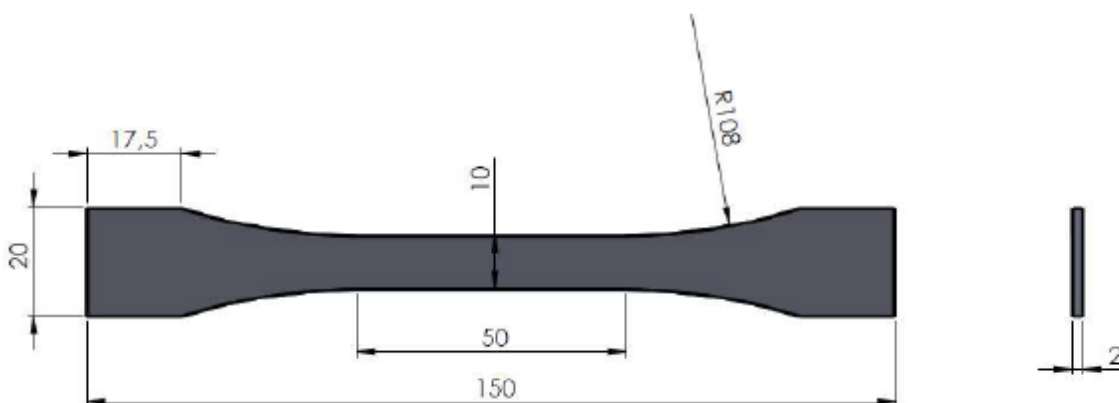


Figura 46 - Dimensões dos provetes maciços de adesivo pela norma NF T 76-142 (dimensões em mm)

Foi utilizado um centro de maquinagem CNC para fabricar as placas superior e inferior do molde. Além disso, as placas foram retificadas, antes e depois da cromagem dura, para garantir à superfície um acabamento superficial perfeito, como também aumentar a resistência à abrasão e facilitar a desmoldagem das amostras. Foi usado o processo de corte a laser para fabricar a placa intermédia. Ambos os processos escolhidos para fabricar o molde são extremamente precisos e funcionam com baixas tolerâncias. O processo de fabrico dos provetes começou com a preparação do molde, e foi necessário limpar com acetona as diferentes partes que constituem o molde, o molde foi colocado no forno durante 15 min a 80°C, seguido da aplicação do agente desmoldante. Depois de o molde estar pronto, foi necessário preparar o adesivo (SikaPower® 1277) de acordo com as especificações do fabricante, encher manualmente as seis cavidades de molde e finalmente fechar o molde para a cura adesiva durante uma semana (Figura 47).

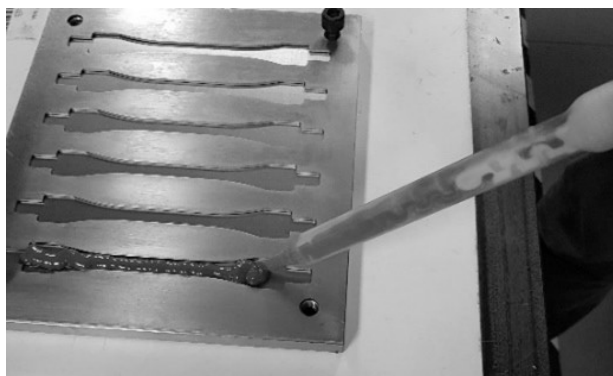


Figura 47 - Fabrico das amostras

Após o tempo de cura retiraram-se os provetes de adesivo do molde.

3.2.2 Ensaios realizados

As amostras foram testadas numa máquina de ensaio à tração Shimadzu AG-X 100, equipada com uma célula de carga de 100 kN, à temperatura ambiente e com uma velocidade de ensaio de 2 mm/min. A medição do deslocamento foi efetuada utilizando um extensómetro mecânico com um comprimento de base de 50 mm (Figura 48).



Figura 48 - Configuração do ensaio de tração (*bulk* – provete 5) com o extensómetro mecânico posicionado.

3.2.3 Análise de resultados

Para determinar as propriedades mecânicas de tração do adesivo, foi adotada a norma EN ISO 527-2 [75]. O valor de E foi medido como a inclinação média da curva de tensão (σ - ϵ) entre deformações elásticas de 0,05% e 0,25%. σ_y foi obtido para uma deformação de 0,2%, pela interceção entre a curva de tensão-deformação (σ - ϵ) e uma linha paralela à parte inicial desta curva. σ_f é calculada pela relação entre a carga máxima e a secção

transversal inicial da amostra. Também foi avaliado o valor de ε_f , que corresponde à rotura do provete [76].

3.2.3.1 Curvas $P-\delta$ e $\sigma-\varepsilon$

O software TRAPEZIUM X permitiu registar as curvas carga/força - deslocamento ($P-\delta$) de cada ensaio (Figura 49), a partir das quais se construiu as curvas tensão-deformação ($\sigma-\varepsilon$) (Figura 50).

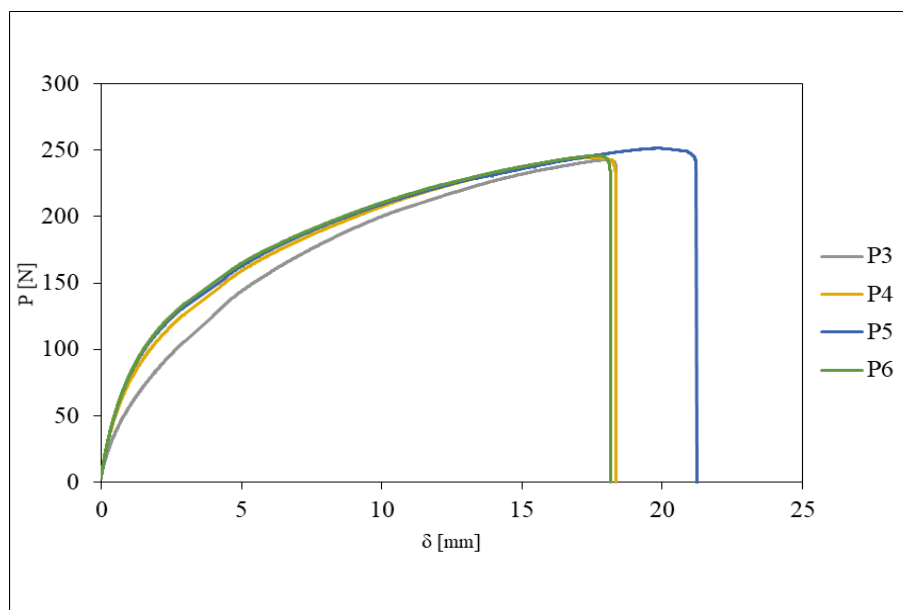


Figura 49 - Curvas $P-\delta$ dos provetes maciços

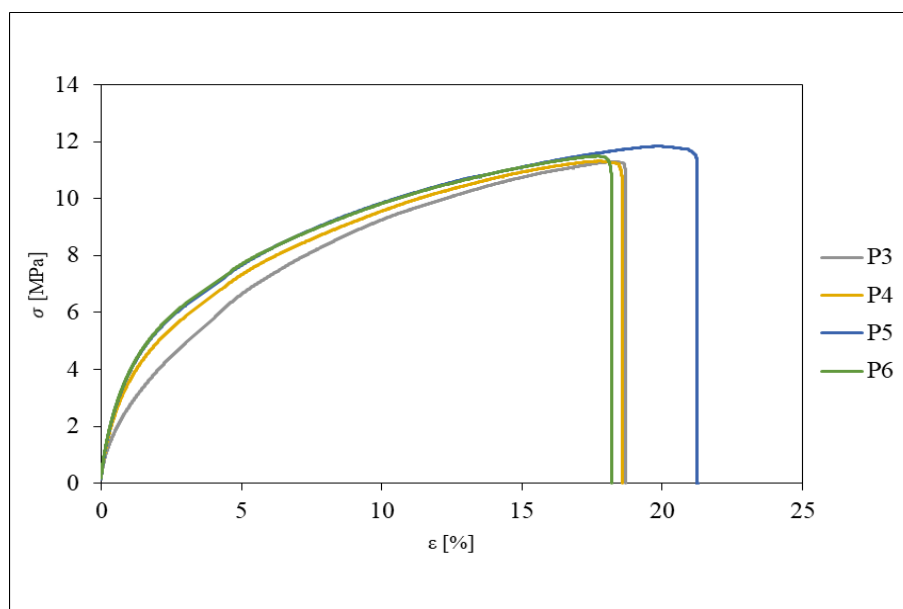


Figura 50 - Curvas $\sigma-\varepsilon$ dos provetes maciços

A obtenção da tensão limite elástico à tração foi calculada através da interseção da reta com declive paralelo à curva σ - ε , para uma deformação de 0,2%, como se pode verificar na Figura 51 para o provete 5, como exemplo.

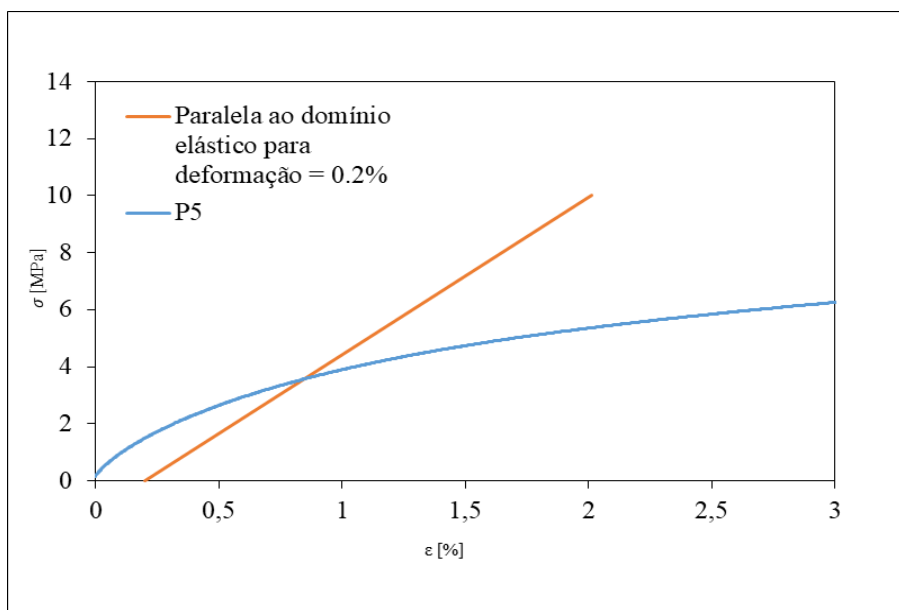


Figura 51 - Determinação da tensão limite elástico à tração a 0,2% (provetes 5)

De forma à compreensão dos resultados obtidos, foram tiradas fotografias às roturas de cada provete para auxílio dos mesmos. O provete 1 e 2 não foram tratados, pois a rotura ocorreu na zona de maior vazio e na zona não útil dos provetes (Figura 52).



Figura 52 - Rotura dos provetes maciços (provetes 2): rotura na zona não útil do provete e análise da superfície de rotura

Nos provetes 3, 4, 5 e 6 (Figura 53 – provete 3), a rotura ocorreu na zona desejada e observou-se que os provetes apresentavam roturas lisas, praticamente isentas de porosidades e vazios. Refere-se que estes defeitos, dependendo da quantidade e dimensões, podem alterar substancialmente a veracidade das propriedades do adesivo em questão.

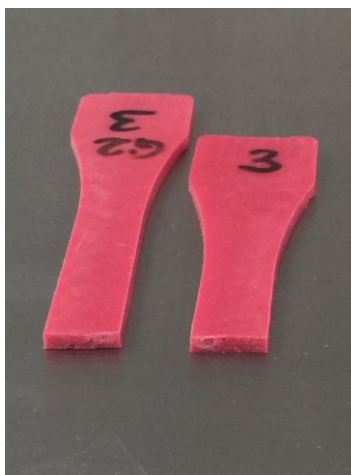


Figura 53 - Rotura dos provetes maciços (provete 3): rotura na zona útil do provete e análise da superfície de rotura

3.2.3.2 Propriedades mecânicas

Na Tabela 5 encontram-se os dados alcançados através dos ensaios executados e também as propriedades mecânicas à tração do adesivo SikaForce® - 1277.

Tabela 5 - Propriedades mecânicas obtidas à tração

Provete	Força máxima [N]	Limite elástico a 0,2% [MPa]	σ_y [MPa]	σ_f [MPa]	ϵ_f [%]	E [MPa]
4	496,28	2,04	18,41	19,43	1,52	1780,86
5	630,11	4,37	21,96	26,36	3,23	2010,61
6	603,93	2,18	21,03	23,50	1,51	2185,35
7	641,03	2,63	14,90	25,56	2,55	2014,14
8	615,74	2,47	20,76	24,32	1,79	2067,85
Média	597,42	2,74	19,41	23,83	2,12	2011,76
Desvio Padrão	58,26	0,94	2,84	2,70	0,75	147,14

Algumas das propriedades mecânicas obtidas nos ensaios de tração não estavam de acordo com a folha de dados do fabricante. A rigidez à tração, medida por E , resultou em $2011,76 \pm 147,14$ MPa, resultando num coeficiente de variação de 7,31%. Foi obtido um excelente acordo com os 2000 MPa especificados pelo fabricante. Em relação a σ_y , este parâmetro resultou em $19,41 \pm 2,84$ MPa, proporcionando um coeficiente de variação de 14,64%. Como este parâmetro não é fornecido pelo fabricante, não é possível fazer uma comparação. O valor obtido para σ_f foi $23,83 \pm 2,70$ MPa, abaixo dos 30 MPa especificados pelo fabricante. No entanto, os testes de tração mostraram boa repetibilidade, uma vez que o coeficiente de variação nesse parâmetro foi de apenas 11,32%, validando os resultados experimentais. O valor obtido de ϵ_f foi de $2,12 \pm 0,75\%$ (variação percentual de 35,40%), cujo valor médio é praticamente metade dos 4% reivindicados pelo fabricante.

3.3 Ensaios TAST

O fabrico dos provetes TAST, como a sua geometria, dimensões, preparação do molde, aplicação do adesivo, cura e remoção dos provetes do molde são descritos neste capítulo.

3.3.1 Fabrico dos provetes

No que diz respeito aos aderentes utilizados para a realização dos testes de corte, foram utilizados aderentes e ferramentas TAST desenvolvidas internamente na instituição de ensino (Figura 54).

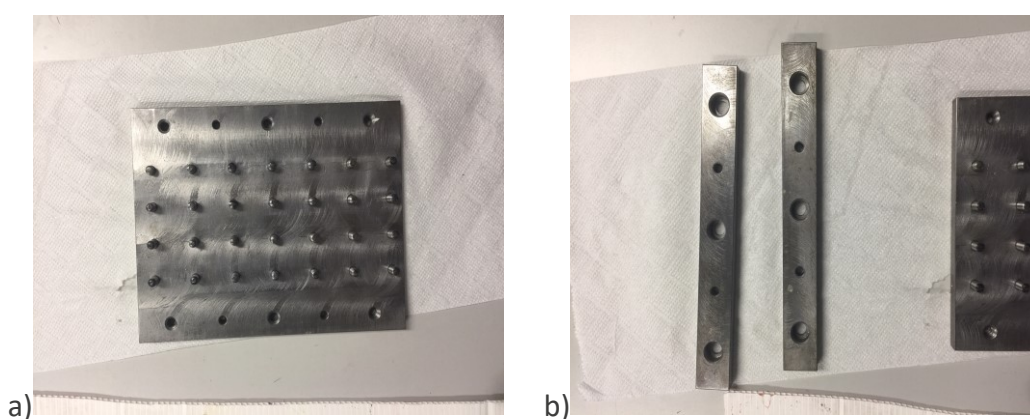


Figura 54 – a) e b) limpeza e desengorduramento do gabarito com o auxílio da lixa e da acetona

As amostras TAST foram fabricadas em aço C45E com geometria e dimensões de acordo com a norma ISO 11003-2 [35]. O primeiro passo para preparar os substratos foi lixá-los e remover vestígios de óleo e poeira. Depois, foi necessário limpar os substratos com acetona. Para atingir o valor pretendido de sobreposição, foram utilizadas lâminas de 1 mm de espessura como espaçadores entre os aderentes (Figura 55).

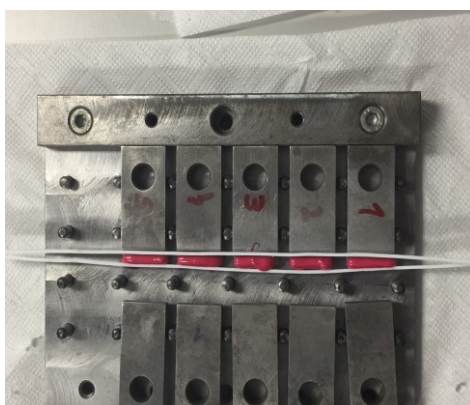


Figura 55 - Fabricação de amostras TAST

As lâminas e todas as superfícies do molde foram devidamente preparadas com um agente desmoldante para facilitar o processo de extração após a ligação dos provetes. Após a aplicação do adesivo em aderentes, estes foram posicionados manualmente, as juntas pressionadas, e as barras de limitação foram presas ao molde ou gabarito por parafusos para garantir o alinhamento perfeito dos provetes. Removeu-se o excesso do adesivo com papel. Os provetes foram curados de acordo com as recomendações do fabricante. Em todas as amostras, a área de colagem era de $25 \times 5 \text{ mm}^2$ e a espessura adesiva era de 0,7 mm.

3.3.2 Ensaio realizados

Durante o ensaio (Figura 56), foi utilizado um extensómetro mecânico para medir as deformações longitudinais. Seguindo a norma ISO 11003-2 para os ensaios TAST [35] foi utilizada uma velocidade de 0,5 mm/min e uma célula de carga de 100 kN para registar a carga suportada durante o ensaio. O extensómetro neste ensaio tem como objetivo medir o deslocamento do adesivo como também o deslocamento dos substratos, pois o comprimento base do extensómetro (50 mm) é superior ao comprimento de sobreposição dos provetes (5 mm). Desta forma, ao longo de um comprimento de 45 mm o extensómetro vai medir a deformação dos aderentes de aço. À posteriori foi necessário corrigir os deslocamentos e deformações de corte obtidos em todos os ensaios, pois apenas desta forma se considera o deslocamento do próprio adesivo [6]



Figura 56 - *Setup* do ensaio TAST: fixação do provete à máquina de ensaios e pormenor da instalação do extensómetro mecânico

3.3.3 Análise de resultados

O cálculo da tensão de corte (τ) foi dado por $(\tau)=P/(l \times b)$, onde a carga aplicada é definida por P , b é a largura e o comprimento colado é definido por l . O deslocamento aplicado (δ) dividido por t_A dá a deformação de corte (γ). Por último, o rácio τ/γ na zona elástica da curva $\tau-\gamma$ permite obter a estimativa de G [35]. A fim de determinar todas as propriedades mecânicas descritas do adesivo, considerou-se a norma ISO 11003-2 [35].

Todos os provetes TAST revelaram que as superfícies de rotura foram coesivas, e a topologia das superfícies fraturadas era idêntica (Figura 57).



Figura 57 - Rotura dos provetes TAST

3.3.3.1 Curvas $P-\delta$ e $\tau-\gamma$

Os dados dos ensaios TAST foram obtidos através do *software* da máquina de ensaios. Na Figura 58 podem-se observar as curvas $P-\delta$ e na Figura 59 as curvas $\tau-\gamma$.

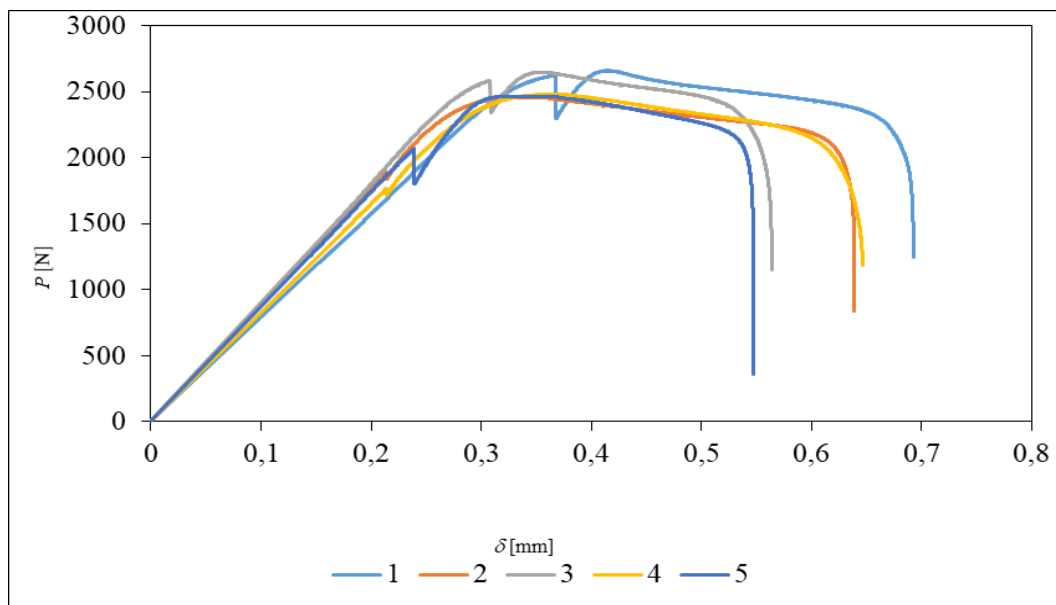


Figura 58 - Curvas $P-\delta$ dos provetes TAST

A remoção do extensómetro em cada ensaio originou momentaneamente uma queda de P , que obrigou ao tratamento dos dados de forma às curvas serem criadas, como que o ensaio se tivesse realizado sem extensómetro. Na interpretação das curvas, observa-se um comportamento elástico semelhante, na ductilidade e tensão de rotura.

Ao analisar as curvas $\tau-\gamma$ (Figura 59), observa-se uma maior repetibilidade entre as amostras em todos os parâmetros relevantes.

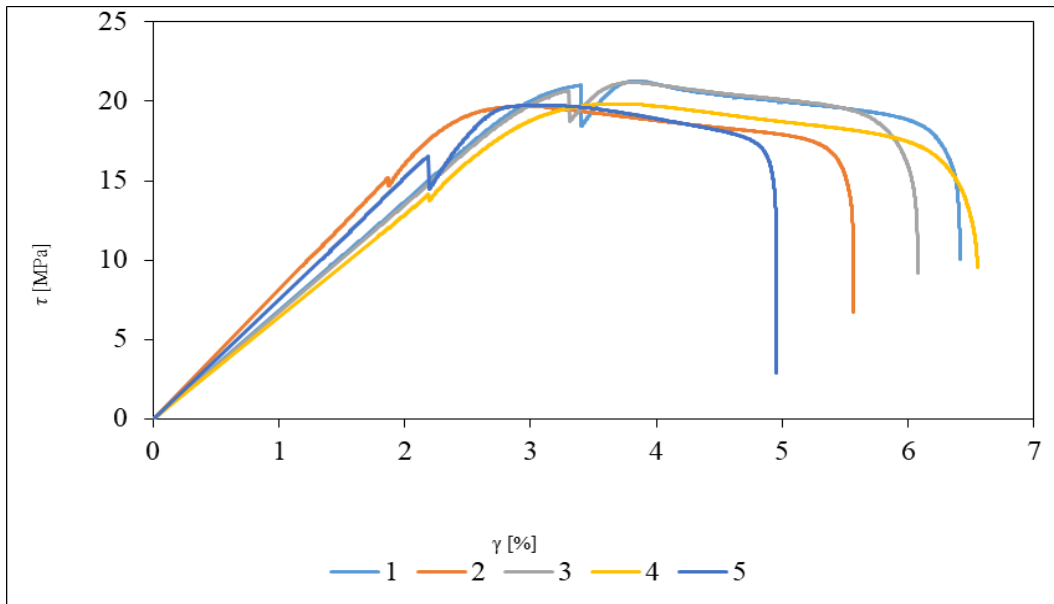


Figura 59 - Curvas τ - γ dos provetes TAST

A tensão de corte (τ_y) foi avaliada pela interseção entre a curva τ - γ e uma linha reta paralela à inclinação inicial da curva τ - γ para $\gamma=0,2\%$, como se pode verificar no exemplo da Figura 60.

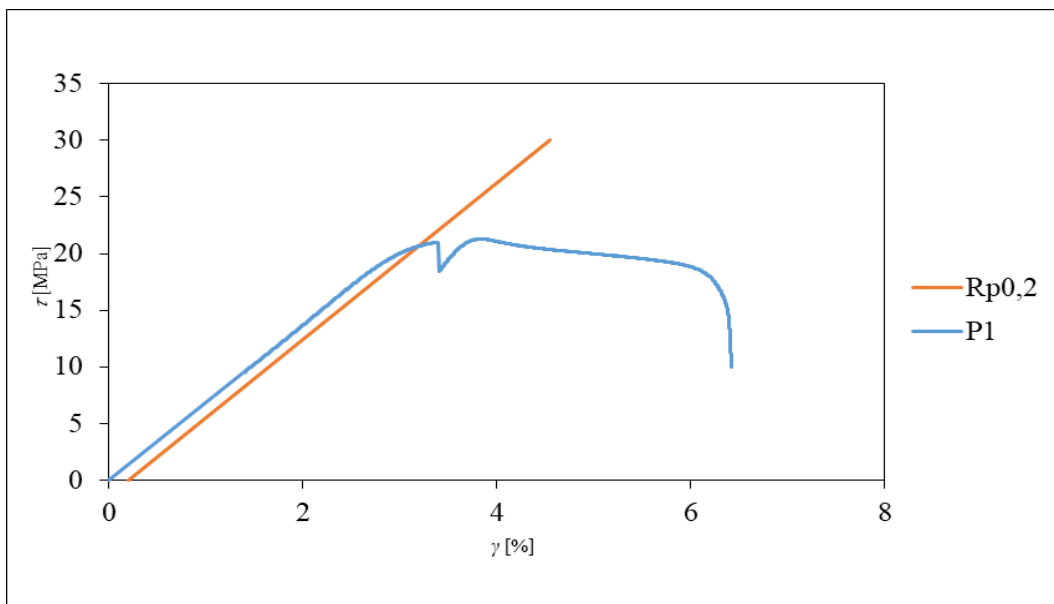


Figura 60 - Determinação da tensão limite elástico ao corte a 0,2% (provetes 1)

Na Figura 61 pode-se verificar a rotura dos provetes ensaiados, que serve de base para a análise dos resultados obtidos. As roturas foram todas coesivas, o que demonstra que a preparação das superfícies para a adesão foi realizada corretamente. A propagação da rotura (forma e direção) provoca comportamentos elásticos diferentes, o que pode resultar em diferentes valores de G .



Figura 61 - Rotura dos provetes TAST

3.3.3.2 Propriedades mecânicas

A Tabela 6 mostra os dados relevantes obtidos durante os ensaios e as respectivas propriedades mecânicas de corte do adesivo SikaForce® - 1277.

Tabela 6 - Propriedades mecânicas obtidas ao corte

Provete	Força máxima [N]	Tensão limite elástico a 0,2% [MPa]	τ_{max} [MPa]	G [MPa]	γ [%]	Tipos de rotura
1	2661,36	20,56	21,29	690,00	6,42	Coesiva
2	2459,64	19,50	19,68	790,00	5,56	Coesiva
3	2649,63	20,54	21,20	675,00	6,08	Coesiva
4	2481,10	19,10	19,85	660,00	6,55	Coesiva
5	2467,98	19,67	19,74	750,00	4,96	Coesiva
Média	2543,94	19,87	20,35	713,00	5,91	-
Desvio Padrão	102,20	0,65	0,82	54,95	0,66	-

Os resultados obtidos para o ensaio TAST fornecem um $G=713,00\pm 54,95$ MPa, com um desvio percentual de 7,7%. Este valor não é fornecido pelo fabricante, pelo que não é possível efetuar a comparação com a ficha técnica. Para calcular o coeficiente de Poisson (ν) (equação 3), o parâmetro G pode ser correlacionado com o valor de E obtido nos testes de tração, devido à natureza isotrópica do adesivo. Aplicando a conhecida relação para materiais isotrópicos, foi obtido o valor de $\nu=0,41$, que corresponde aos valores descritos na literatura [30]. τ_γ é outro parâmetro que não é fornecido pelo fabricante; portanto, não há como comparar esse valor. O resultado obtido para τ_γ foi de $19,87\pm 0,65$ MPa, com um desvio percentual de 3,28%. O fabricante fornece apenas a resistência ao corte (28 MPa), que é o parâmetro mais aproximado de τ_γ . A principal diferença entre

estes dois valores é que, no teste TAST, τ_f é teoricamente constante, o que não ocorre em um teste de corte. O τ_f obtido foi de $20,35 \pm 0,82$ MPa, inferior ao valor em junta de sobreposição simples reivindicado pelo fabricante. No entanto, foi encontrada uma boa semelhança entre as amostras, como pode ser confirmado pelo desvio padrão percentual de apenas 4,02%. Os valores de γ_f revelam alguma dispersão entre as amostras ($5,91 \pm 0,66\%$, com um desvio percentual de 11,11%), o que pode estar associado a uma ligeira variação de t_A induzida pelo processo de fabricação ou pequenas variações entre os aderentes do TAST. O resultado obtido confirmou que o adesivo em análise é dúctil.

3.4 Ensaios DCB

Neste capítulo é determinado G_{Ic} através da análise dos métodos CCM, CBT, DBT e CBBM. Para isso, é utilizada a geometria de provetes DCB, relativamente à sua geometria, dimensões, a preparação do gabarito, aplicação do adesivo, a cura e remoção dos provetes do gabarito.

3.4.1 Fabrico dos provetes

Neste ensaio foram fabricados seis provetes DCB, cuja geometria se apresenta na Figura 62. Os substratos utilizados são de alumínio AISI 6082-T651, sendo o seu módulo de elasticidade longitudinal de 70 GPa. Colaram-se dobradiças em aço nas extremidades dos provetes, pois a espessura do substrato é diminuta, com o objetivo de fixar os provetes às amarras da máquina de ensaios.



Figura 62 - Representação esquemática dos provetes DCB utilizados (dimensões em mm) [77]

Colocaram-se dois calços calibrados para garantir a espessura de adesivo constante ($t=0,2$ mm) e possibilitar a criação de uma pré-fenda (Figura 63).

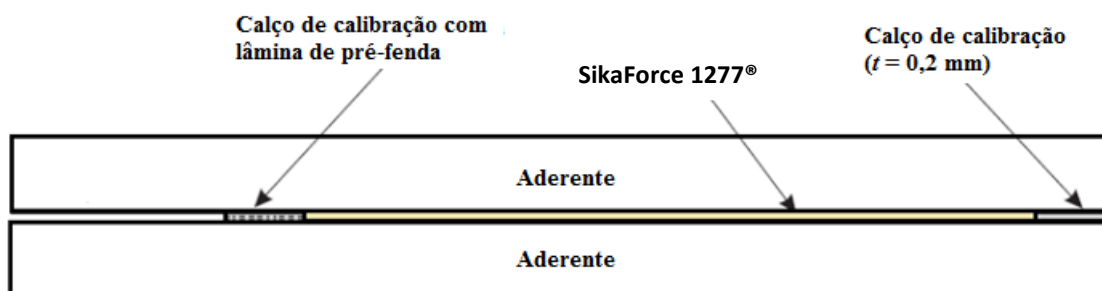


Figura 63 - Localização dos calços calibrados

Inicialmente limpam-se e desengorduram-se as laminas e as fitas de aço usadas para garantir espessura de adesão desejada, através de papel impregnado em acetona. Para a existência da pré-fenda inicial, criaram-se calços feitos através da colagem de duas fitas de aço de 0,05 mm à lamina de barbear, pelo meio de um adesivo de cianoacrilato.

Desengorduraram-se novamente as superfícies dos calços após o seu fabrico, colocaram-se no forno durante 10 minutos e, após o término desta tarefa, aplicou-se desmoldante para facilitar a remoção dos mesmos após os ensaios.

Relativamente aos substratos, a preparação superficial é semelhante à dos provetes TAST. Após a limpeza e desengorduramento das superfícies com papel embebido em acetona, segue-se a granalhagem das superfícies dos substratos, de forma a aliviar as tensões internas e para uma melhor ancoragem do adesivo. Depois deste processo executa-se novamente a limpeza dos substratos para remover impurezas. De forma a garantir a colocação dos calços no respetivo local, fez-se uma marcação com caneta de acetato, numa das extremidades dos substratos com 55 mm. Foram colados os calços em seis substratos inferiores dos provetes. Colocou-se adesivo em excesso de forma a que esta fosse expulso pelas laterais do provete quando se colocasse o substrato superior, de forma a garantir que o adesivo preenchia a área pretendida a colar. De forma a garantir a espessura uniforme e de 0,2 mm de adesivo, fez-se pressão na zona dos calços de forma a expulsar o excesso de adesivo. Posicionam-se os substratos de forma a estes ficarem alinhados e colocam-se molas/grampos para garantir o posicionamento alinhado dos substratos. Após a cura do adesivo durante uma semana, retiraram-se os calços dos provetes, como também o excesso de adesivo, através de um alicate e de uma mó numa furadora, de forma a obter uma superfície lisa onde o adesivo fica à face com os aderentes. Depois foi necessário cortar-se dobradiças (duas por provete) com um comprimento de cerca de 25 mm cada uma. Colaram-se as dobradiças às extremidades dos provetes onde vão ser solicitados. Após cura do adesivo ao longo de uma semana, pintou-se com tinta corretora uma das faces laterais de cada provete, de forma a observar a propagação da fenda durante o ensaio. Colocaram-se escalas alinhadas em cada substrato, tendo em atenção o local do início da fenda. Para garantir o início da propagação da fenda, manualmente fez-se o início da propagação através de

uma chave de fenda. Antes do ensaio, mediram-se os valores de a_0 de forma a garantir-se os mesmos nas fórmulas de cálculo.

3.4.2 Ensaio realizados

Para avaliar G_{Ic} , foram utilizados os seguintes métodos: CCM, CBT e CBBM. Campilho et al. [78] descrevem estes três métodos em detalhe, todos considerando a ZPF perto da ponta de fenda. O CCM baseando-se na equação Irwin-Kies [79] baseia-se fundamentalmente na flexibilidade do provete ($C=\delta/P$). No CBT é utilizada uma correção do comprimento de fenda (Δ), a fim de incluir na análise a rotação e a deflexão dos aderentes na ponta da fenda, obtida conforme especificado na norma ISO 15024 [80]. O CBBM é considerado um método relativamente simples mas robusto com base num comprimento de fenda equivalente (a_{eq}), e depende apenas da flexibilidade dos provetes medida durante o ensaio [78].

Após os testes, foram documentadas as superfícies de rotura dos seis provetes DCB, e foi possível concluir que todas as roturas foram coesivas (Figura 64).

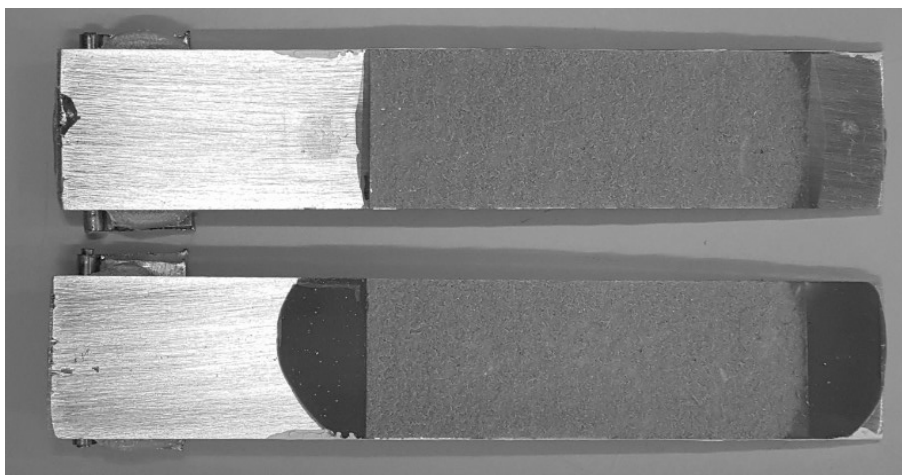


Figura 64 - Amostra DCB após o ensaio

3.4.3 Análise de resultados

As curvas $P-\delta$ dos testes DCB (Figura 65) apresentam inicialmente um aumento linear de P . Após o início do crescimento da fenda, é visível um relaxamento de P , correspondente à propagação de fendas a um valor constante da taxa de libertação de energia de deformação à tração (G_I). Os resultados dos testes de DCB apresentaram uma elevada repetibilidade nas curvas $P-\delta$, tanto antes do início da fenda como durante o seu crescimento. A estimativa da curva $C=f(a)$ e sua diferenciação são necessárias para obter G_I pelo CCM. Para estimar corretamente o G_{Ic} , a curva $C=f(a)$ deve ser analisada entre o início da propagação das fissuras e antes da falha total das amostras. A Figura 66 compara as curvas R , que relacionam a evolução de G_I com a ou a_{eq} [81] entre o CCM,

CBT e CBBM para um provete DCB. A propagação das fendas ocorreu com um valor aproximadamente constante de G_I durante os testes DCB. No entanto, observaram-se alguns desvios experimentais devido às diferenças naturais nas propriedades do adesivo e possíveis defeitos de adesão [82].

3.4.3.1 Curvas P - δ e R

Os dados dos ensaios DCB foram obtidos através do *software* da máquina de ensaios e permitiram traçar as curvas P - δ (Figura 65).

Inicialmente todos os provetes apresentam um comportamento de elevada repetibilidade, à exceção de P4. Conforme o aumento da carga aplicada, também no provete a energia armazenada aumenta, até ao ponto em que a energia armazenada e a energia necessária para o início de propagação de fenda se igualam. Cada pico corresponde à carga crítica origina a progressão da fenda.

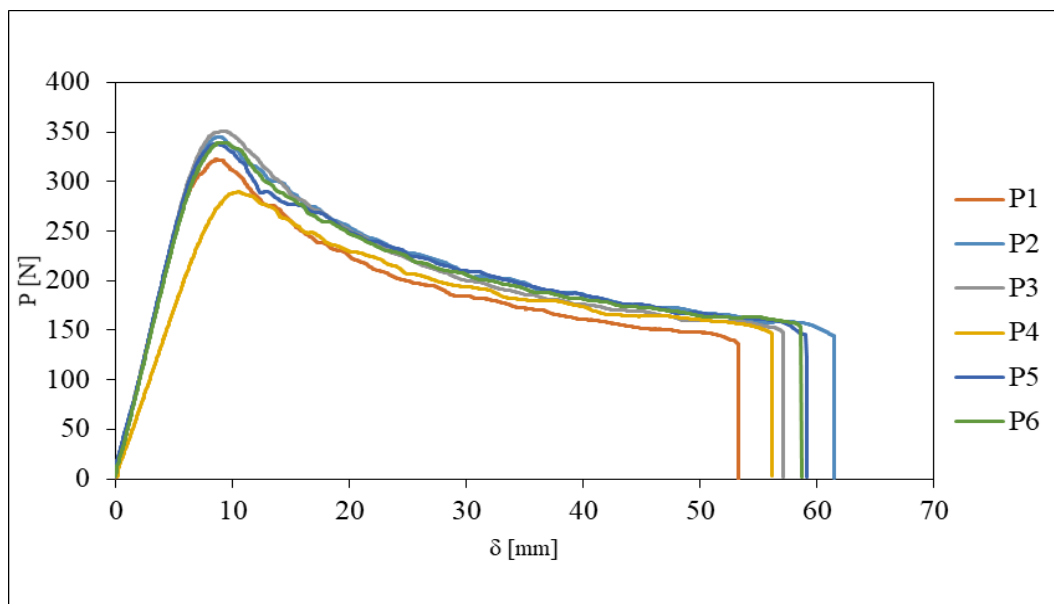


Figura 65 - Curvas P - δ dos provetes DCB

Após o início da fenda, existe uma redução da carga aplicada, que corresponde à progressão da fenda com um G_{Ic} constante.

A propagação da fenda é muito similar entre os provetes. As curvas R encontram-se representadas na Figura 66 para um provete DCB. Pode-se analisar os métodos CCM, CBT e CBBM. As curvas descrevem a evolução de G_I com a ou a_{eq} do provete P2.

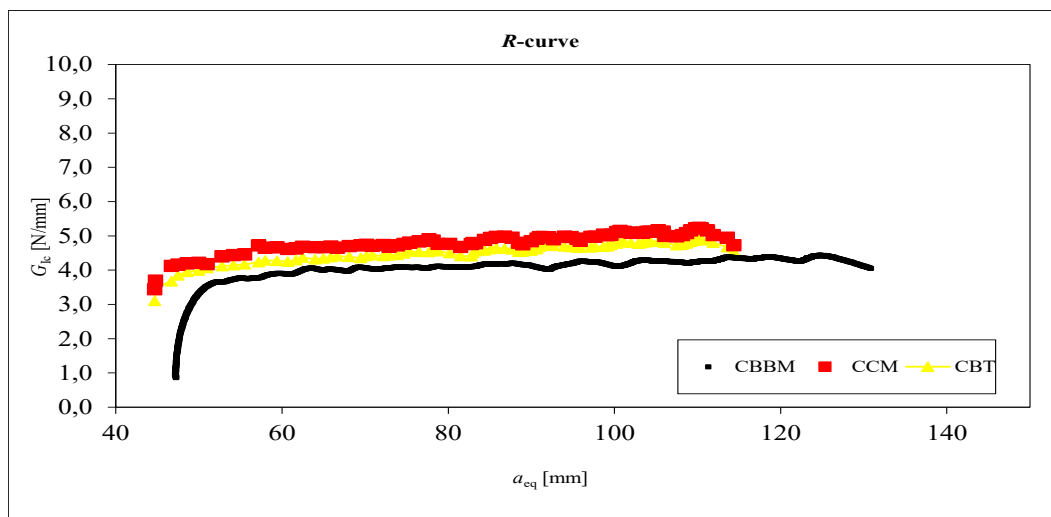


Figura 66 – Curvas - R de um provete DCB pelos métodos CCM, CBT e CBBM

3.4.3.2 Propriedades de tenacidade

Deve-se notar que, em adesivos dúcteis, no início do crescimento da fenda, ocorre um endurecimento progressivo por deformação plástica, possivelmente levando a microfissuras. As curvas obtidas pelos diferentes métodos combinam-se razoavelmente bem, obtendo-se uma boa correspondência entre métodos ao longo da fenda. Como mencionado anteriormente, o CBBM supera os outros métodos (CCM e CBT), pois não é necessário medir a , o que simplifica a análise e permite ter em conta a ZPF. Além disso, o CCM e o CBT exigem a medição de a , o que pode levar a erros adicionais nas estimativas de G_{Ic} devido a erros de leitura. Além disso, o CCM também exige a estimativa de dC/da pela diferenciação dos polinómios cúbicos ajustados às curvas $C=f(a)$, o que constitui outra fonte de erros [65]. Na Tabela 7, o G_{Ic} é comparado entre os três métodos de redução de dados utilizados neste trabalho.

Tabela 7 – Valores de G_{Ic} obtidos através dos métodos CCM, CBT e CBBM

Provete	G_{Ic} [N/mm]		
	CCM	CBT	CBBM
1	3,8740	3,7815	3,5156
2	4,8343	4,5399	4,2807
3	4,3361	4,3277	4,1801
4	4,2068	3,9019	4,1757
5	4,8342	4,4693	4,4847
6	4,4894	4,4032	4,1882
Média	4,4291	4,2372	4,1375
Desvio	0,37368	0,31663	0,3267

Os valores de G_{Ic} obtidos pelos três métodos foram: CCM= $4,43 \pm 0,37$ N/mm, CBT= $4,24 \pm 0,32$ N/mm e CBBM= $4,14 \pm 0,33$ N/mm. Os desvios padrão foram pequenos e dentro da dispersão aceitável das quantidades medidas experimentalmente, com um coeficiente de variação de CCM=8,44%, CBT=7,47%, CBBM=7,90%. Os valores de G_{Ic} obtidos para cada provete foram consistentes entre todos os métodos de redução de dados, embora o CBBM forneça um G_{Ic} ligeiramente menor em comparação com os outros métodos. No entanto, deve-se notar que o CBBM é o método mais confiável, pois não é afetado por possíveis erros de medição e por contabilizar os efeitos da ZPF.

3.5 Ensaios ENF

Para a determinação da tenacidade à fratura ao corte de juntas adesivas, utilizaram-se os métodos CCM, CBT e CBTM. Este capítulo apresenta o fabrico dos provetes ENF, como a sua geometria, dimensões, a preparação do molde, aplicação do adesivo, a cura e remoção dos provetes do molde, seguido da apresentação e análise de resultados.

3.5.1 Fabrico dos provetes

Os substratos são em Al 6082 com as dimensões de $230 \times 26 \times 3$ mm (comprimento \times largura \times espessura). A preparação dos provetes é idêntica à técnica utilizada para a preparação de superfícies dos substratos DCB, apenas tem como única diferença a distância entre o calço da pré-fenda e o extremo do substrato é de 65 mm. Colaram-se os calços ao substrato inferior com o adesivo e, de forma a obter a espessura necessária, fez-se pressão na zona dos calços (Figura 67).



Figura 67 - Marcação e colocação de calços nos substratos

Após remoção do adesivo em excesso, os provetes são alinhados e seguros por grampos até à cura do adesivo, sensivelmente durante uma semana à temperatura ambiente (Figura 68).



Figura 68 - Provetes ENF com pinças para aplicação de pressão durante a cura

Após cura colocou-se tinta corretora numa das faces laterais dos provetes e colaram-se as escalas da mesma maneira à realizada nos provetes DCB, e também se removeu o excesso de adesivo. Removeram-se os calços e manualmente fez-se a pré-fenda e registaram-se os valores de a_0 , pois este valor é necessário para a análise dos dados.

3.5.2 Ensaios realizados

O adesivo escolhido apresenta uma grande ductilidade, o que dificulta a medição do valor real α . Para avaliar G_{IIC} , foram utilizados os métodos de redução de dados CCM, CBT e CBBM. Como mencionado anteriormente, o CCM é baseado na flexibilidade dos provetes e na equação de Irwin-Kies [79]. Wang e Williams [62] propuseram o CBT para medir G_{IIC} , que inclui correções no comprimento da fenda para explicar os efeitos da deformação por corte. O CBBM, usando o conceito α_{eq} , permite a estimativa de G_{IIC} a partir dos parâmetros prontamente disponíveis após testes experimentais, ou seja, P e δ (que fornecem C) [83]. Sabe-se que esse método tem em consideração o efeito da ZPF desenvolvida na zona da extremidade da fenda, pelo que usa α_{eq} em vez de α . Podem ser encontrados detalhes adicionais do método no trabalho de Moura et al. [66].

3.5.3 Análise de resultados

Foram usadas oito provetes para a realização nos testes ENF pois, neste teste, podem ocorrer propagações instáveis de fenda devido à tipologia do teste. Pode-se concluir que as curvas P - δ estão de acordo entre si, com a exceção de dois provetes, que revelaram uma rigidez inicial marcadamente diferente devido a um a_0 diferente. No entanto, essa diferença não compromete a validade dos resultados. Normalmente, o G_{IIC} é medido depois de ser atingido P_m . De seguida a carga começa a diminuir devido à propagação da fenda, que é a base dos testes ENF. No entanto, devido à alta ductilidade ao corte do adesivo, não foi possível observar este comportamento, pois P não diminuiu após o início da fenda. Como resultado, foi impossível obter uma curva R com um patamar de

G_{II} . Assim, G_{IIC} foi considerado como o valor de G_{II} no início da propagação de fenda. Deve-se notar também que, quando o ZPF atinge a região do cilindro de carregamento, os valores não são mais válidos para a medição de G_{IIC} devido aos efeitos de compressão entre as faces da fenda. Os valores de G_{IIC} obtidos são mostrados na Tabela 8.

3.5.3.1 Curvas P - δ e R

Após a realização dos testes ENF, os dados de P - δ foram recolhidos e os resultados são apresentados na Figura 69. Existe um padrão de repetibilidade dos valores da força máxima. De seguida, a curva entra num patamar onde a força se mantém aproximadamente constante até à rotura. A zona deste patamar determina o G_{IIC} .

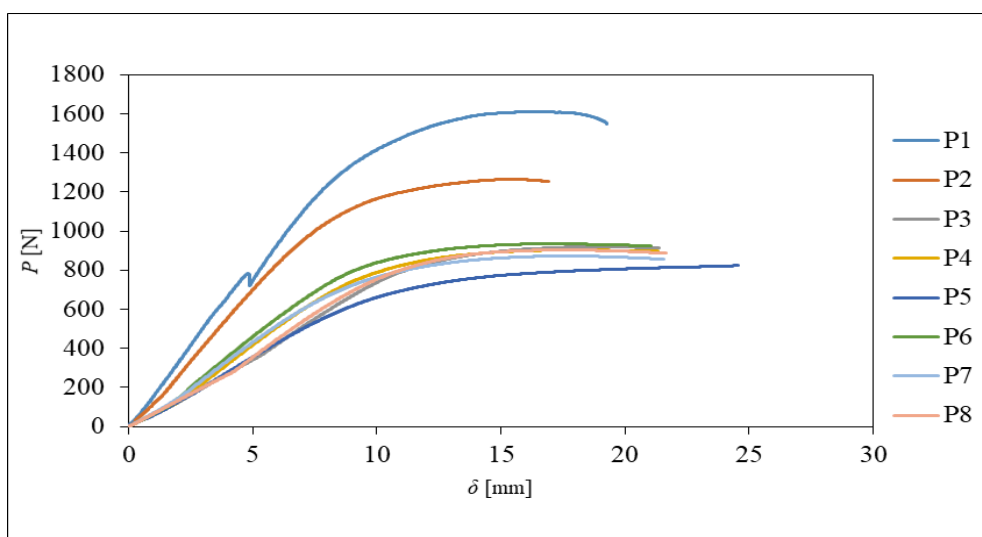


Figura 69 - Curvas P - δ dos provetes ENF

A curva R obtida pelo provete P2, como se pode observar na Figura 70 através da análise do método CBBM, é representativa dos resultados obtidos dos 8 provetes ensaiados

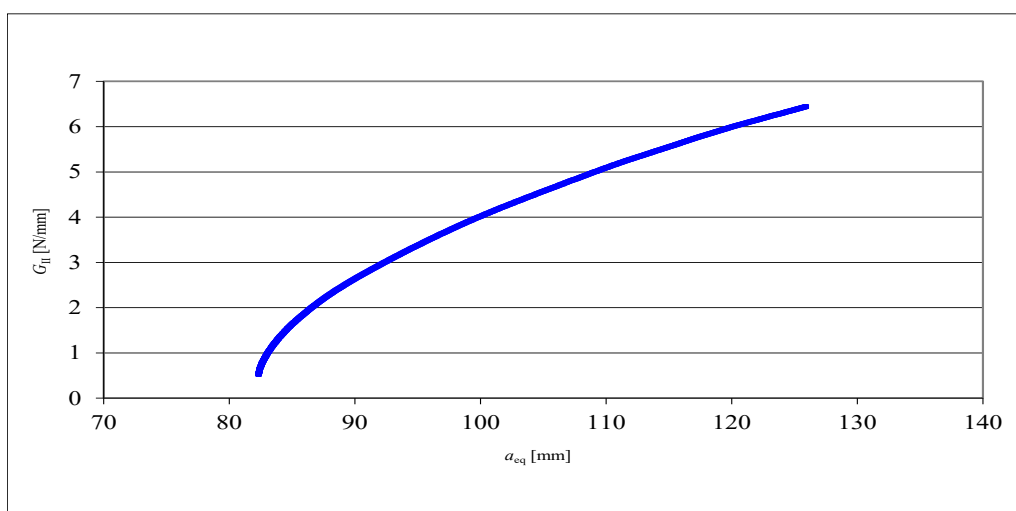


Figura 70 - Curva R obtida pelo ensaio ENF para o provete P8 através do método CBBM

De salientar que a curva R faz a relação entre a evolução de G_{II} com α_{eq} . Após a força máxima ser atingida obtém-se a tenacidade à fratura em modo II, quando a curva começa a definir um patamar. Neste caso o comprimento de fenda equivalente situa-se entre os 95 e 105 mm (Figura 70). A aproximação da ZPF ao cilindro de carregamento corresponde ao momento no qual G_{II} começa a subir. A única forma de se afirmar que as roturas são coesivas é por inspeção visual.

3.5.3.2 Propriedades de tenacidade

A Tabela 8 mostra os valores obtidos de G_{IIC} através dos métodos CCM, DBT, CBT e CBBM.

Tabela 8 - Valores de G_{IIC} obtidos através dos métodos CCM, CBT e CBBM

Provete	G_{IIC} [N/mm]			
	CCM	DBT	CBT	CBBM
1	10,18	9,23	8,90	9,10
2	9,31	7,44	8,06	7,55
3	6,52	6,53	7,74	6,86
4	7,37	5,87	6,21	6,31
5	7,35	5,67	7,01	6,78
6	6,72	5,80	6,01	6,17
7	6,29	6,35	5,89	6,35
8	6,57	6,45	5,75	6,48
Média	7,54	6,67	6,95	6,95
Desvio	1,43	1,18	1,18	0,97

Os valores de G_{IIC} obtidos, considerando os três métodos de redução de dados, foram: $7,54 \pm 1,43$ N/mm (CCM), $6,67 \pm 1,18$ N/mm (DBT), $6,95 \pm 1,18$ N/mm (CBT) e $6,95 \pm 0,97$ N/mm (CBBM). Como mencionado anteriormente, o CBBM é o método mais robusto, que permite obter G_{IIC} com precisão. Assim, será usado como um valor de referência. Portanto, comparando os três métodos, pode-se concluir que o valor atingido pelo CBT é idêntico ao valor do CBBM, enquanto o CCM possui um valor um pouco maior. O CBBM e o CBT apresentam um bom acordo, enquanto o CCM ultrapassa ligeiramente os outros dois métodos. No entanto, o CCM é propenso a ser afetado por erros de medição e utilização de polinómios de aproximação com ajuste fraco. O desvio padrão percentual para os diferentes métodos foi 19,01% (CCM), 17,67% (DBT), 16,91% (CBT) e 13,99% (CBBM), portanto dentro de limites aceitáveis.

**CONCLUSÕES E PROPOSTAS DE
TRABALHOS FUTUROS**

4 CONCLUSÕES E PROPOSTAS DE TRABALHOS FUTUROS

O principal objetivo deste trabalho foi caracterizar as propriedades mecânicas e de fratura de um novo adesivo estrutural de poliuretano (SikaPower® 1277). Os ensaios de tração resultaram em $E=2011,76\pm 147,14$ MPa, $\sigma_f=23,83\pm 2,70$ MPa, $\sigma_y=19,41\pm 2,84$ MPa e $\epsilon_f=2,1\pm 0,75\%$. Ao comparar com a folha de dados do fabricante, pode-se concluir que σ_f e ϵ_f estão ligeiramente abaixo dos valores esperados e apresentados pelo fabricante. Os testes TAST permitiram estimar $G=713,00\pm 54,95,35$ MPa, $\tau_y=19,87\pm 0,65$ MPa, $\tau_f=20,35\pm 0,82$ MPa e $\gamma_f=5,91\pm 0,66\%$. A caracterização da fratura por tração do adesivo, dada por G_{Ic} e realizada pelos testes DCB, foi realizada por diferentes métodos de redução de dados: CCM= $4,43\pm 0,37$ N/mm, CBT= $4,24\pm 0,31$ N/mm e CBBM= $4,14\pm 0,17$ N/mm. O G_{IIc} foi estimado por testes ENF por diferentes métodos de redução de dados e obtiveram-se os seguintes valores: CCM= $7,54\pm 1,43$ N/mm, DBT= $6,67\pm 1,18$ N/mm, CBT= $6,95\pm 1,18$ N/mm e CBBM= $6,95\pm 0,97$ N/mm. Como não é possível comparar G_{Ic} e G_{IIc} com a folha de dados fornecida pelo fabricante, só é possível concluir que os diferentes métodos estão em conformidade. Este adesivo é um adesivo estrutural com resistência mecânica razoável e alta ductilidade. Como principal resultado deste trabalho, as propriedades mecânicas e de fratura relevantes do SikaPower® 1277 foram estimadas e agora podem ser aplicadas para previsão de resistência de juntas coladas por técnicas avançadas de modelação como Modelos de Dano Coesivo (MDC).

Este adesivo estrutural consegue adequar a sua boa resistência mecânica com uma excelente ductilidade, tendo um bom tempo para a aplicação do mesmo, ligando qualquer tipo de material.

De forma a dar continuidade ao desenvolvimento do estudo deste adesivo, era importante o desenvolvimento dos seguintes trabalhos:

- Realização de um estudo comparativo das propriedades mecânicas e de fratura a diferentes temperaturas;
- Realização de outros ensaios para determinação das propriedades em modo misto;
- Realização de um estudo do adesivo à fadiga;
- Realização de ensaios de impacto para a avaliação do adesivo;
- Realização de uma análise numérica de ensaios recorrendo ao *software* ABAQUS® de forma à verificação da capacidade de previsão.

REFERÊNCIAS

5 REFERÊNCIAS

1. Sika. 2020 Data de acesso; Available from: <https://industry.sika.com/en/home/technologies/smartcore-technology.html#a1179208408>.
2. Critchlow, G.W., K.A. Yendall, D. Bahrani, A. Quinn, e F. Andrews, *Strategies for the replacement of chromic acid anodising for the structural bonding of aluminium alloys*. International Journal of Adhesion and Adhesives, 2006. **26**(6): p. 419-453.
3. Lapique, F. e K. Redford, *Curing effects on viscosity and mechanical properties of a commercial epoxy resin adhesive*. International Journal of Adhesion and Adhesives, 2002. **22**(4): p. 337-346.
4. Constante, C.J., R.D.S.G. Campilho, e D.C. Moura, *Tensile fracture characterization of adhesive joints by standard and optical techniques*. Engineering Fracture Mechanics, 2015. **136**: p. 292-304.
5. Pinto, A.M.G., *Ligações adesivas entre materiais poliméricos com e sem alteração superficial dos substratos*. 2007, Tese do Doutoramento. Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto: Porto, Portugal.
6. da Silva, L.F.M., A.G. de Magalhaes, e M.F.S. de Moura, *Juntas adesivas estruturais*. 2007, Porto, Portugal: Publindústria.
7. Couvrat, P., *Le collage structural moderne: théorie et pratique*. 1992, Paris, França: TEC et DOC.
8. Brandão, A., C. Oliveira, F. Belezza, J. Pinto, J. Couto, R. Mendes, e V. Correia, *Adesivos em automóveis*, in *Apresentação do Projecto FEUP do Grupo MMM51*. 2010, Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto: Porto, Portugal.
9. Cognard, P., *Handbook of adhesives and sealants: basic concepts and high tech bonding*. Vol. 1. 2005, Amesterdão, Países Baixos: Elsevier.
10. Monroe. 2020 Data de acesso: Julho 2020]; Available from: <https://monroeengineering.com/blog/who-invented-the-rivet-a-riveting-bit-of-aviation-history/>.
11. Henkel-adhesives. 2020 [cited 2020 Data de acesso: Julho]; Available from: <https://www.henkel-adhesives.com/pt/pt/industrias/industria-aeroespacial/construcao-e-montagem-de-pecas-de-aeronaves.html>.
12. Baratieri, L.N., M. Junior, M. Andrada, L. Vieira, A. Ritter, e A. Cardoso, *Odontologia restauradora—fundamentos e possibilidades*. 1ª edição. 2003, São Paulo, Brasil: Quintessence Books.
13. Kugel, G. e M. Ferrari, *The science of bonding: from first to sixth generation*. The Journal of the American Dental Association, 2000. **131**: p. 20S-25S.
14. Soares, A.D.d.S., *Procedimentos Adesivos em Odontopediatria: força de adesão e ultramorfolgia das interfaces*. 2010, Tese de Mestrado. Universidade de Coimbra: Coimbra, Portugal.

15. Mena-Serrano, A., C. Kose, E.A. De Paula, L.Y. Tay, A. Reis, A.D. Loguercio, e J. Perdigão, *A new universal simplified adhesive: 6-month clinical evaluation*. Journal of Esthetic and Restorative Dentistry, 2013. **25**(1): p. 55-69.
16. Petrie, E.M., *Handbook of adhesives and sealants*. 2000, Nova-Iorque, USA: McGraw-Hill.
17. Minford, J.D., *Treatise on adhesion and adhesives*. Vol. 7. Treatise on adhesion and adhesives. Vol. 7 Marcel Dekker, Inc., 521 p. Vol. 7. 1991, Nova Iorque, USA: Marcel Dekker, Inc.
18. Clearfield, H., D. McNamara, e G.D. Davis, *Adherent surface preparation for structural adhesive bonding*, in *Adhesive Bonding*. 1991, Springer: Berlim, Alemanha. p. 203-237.
19. Faneco, T., R. Campilho, F. Silva, e R. Lopes, *Strength and fracture characterization of a novel polyurethane adhesive for the automotive industry*. Journal of Testing and Evaluation, 2017. **45**(2): p. 398-407.
20. Esteves, J.L.S., *Estudo do comportamento de adesivos estruturais*. 1990, Tese de Mestrado. Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto: Porto.
21. da Cruz, A.C. e J. Carreira, *Ensaio mecânicos*. 1992, Oeiras, Portugal: ISQ - Instituto de Soldadura e Qualidade.
22. Kinloch, A.J., *Adhesion and adhesives: science and technology*. 2012, Berlim, Alemanha: Springer Science & Business Media.
23. da Silva, L.F., D.A. Dillard, B. Blackman, e R.D. Adams, *Testing adhesive joints: best practices*. 2012, Nova Jersey, EUA: John Wiley & Sons.
24. Ikegami, K., T. Fujii, H. Kawagoe, H. Kyogoku, K. Motoie, K. Nohno, T. Sugibayashi, e F. Yoshida, *Benchmark tests on adhesive strengths in butt, single and double lap joints and double-cantilever beams*. International Journal of Adhesion & Adhesives, 1996. **16**(4): p. 219-226.
25. Broughton, B. e M. Gower, *Preparation and testing of adhesive joints. Measurement Good Practice Guide No. 47*. NPL Materials Centre, 2001.
26. 527-3, I., *Plastics — Determination of tensile properties — Part 3: Test conditions for films and sheets*. 2018, International Organization for Standardization Geneva, Switzerland.
27. da Silva, L.F., R. Adams, e M. Gibbs, *Manufacture of adhesive joints and bulk specimens with high-temperature adhesives*. International Journal of Adhesion & Adhesives, 2004. **24**(1): p. 69-83.
28. Pinto, S.D.M., *Determinação das propriedades mecânicas à tração de adesivos estruturais frágeis e dúcteis*. 2013, Tese de Mestrado. Instituto Superior de Engenharia do Porto: Porto, Portugal.
29. Banea, M.D., L.F.M. da Silva, e R.D.S.G. Campilho, *Moulds design for adhesive bulk and joint specimens manufacturing*. Assembly Automation, 2012(32): p. 284-292.
30. da Silva, L.F., A. Öchsner, e R.D. Adams, *Handbook of adhesion technology*. 2011, Berlim, Alemanha: Springer Science & Business Media.
31. Dean, G. e B. Duncan, *Preparation and testing of bulk specimens of adhesives*. 1998, Teddington, Reino Unido: National Physical Laboratory.
32. ISO, B., 527-2: 1996. *Plastics—determination of tensile properties—part 2: test conditions for moulding and extrusion plastics*, in *British Standards Institution*. 1996. p. 1-14.

33. Chiaverini, V., *Tecnologia mecânica: estrutura e propriedades das ligas metálicas*. Ed. Pearson Education do Brasil, São Paulo. Vol. 2. 1986, São Paulo, Brasil: Makron Books.
34. Morais, J.F.A., *Desenvolvimento de ferramentas e provetes para o ensaio Thick Adherend Shear Test (TAST)*. 2013, Tese de Mestrado. Instituto Superior de Engenharia do Porto: Porto, Portugal.
35. ISO, 11003-2: -12 - *Adhesives—Determination of shear behaviour of structural adhesives—Part 2: Tensile test method using thick adherends*. 2001.
36. Belis, J., J. Depauw, D. Callewaert, D. Delincé, e R. Van Impe, *Failure mechanisms and residual capacity of annealed glass/SGP laminated beams at room temperature*. *Engineering Failure Analysis*, 2009. **16**(6): p. 1866-1875.
37. Adams, D. e D. Walrath, *Further development of the Iosipescu shear test method*. *Experimental mechanics*, 1987. **27**(2): p. 113-119.
38. 11003-2, I., *Adhesives — Determination of shear behaviour of structural adhesives — Part 2: Tensile test method using thick adherends*. 2019, International Organization for Standardization Geneva, Switzerland.
39. D695, A., *ASTM D695-15 Standard Test Method for Compressive Properties of Rigid Plastics*. 2015, West Conshohocken, PA, 19428-2959 USA.
40. Monteiro, J.P.R., *Caraterização das propriedades mecânicas e de fratura de um adesivo estrutural de alta ductilidade*. 2015, Tese de Mestrado. Instituto de Engenharia do Porto: Porto, Portugal.
41. Faneco, T.M.d.S., *Caraterização das propriedades mecânicas de um adesivo estrutural de alta ductilidade*. 2014, Tese de Mestrado. Instituto Superior de Engenharia do Porto: Porto, Portugal.
42. Vaughn, L.F., *Measurement of basic mechanical properties of adhesives for design use*. 1998, Tese de Doutoramento. Universidade de Bristol: Bristol, Reino Unido.
43. Costa, C., A. Costa, M. Teixeira, S. Pereira, e C. Mota, *Projecto PESC Nº4: Caracterização Mecânica de Adesivos Estruturais*. Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Porto, 2004. **2005**.
44. da Silva, L.F.M. e R.D.S.G. Campilho, *Advances in numerical modelling of adhesive joints*. 2012, Berlim, Alemanha: Springer.
45. Campilho, R.D.S.G., *Repair of composite and wood structures*. 2009, Tese de Doutoramento. Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto: Porto, Portugal.
46. Cardoso, R.F.G., *Desenvolvimento de um dispositivo para a determinação da tenacidade de adesivos em modo misto*. 2011, Tese de Mestrado. Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto: Porto, Portugal.
47. Chaves, F.J.P., *Fracture mechanics applied to the design of adhesively bonded joints*. 2013, Tese de Doutoramento. Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto: Porto, Portugal.
48. Nunes, F., R. Campilho, M. Cardoso, e F. Silva, *Fracture envelope estimation of a structural adhesive by dedicated fracture tests*. *Procedia Manufacturing*, 2019. **38**: p. 1252-1259.
49. Blackman, B.R.K., A.J. Kinloch, e M. Paraschi, *The effect of the substrate material on the value of the adhesive fracture energy, G_c: Further considerations*. *Journal of Materials Science Letters*, 2001. **20**(3): p. 265-267.

50. Benbow, J. e F. Roesler, *Experiments on controlled fractures*. Proceedings of the Physical Society. Section B, 1957. **70**(2): p. 201.
51. Gilman, J.J. *Cleavage, ductility and tenacity in crystals*. in *ICFO, International Conference on Fracture*. 1959. Swampscott, USA.
52. Standard, A., *D3433-99: Standard Test Method for Fracture Strength in Cleavage of Adhesives in Bonded Metal Joints*, ASTM International, West Conshohocken, PA. 2012, ASTM International: Pensilvânia, USA.
53. Esteves, V.H.C., *Determinação da tenacidade de um adesivo em solicitações de modo misto (I+ II)*. 2010, Tese de Mestrado. Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto: Porto, Portugal.
54. Chaves, F.J., L. Da Silva, M. De Moura, D. Dillard, e V. Esteves, *Fracture mechanics tests in adhesively bonded joints: a literature review*. The Journal of Adhesion, 2014. **90**(12): p. 955-992.
55. 99, A.D., *Standard Test Method for Fracture Strength in Cleavage of Adhesives in Bonded Metal Joints*. 2020, West Conshohocken, PA, 19428-2959 USA.
56. Park, S. e D.A. Dillard, *Development of a simple mixed-mode fracture test and the resulting fracture energy envelope for an adhesive bond*. International Journal of Fracture, 2007. **148**(3): p. 261-271.
57. Canto, C.M.S., *Strength and fracture energy of adhesives for the automotive industry*. 2013, Tese de Mestrado. Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto: Porto, Portugal.
58. Azevedo, J., R. Campilho, F. Da Silva, T. Faneco, e R. Lopes, *Cohesive law estimation of adhesive joints in mode II condition*. Theoretical and Applied Fracture Mechanics, 2015. **80**: p. 143-154.
59. Teixeira, J., R. Campilho, e F. Da Silva, *Numerical assessment of the Double-Cantilever Beam and Tapered Double-Cantilever Beam tests for the GIC determination of adhesive layers*. The Journal of Adhesion, 2018. **94**(11): p. 951-973.
60. Kanninen, M.F. e C.L. Popelar, *Advanced fracture mechanics*. 1985, Oxônia, Reino Unido: Oxford University Press; 1st Edition (June 6, 1985).
61. da Silva, L.F.M. e A. Öchsner, *Modeling of adhesively bonded joints*. 2008, Heidelberg, Germany: Springer.
62. Wang, Y. e J. Williams, *Corrections for mode II fracture toughness specimens of composites materials*. Composites Science and Technology, 1992. **43**(3): p. 251-256.
63. Carvalho, U.T.F., *Modelação de juntas adesivas por modelos de dano coesivo utilizando o método direto*. 2016, Tese de Mestrado. Instituto Superior de Engenharia do Porto: Porto.
64. Carvalho, U.T.F. e R.D.S.G. Campilho, *Application of the direct method for cohesive law estimation applied to the strength prediction of double-lap joints*. Theoretical and Applied Fracture Mechanics, 2016. **85, Part A**: p. 140-148.
65. De Moura, M., R. Campilho, e J. Gonçalves, *Crack equivalent concept applied to the fracture characterization of bonded joints under pure mode I loading*. Composites Science and Technology, 2008. **68**(10-11): p. 2224-2230.
66. de Moura, M., R. Campilho, e J. Gonçalves, *Pure mode II fracture characterization of composite bonded joints*. International Journal of Solids and Structures, 2009. **46**(6): p. 1589-1595.

67. de Moura, M.F., *Numerical simulation of the ENF test for the mode-II fracture characterization of bonded joints*. Journal of Adhesion Science and Technology, 2006. **20**(1): p. 37-52.
68. de Moura, M. e A. de Morais, *Equivalent crack based analyses of ENF and ELS tests*. Engineering Fracture Mechanics, 2008. **75**(9): p. 2584-2596.
69. Fernández, M., M. De Moura, L. Da Silva, e A. Marques, *Mixed-mode I+ II fatigue/fracture characterization of composite bonded joints using the Single-Leg Bending test*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2013. **44**: p. 63-69.
70. Kanninen, M., *An augmented double cantilever beam model for studying crack propagation and arrest*. International Journal of Fracture, 1973. **9**(1): p. 83-92.
71. da Silva, L., V. Esteves, e F. Chaves, *Fracture toughness of a structural adhesive under mixed mode loadings*. Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, 2011. **42**(5): p. 460-470.
72. D6671/D6671M-19, A., *Standard Test Method for Mixed Mode I-Mode II Interlaminar Fracture Toughness of Unidirectional Fiber Reinforced Polymer Matrix Composites*. 2019, West Conshohocken, PA, 19428-2959 USA.
73. 76-142, N.T., *Méthode de preparation de plaques d'adhésifs structuraux pour la réalisation d'éprouvettes d'essai de caractérisation*. 1988.
74. Monteiro, J.P.R., R.D.S.G. Campilho, E.A.S. Marques, e L.F.M. da Silva, *Experimental estimation of the mechanical and fracture properties of a new epoxy adhesive*. Applied Adhesion Science, 2015. **3**(1): p. 25.
75. ISO, E., *527-2: 1996. Determination of tensile properties of plastics-Test conditions for moulding and extrusion plastics*, European Committee for Standardization, Brussels, Belgium.
76. Da Silva, L.F.M., *Quasi-static testing of Thick Adherend Shear Test specimens*, in *Testing adhesive joints: best practices*, L.F. Da Silva, et al., Editors. 2012, John Wiley & Sons. p. 125-130.
77. Constante, C.J., *Utilização de métodos ópticos de correlação de imagem para a determinação da tenacidade à fractura de adesivos estruturais*. 2014, Tese de Mestrado. Instituto Superior de Engenharia do Porto.: Porto, Portugal.
78. Campilho, R., D. Moura, D.J. Gonçalves, J. Da Silva, M.D. Banea, e L.F. da Silva, *Fracture toughness determination of adhesive and co-cured joints in natural fibre composites*. Composites Part B: Engineering, 2013. **50**: p. 120-126.
79. Compston, P., P.-Y. Jar, P. Burchill, e K. Takahashi, *The effect of matrix toughness and loading rate on the mode-II interlaminar fracture toughness of glass-fibre/vinyl-ester composites*. Composites science and technology, 2001. **61**(2): p. 321-333.
80. Standardization, I.O.f., *ISO 15024: 2001: Fibre-reinforced Plastic Composites: Determination of Mode I Interlaminar Fracture Toughness, GIC, for Unidirectionally Reinforced Materials*. 2001: ISO.
81. Shahverdi, M., A.P. Vassilopoulos, e T. Keller, *Modeling effects of asymmetry and fiber bridging on Mode I fracture behavior of bonded pultruded composite joints*. Engineering Fracture Mechanics, 2013. **99**: p. 335-348.
82. Ameli, A., M. Papini, J. Schroeder, e J. Spelt, *Fracture R-curve characterization of toughened epoxy adhesives*. Engineering Fracture Mechanics, 2010. **77**(3): p. 521-534.

-
83. Banea, M., L. Da Silva, e R. Campilho, *Mode II fracture toughness of adhesively bonded joints as a function of temperature: experimental and numerical study*. The Journal of Adhesion, 2012. **88**(4-6): p. 534-551.