

APLICAÇÃO DO MÉTODO DE EMISSÃO ACÚSTICA AO ESTUDO DO COMPORTAMENTO DE JUNTAS COLADAS DE MATERIAIS COMPÓSITOS SUJEITAS A FLUÊNCIA

A.G. Magalhães¹, M.F.S.F. de Moura²

¹DEM - Instituto Superior de Engenharia do Porto, Rua Dr. António Bernardino de Almeida, 431, 4200-072 Porto - Portugal

²DEMEGI - Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Rua Dr. Roberto Frias, 4200-465 Porto - Portugal

RESUMO

Recorrendo a um controlo não destrutivo baseado no método de emissão acústica estabeleceram-se critérios para diferenciar as diferentes formas de rotura que uma ligação adesiva entre materiais compósitos pode apresentar. Foi igualmente observável que a emissão acústica se revela eficaz no acompanhamento da degradação produzida por fluência. Com o objectivo de compreender a evolução do dano até à rotura, foi utilizada a técnica de radiografia em paralelo com a emissão acústica. A verificação de que é possível estabelecer concordância entre os dois métodos permitiu validar resultados de emissão acústica e, consequentemente, reduzir custos nas operações de controlo não destrutivo das ligações. Na elaboração do modelo de degradação discutiu-se a influência de alguns aspectos relacionados com o estabelecimento e propagação de fissuras que se associam ao mecanismo de rotura. Definiu-se o coeficiente acústico de dano, C_d , que permite prever o tipo de rotura a observar por análise da emissão acústica produzida na fase de fluência secundária. Finalmente, foram analisados, por comparação do número acumulado de contagens, os comportamentos das juntas com variações da tensão instalada, humidade relativa e temperatura. As conclusões retiradas permitem afirmar que a emissão acústica produzida sobe por efeito de cada um dos factores assinalados.

1. INTRODUÇÃO

A aplicação de adesivos estruturais para ligar materiais compósitos tem sido uma prática muito comum em diversas indústrias de referência, com destaque para as indústrias aeronáutica e aeroespacial. O aumento do grau de confiança na utilização de juntas coladas depende do desenvolvimento de programas de caracterização do comportamento

mecânico, nomeadamente das propriedades a longo prazo. A rotura em ligações adesivas de materiais compósitos está dependente de um largo conjunto de variáveis como por exemplo a tenacidade do adesivo, a natureza da matriz, a orientação do reforço da camada exterior sobre a qual é feita a colagem, as condições ambientais, a geometria da junta e a configuração do carregamento^[1]. A iniciação da rotura dá-se quando uma das extremidades da zona de

sobreposição rompe pelo efeito da elevada tensão de tracção resultante da flexão do substrato. Segundo Adams et al^[2] existem basicamente dois modos de rotura em juntas com substratos em materiais compósitos: no primeiro caso, as tensões de tracção na direcção da largura da junta, desenvolvem-se nas proximidades da interface levando a uma rotura interlaminar; no outro caso, a concentração de tensões e deformações principais ao longo do adesivo resulta na formação de fissuras que se propagam de forma coesiva ao longo do adesivo em direcção à interface até induzir no compósito uma rotura transversal que progride depois de forma interlaminar.

Como método de controlo não destrutivo, a emissão acústica tem sido aplicada em vários estudos realizados, como por exemplo, na caracterização dos mecanismos de rotura em materiais compósitos^[3, 4, 5], na degradação das propriedades dos filmes adesivos e na progressão da corrosão em estruturas *ninho de abelha*. Em alguns casos, a emissão acústica revela-se uma técnica mais efectiva do que o controlo por radiografia, sobretudo porque implica reduções de custos que podem ir até aos 75%. Citações da sua aplicação a este domínio são feitas em várias publicações da especialidade^[6, 7, 8] e revelam ser uma área de pesquisa de muito interesse. Williams^[9], por exemplo, citando Beale, Pollock, Curtis e Hill refere aplicações da técnica a alguns tipos de adesivos-epoxídicos, vinílicos e fenólicos - com vários tipos de curas e temperaturas. Foram evidenciadas potencialidades da

emissão acústica para revelar alguns dos detalhes do processo de rotura desses adesivos em juntas com sobreposição, como por exemplo, a dependência da resistência mecânica do número de vazios existentes na superfície de fractura do adesivo. Hill demonstrou que nem todos os adesivos são bons geradores de emissão acústica e ainda que o efeito de Kaiser não se evidencia, em alguns casos, para níveis de tensão reduzidos, embora esse mesmo efeito apareça para níveis de sollicitação próximos da tensão de rotura. Mais recentemente outros autores aplicaram a técnica da emissão acústica ao estudo das ligações adesivas. É o caso de Quattlebaum^[10], autor de um interessante trabalho de avaliação da resistência mecânica de ligações carbono-alumínio com a utilização mista das técnicas de emissão acústica e ultrasons.

2. EXPERIMENTAÇÃO

2.1 Provetes

Confeccionaram-se juntas de sobreposição simples com a geometria indicada na figura 1, utilizando substratos em laminados de carbono-epóxico, vidro-epóxico e mistos, do tipo (0₄, 90₄)s. A sequência de empilhamento escolhida permite que as camadas exteriores cumpram a condição de alinhamento com a sollicitação aplicada, o que corresponde ao melhor desempenho mecânico da junta.

A ligação foi realizada com um adesivo estrutural cujas características apontadas pelo fornecedor são as indicadas na tabela 1.

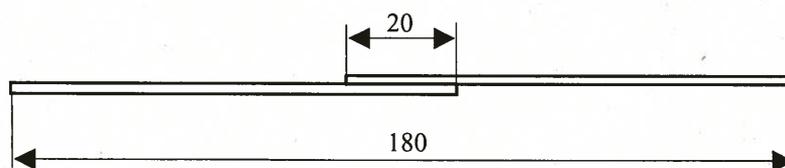


Fig 1 - Geometria do provete adoptado (largura de 25 mm).

Tabela 1 - Características do adesivo Terokal 5045[®][11]

Densidade a 20°C (g/cm ³)	Viscosidade (Pa.s)	tempo de 'potlife' (s)	τ_{max} (MPa)	tempo de cura
1.25	componente A - 200 componente B - 15	1800	20	- Para a resistência inicial - 6 horas a 20°C. - Para a resistência final - 3 dias à temperatura ambiente ou 30 minutos a 100°C.

2.2. Equipamento de emissão acústica

Como equipamento foi utilizado um sistema Locan de 4 canais. Todos os provetes foram instrumentados com um sensor tipo R15I ligados em modo 'single input' a um pré-amplificador externo com ganho seleccionado a 40 dB. O sensor foi colocado ao centro da zona de sobreposição.

3. RESULTADOS E CONCLUSÕES

3.1. Resultados preliminares. Tipificação do tipo de rotura

Os ensaios preliminares de tracção tiveram o objectivo de verificar a detectibilidade da degradação da junta através do método de emissão acústica e afinação de parâmetros. Os resultados encontrados para o tipo de rotura, nem sempre se mostraram concordantes com o referido na bibliografia. No entanto, salienta-se que não houve a preocupação de tratar a geometria do adesivo excedentário de forma a formar um perfil triangular como o que habitualmente é referido em diferentes publicações. Obtiveram-se fundamentalmente dois tipos de rotura: a rotura por coesão - ao longo do adesivo - e a rotura interlaminar, ilustradas, na figura 2. O aparecimento de um grande número de roturas coesivas deixou de parte a possibilidade de ter existido uma má preparação de superfície. Num número muito reduzido de casos foi possível identificar zonas com provável falta de adesão. Isto significa que houve uma boa aderência do adesivo ao substrato e que a

causa mais provável para o tipo de rotura encontrada maioritariamente foi a geometria do adesivo excedentário formada pelo escoamento livre a partir do momento de sobreposição dos substratos inferior e superior. A comparação da emissão acústica produzida permite identificar diferenças significativas em vários parâmetros confirmando que esta técnica 'não destrutiva' é sensível aos diferentes modos de rotura.

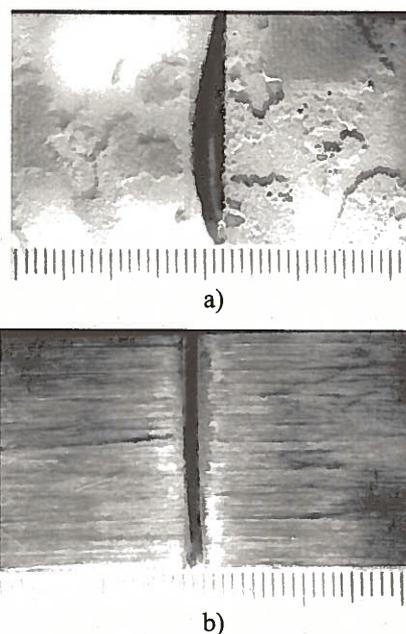


Fig 2 - Tipologia das roturas encontradas (a- coesão; b- interlaminar) (ampliação de 3.75 vezes).

A evolução média de energia numa rotura coesiva permite observar um crescimento característico que se desenvolve a uma taxa praticamente constante, conforme ilustra a figura 3. Ao contrário, a rotura interlaminar é acompanhada de uma quantidade de emissão acústica significativamente superior, figura 4; com uma elevada densidade de eventos com amplitudes acima dos 60 dB.

A representação da evolução média de energia versus tempo, figura 4, parece indicar a existência de dois mecanismos distintos que actuaram até à rotura. Na fase inicial, o adesivo é o primeiro a apresentar degradação. Até aos 80 segundos de prova, aproximadamente, a emissão é claramente inferior em quantidade e amplitude à que se

verifica no restante período de ensaio e compatível com o que se observou na rotura por coesão. A partir dos 80 segundos de prova a tensão de corte ao nível da ligação origina o desencadeamento de uma rotura interlaminar do substrato e, em consequência, a energia acústica produzida sobe drasticamente.

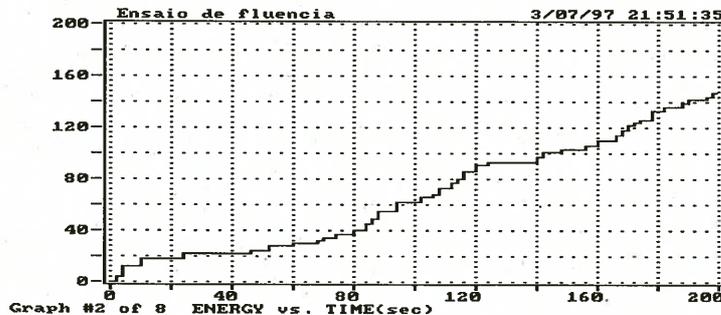


Fig 3 - Representação da variação média de energia versus tempo para uma rotura por coesão.

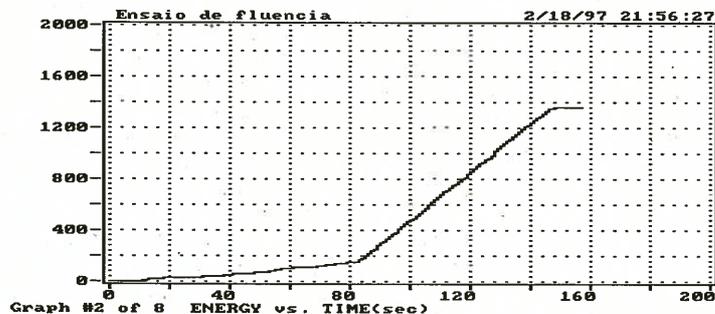


Fig 4 - Representação da variação média de energia versus tempo para uma rotura interlaminar.

3.2. Ensaio de fluência. Desenvolvimento do mecanismo de rotura

Os ensaios de fluência foram efectuados com o dispositivo representado na figura 5, que segue os requisitos descritos pelas normas ASTM D2294-69 e ASTM D2919-84. Para verificação da tensão instalada incorporou-se um transdutor de força. Os ensaios decorreram a 50%, 65% e 80% da média da tensão de rotura encontrada, a diferentes condições de humidade (50, 72 e 90% HR) e temperatura (0, 20 e 60°C). O planeamento da sequência de ensaios foi determinada segundo a matriz ortogonal de Taguchi representada na tabela 2.

O registo do número de contagens acumuladas em função do tempo, figuras 6 e 7, apresenta uma configuração semelhante com o andamento teórico característico de ϵ função de t .

Na primeira fase ocorrem vários eventos, alguns dos quais podem apresentar amplitudes superiores a 60dB. Supõe-se que este tipo de evento ocorrerá com maior probabilidade a partir do substrato. A segunda fase caracteriza-se por uma emissão mais espaçada no tempo e a amplitude verificada é, normalmente menor. A última região corresponde à fase de rotura final do adesivo. É uma fase de vida de duração reduzida, em geral de pouco interesse prático. Voltam a aparecer eventos com amplitudes superiores a 60dB. Conforme se refere em [12], se desprezarmos a fase de fluência terciária, em geral de pouco interesse, poderemos observar que a evolução do número de contagens acumuladas, CC, versus tempo segue uma lei logarítmica do tipo:

Tabela 2 – Matriz ortogonal de Taguchi L₂₇ (3¹³).

ensaio	tensão	humidade	temperatura	junta
1	50	50	0	vv
2	50	50	20	cc
3	50	50	60	cv
4	50	72	0	cc
5	50	72	20	cv
6	50	72	60	vv
7	50	90	0	cv
8	50	90	20	vv
9	50	90	60	cc
10	65	50	0	cc
11	65	50	20	cv
12	65	50	60	vv
13	65	72	0	cv
14	65	72	20	vv
15	65	72	60	cc
16	65	90	0	vv
17	65	90	20	cc
18	65	90	60	cv
19	80	50	0	cv
20	80	50	20	vv
21	80	50	60	cc
22	80	72	0	vv
23	80	72	20	cc
24	80	72	60	cv
25	80	90	0	cc
26	80	90	20	cv
27	80	90	60	vv

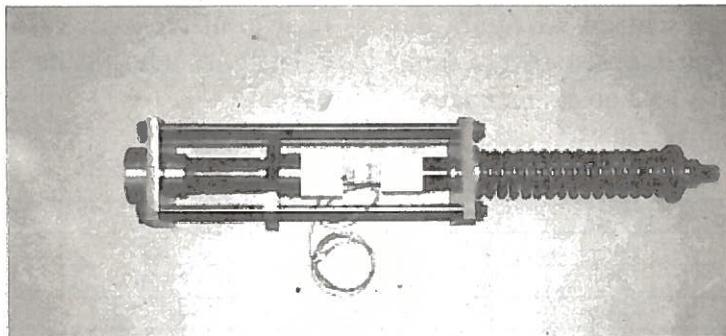


Fig 5 – Junta colada montada no dispositivo de carregamento [12].

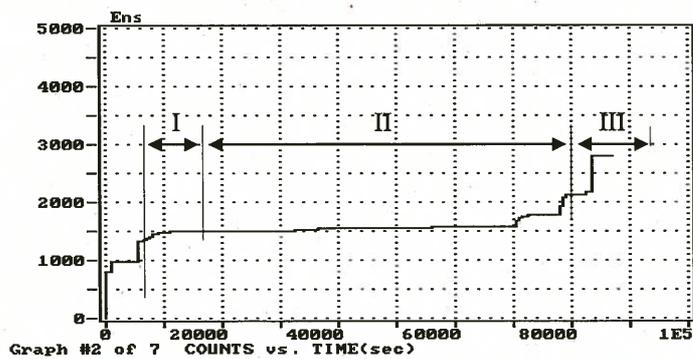


Fig 6 - Representação de contagens acumuladas, (CC), numa ligação vidro-vidro.

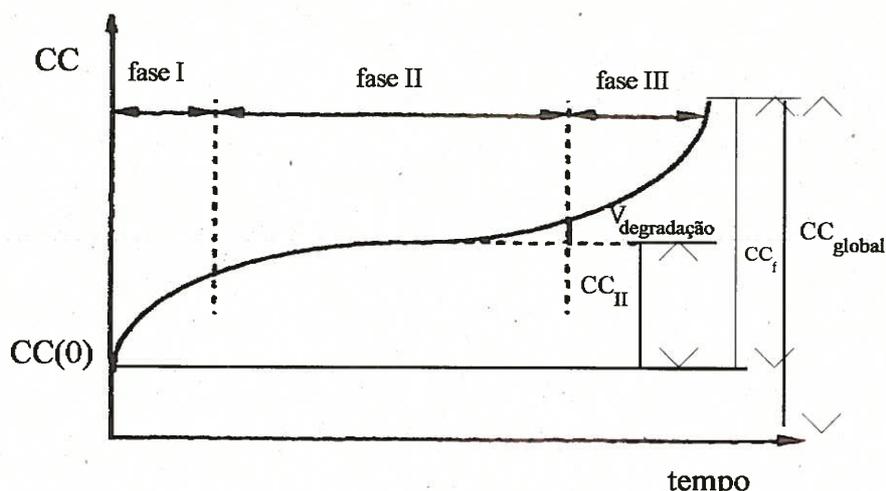


Fig 7 - Representação da curva de fluência com recurso a parâmetros de emissão acústica .

$$CC = A \ln t - B \quad (1)$$

onde os coeficientes A e B são função da tensão instalada, da temperatura e da humidade relativa. Os resultados experimentais mostraram, para a expressão (1), coeficientes de correlação, em média, acima dos 90%, tabela 3.

No sentido de caracterizar a iniciação e a progressão do dano produzido na ligação, fez-se o acompanhamento por radiografia de um dos ensaios, o que permitiu estabelecer o modelo de dano representado na figura 8. Ao aplicarmos a força P , desenvolve-se um esforço de tracção que leva ao aparecimento

de fissuras na direcção perpendicular ao plano da figura que evoluem até encontrarem a superfície livre. A sua continuação na direcção longitudinal está dependente do estado de tensão verificado (ver figura 8 i) e ii)). Se este for suficientemente elevado, a distribuição de tensões na zona leva a frente da fissura a evoluir para o interior, determinada pelas características mecânicas do adesivo. O grau de evolução, Δl , determina a rotura, ou não, da ligação. Se a área remanescente for suficiente para suportar a tensão de corte, a ligação mantém-se; caso contrário ocorre o colapso. A tenacidade do adesivo tem um papel

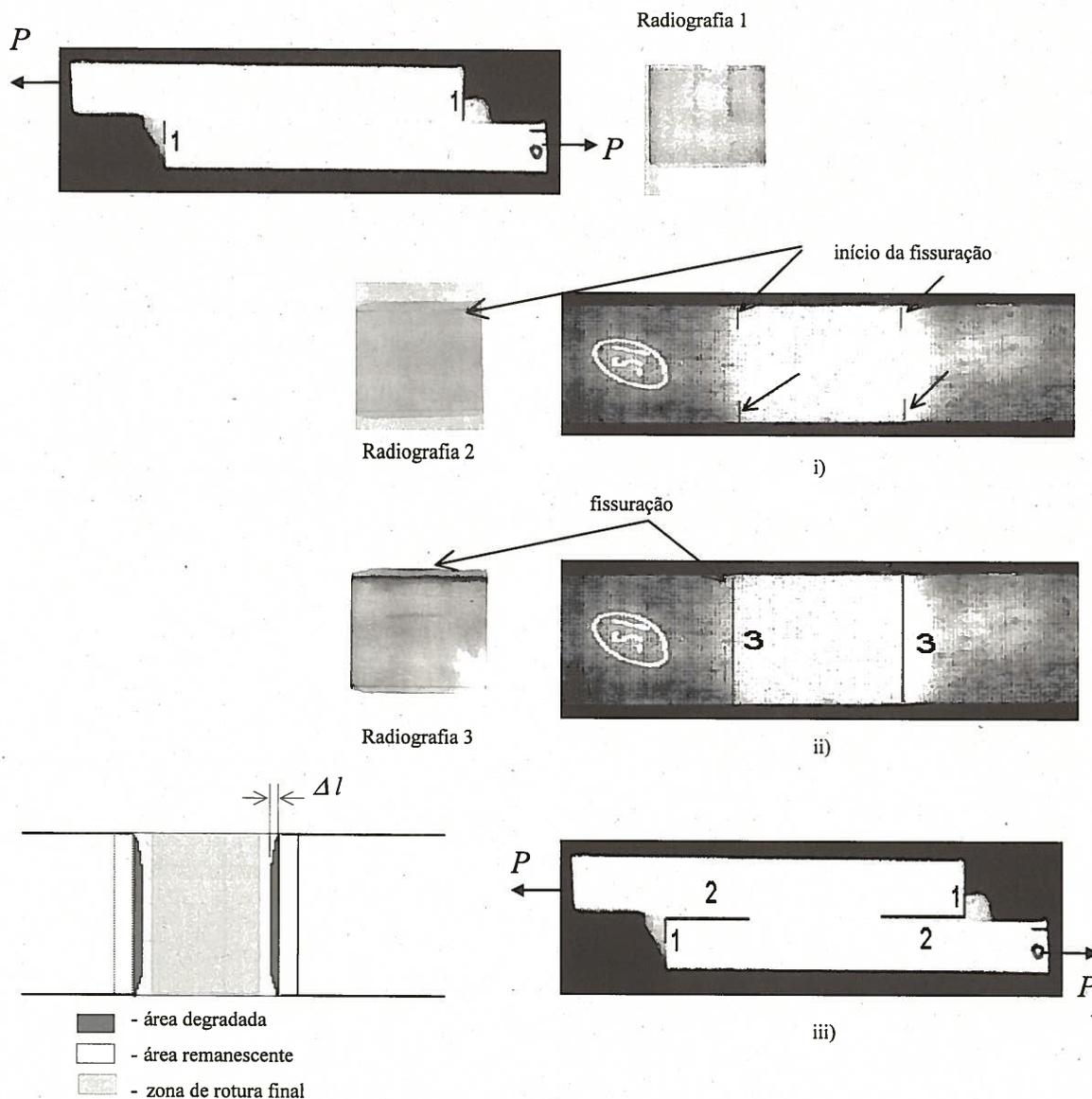
Tabela 3 – Coeficientes de correlação encontrados.

Tensão	Hr(%)	T(°C)	A	B	R ² (%)
50	50	0	289,9	1374	91,8
50	50	20	372	3007	88,7
50	72	0	1298,2	6127,3	92,6
50	72	20	35,8	185,7	88,0
50	90	0	1442,4	9234,2	87,0
50	90	20	417,9	1658,3	90,9
65	50	0	1459,5	10047	98,9
65	50	20	557,6	2927	99,0
65	72	0	2441,6	19701	78,0
65	72	20	52,1	174,1	88,0
65	90	0	291,3	1727,8	87,0
65	90	20	438,4	2127,9	93,2
80	50	0	517,5	1540,8	86,7
80	50	20	1136,0	5608	99,7
80	72	0	3431,7	13168	93,0
80	72	20	146,8	857	77,6
80	90	0	205,6	675,4	88,3
80	90	20	60347	259487	88,2

importante no desenvolvimento da zona degradada. Se o adesivo apresenta boa tenacidade, muito provavelmente a fissura formada não evoluirá e a zona degradada ficará confinada à região exterior à zona de rotura final. Pelo contrário, se a tenacidade do adesivo é baixa, a fissura terá maiores condições para evoluir para o interior e desta forma determinar a rotura da ligação.

O comportamento apresentado durante a fase II (ver figura 6) é essencial para o modelo de rotura. A velocidade de degradação durante esta fase pode ser expresso pela razão dCC/dt , o que corresponde ao declive da curva de

contagens acumuladas em função do tempo na fase de fluência secundária. Este parâmetro, que designamos por coeficiente acústico de dano, C_d , revela-se útil para prever com considerável antecedência a possibilidade de rotura. Valores de C_d inferiores a 10 corresponderam a ausência de rotura; quando o número foi da ordem de algumas dezenas ou centenas, a experiência demonstrou que se desenvolveram roturas predominantemente coesivas e quando o número de contagens é bastante elevado (>1000) as roturas são tendencialmente interlaminares em toda a extensão da zona de sobreposição.



Legenda: i) - início da fissuração; ii) - fissuração completa nas extremidades; iii) - progressão para o interior da zona de sobreposição

Fig 8 - Modelo esquemático da degradação verificada.

3.3. Efeito da tensão instalada

A amplitude de carregamento tem um efeito apreciável no processo de degradação até à rotura. Estudos elaborados por Jonathan e Walter^[13] demonstraram que a tensão instalada, a par da espessura da camada adesiva, têm a maior influência no tempo até à rotura da junta. Também Briskham *et al*^[14] referem que a durabilidade das juntas sujeitas a tensões de carácter estático em ambientes hostis são fortemente influenciadas pelo nível de tensão e pelas condições ambientais a que estão sujeitas. De facto, o aumento da tensão instalada amplifica o fenómeno de fluência. O seu efeito foi estudado em função do número acumulado de contagens, figura 10. Aparentemente o efeito da tensão não é linear no domínio estudado. Verifica-se uma clara acentuação da emissão a partir de uma tensão instalada correspondente a 65% da tensão média de rotura. O sentido desta evolução é concordante com o que foi possível observar durante o traccionamento de uma ligação carbono-carbono, conforme mostra a figura 11.

Aproximadamente só a partir dos 75 segundos de ensaio, e já numa zona de comportamento não linear, se verifica um considerável aumento do número acumulado de contagens. Esta subida drástica relaciona-se com o nível e a velocidade de degradação da junta. Quando

se verifica uma situação destas, o tempo de vida remanescente é já bastante reduzido. Uma outra razão para o aumento do valor de CC_f para maiores tensões aplicadas é a crescente influência do substrato na emissão acústica global. Esta influência é considerável conforme se pode observar experimentalmente. Convém referir que este tipo de situação é a causa mais significativa para que a dispersão dos resultados de emissão acústica seja habitualmente maior em condições mais drásticas de solicitação.

3.4. Efeito da humidade e da temperatura

O efeito da humidade relativa sobre o número de contagens acumuladas é semelhante ao efeito da tensão, registando-se um crescimento de emissão a partir dos 72%HR, conforme se verifica na figura 12. Considerando que a quantificação do efeito produzido corresponde à diferença de declives, é possível dizer que o efeito da humidade relativa é menos acentuado do que o efeito da tensão.

A figura 13 compara a variação da energia média vs tempo obtida em ligações vidro-vidro, submetidas ao mesmo estado de tensão e temperatura e para valores de Hr de 50 e 90%.

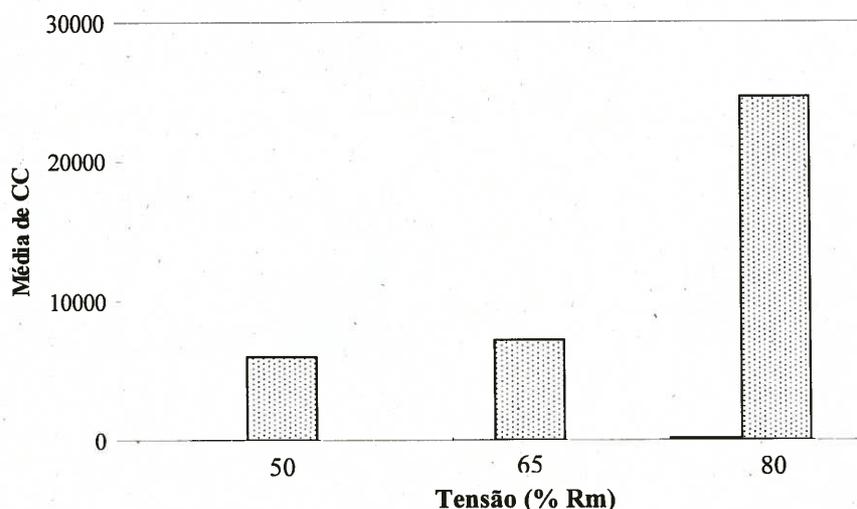


Fig 10 – Efeito médio da tensão no número acumulado de contagens registadas durante o processo de fluência.

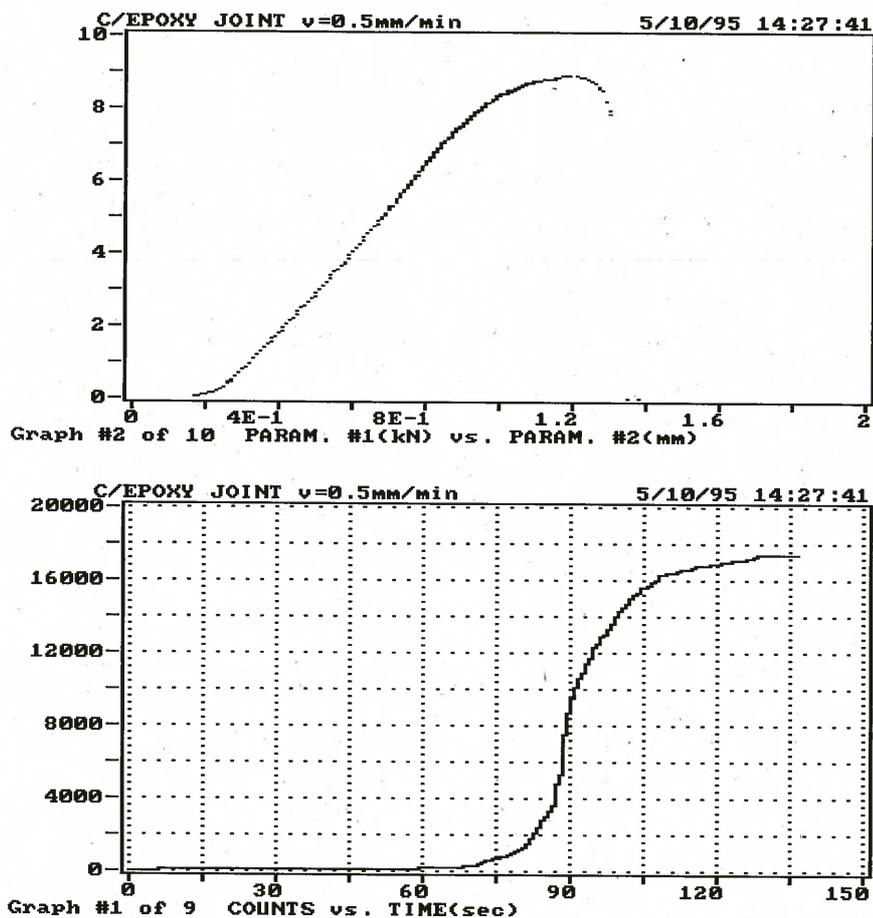


Fig 11 - Representação dos diagramas de força aplicada -deslocamento e número acumulado de contagens-tempo, durante um ensaio de tracção sobre uma junta do tipo carbono-carbono (velocidade de ensaio de 0.5 mm/min).

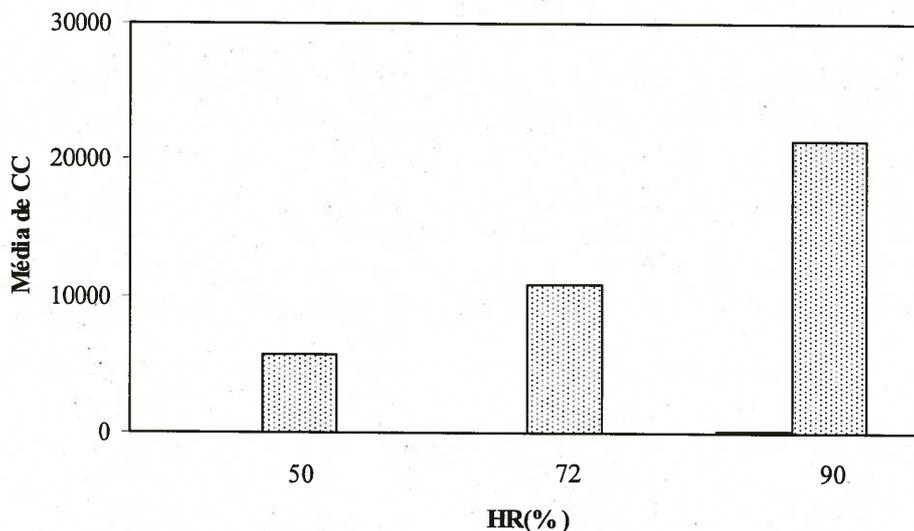


Fig 12 - Efeito médio da humidade relativa no número de contagens em fluência.

Como refere Frantzis^[15], a exposição à humidade resulta num decréscimo da resistência da ligação, sugerindo que essa perda de resistência é devida à introdução

de água na junta adesiva. A presença de água tem um efeito plasticizador nas resinas de epóxico. Este efeito diminui a reticulação do adesivo e, como consequência, provoca uma diminuição da sua temperatura de

transição vítrea. Segundo alguns autores, Ennis^[16] por exemplo, a humidade provoca elevados níveis de porosidade (permitindo o agrupamento de moléculas de água que levam à destruição da integridade física e mecânica das juntas), plastificam e actuam como precursoras do aparecimento de fissuras na estrutura do adesivo. Falconer^[17] considera mesmo que o aumento da concentração de moléculas de água na camada limite leva a um aumento da concentração de tensões que, por sua vez, é o principal responsável pela rotura.

Considerando que para a temperatura de 60°C não foi possível instalar a carga desejada (de facto, nestas condições a velocidade de degradação da ligação é

bastante superior à velocidade de aplicação da carga), a análise foi realizada para as temperaturas de 0°C e 20°C. O efeito de fluência aumenta com a temperatura, como mostra a figura 14. Se considerarmos, apenas como indicação, o número acumulado de contagens verificado em juntas solicitadas à temperatura de 60°C e o tempo correspondente à duração do período de ensaio, obtemos uma média de 26938 CC/hora, o que constitui uma significativa demonstração da velocidade de degradação atingida. Este facto decorre de estarmos na presença de uma sollicitação a 50°C acima da temperatura de transição vítrea do adesivo Terokal 5045[®].

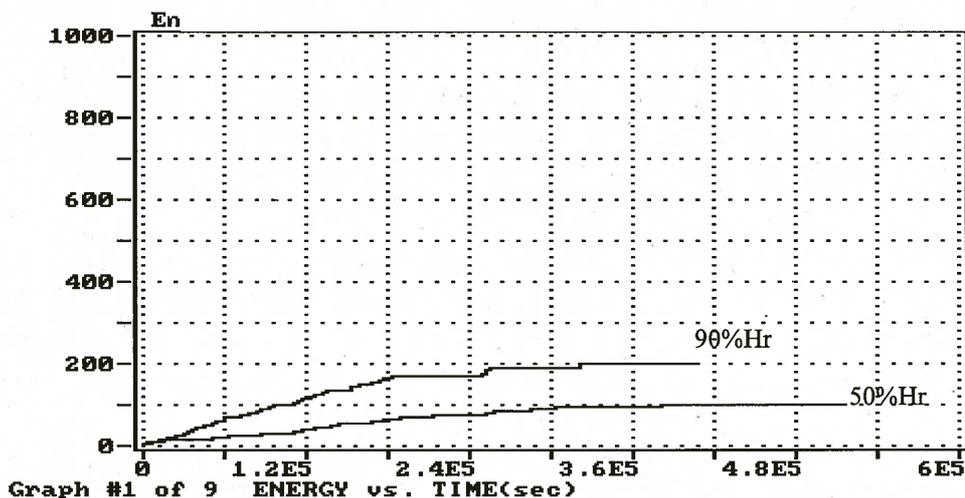


Fig 13 - Variação da energia média versus tempo em função da humidade relativa (condições: ligação vidro-vidro; 50% Rm; 0°C de temperatura).

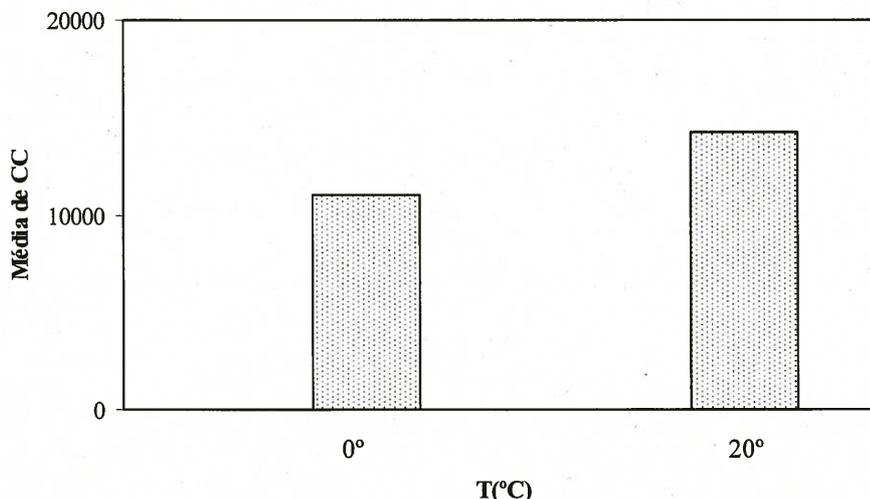


Fig 14 - Efeito médio da temperatura no número de contagens em fluência.

A temperatura de transição vítrea, T_g , é uma das propriedades térmicas dos materiais poliméricos. Corresponde, sensivelmente, ao ponto intermédio do intervalo de temperaturas no qual a transição vítrea tem lugar. A temperaturas abaixo de T_g a mobilidade molecular é muito reduzida, resultando daí um comportamento característico semelhante ao apresentado pelo vidro - elevada resistência mecânica e tenacidade reduzida. Quando ultrapassamos T_g as cadeias moleculares aumentam fortemente a sua mobilidade implicando uma alteração significativa nas várias propriedades da resina. No nosso caso observou-se uma elevada queda na tensão de rotura teórica e importantes velocidades de degradação por fluência que foram acompanhadas do registo de vários eventos de emissão acústica. Convém referir que, quando o grau de reticulação do adesivo é forte, a relevância da temperatura de transição vítrea diminui. De facto, embora a mobilidade molecular aumente acima de T_g as ligações laterais que se estabelecem entre cadeias moleculares restringem essa mobilidade.

REFERÊNCIAS

1. Liechti, K.; Johnson, W.S.; Dillard, D.A.; Experimentally determined strength of adhesively bonded joints, in *Joining Fibre Reinforced Plastics*, Matthews ed., Elsevier Applied Science pbl., 1987, pp.105-181.
2. Adams, R.D.; Comyn, J.; Wake, W.C.; *Structural adhesive joints in engineering*, Chapman&Hall, 2ª edição, 1997.
3. Ni, Qing-Qing; Iwamoto, M.; Wavelet transform of acoustic emission signals in failure of model composites, *Engineering Fracture Mechanics*, vol.69, 2002, pp.717-728.
4. Iwamoto, M.; Ni, Qing-Qing; Fujiwara, T.; Kurashiki, K.; Intralaminar fracture mechanism in unidirectional CFRP composites - Part I: Intralaminar toughness and AE characteristics, *Engineering Fracture Mechanics*, vol.64, 1999, pp.721-745.
5. Ni, Qing-Qing; Jinen, E.; Fracture behavior and acoustic emission in bending tests on single-fiber composites, *Engineering Fracture Mechanics*, vol.56, 1997, pp.779-796.
6. ASM; *Adhesives and Sealants*, vol. 3, ASM International, 1990.
7. Surgeon, M.; Wevers, M.; Quantifying the damage state of quasi-isotropic CFRP with embedded optical fibres during fatigue testing using acoustic emission and microfocus radiography, *info@ndt.net*, vol.3, nº9, September, 1998.
8. Huang, M.; Jiang, L.; Liaw, P.K.; Brooks, C.R.; Seeley, R.; Klarstrom, D.L.; Using acoustic emission in fatigue and fracture materials research, *JOM-e*, vol.50, nº11, November, 1998.
9. Williams, R.V.; *Acoustic emission*, Adam Hilger Ltd, Bristol, 1980.
10. Quattlebaum, G.J.; Raju, P.K.; Nondestructive evaluation of graphite/aluminium composites using acousto-ultrasonics, *NCA-vol.24*, Proceedings of the ASME Noise Control and Acoustics Division, ASME, 1997.
11. Teroson; Terokal 5045 technical data sheet, 1992.
12. Magalhães, A.G.; Aplicação das técnicas de emissão acústica e radiografia na caracterização do dano produzido por fluência em juntas de materiais compósitos sujeitas a diferentes condições ambientais, Tese de Doutoramento, FEUP, Março, 1999.
13. Jonathan, W. M.; Walter, I.R.; Edward, E.; Factors affecting the strength and creep-rupture properties of EPDM joints, *International Symposium on Roofing Technology*, Montreal, 1991.
14. Briskham, P.; Smith, G.; Cyclic stress durability testing of lap shear joints exposed to hot-wet conditions, *International Journal of Adhesion & Adhesives*, vol.20, 2000, pp.33-38.
15. Frantzis, P.; Environmental attack on adhesive joints. Part III: Mechanisms of failure, *JSME International Journal*, series A, vol.41, nº3, 1998.
16. Ennis, B.C.; Pearce, P.J.; Morris, C.E.M.; *Journal of Applied Polymer Science*, 37, 15, 1989.
17. Falconer, D.J.; MacDonald, N.C.; Walkes, P.; *Chem. Ind.*, London, 86, 1230, 1964.

