



Relatório Final

Título do projeto de pesquisa: Estudo de adesivos empregados na interface metal borracha entre aço 300M e Maraging classe 300 com elastômeros EPDM e NBR.

Subtítulo de atividades realizadas: Preparo e Caracterização de Superfície Metálica para Otimizar a Adesão entre Metal e Borracha.

Bolsista: Letícia de Sousa Almeida

Orientador(a): Andréia de Souza Martins Cardoso

Período a que se refere o relatório: Fevereiro de 2018 a Julho de 2018

Resumo

O tratamento e processamento das superfícies metálicas que são utilizadas nos flanges do motor foguete S50 são de extrema importância para adesão e integridade estrutural. Neste trabalho busca-se caracterizar dois metais atualmente utilizados nos flanges: Al 2117 T4 e Aço 4140. Corpos de prova de ensaios Peel foram produzidos, jateados com granalha de aço e revestidos com primer para futuro processo de adesão com adesivo e borrachas EPDM e NBR. Depois de tratadas foram feitas caracterizações como rugosidade, microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de raio-x (DRX) e entre outras. Constatou-se que o jateamento com granalha de aço nas amostras de alumínio gera um aumento de aproximadamente 4000% na rugosidade quando comparada a amostra como recebida, já a amostra de aço apresenta um aumento de 165% na rugosidade comparada à amostra como recebida. Observa-se nas microscopias o aparecimento de trincas no Al 2117 com maior profundidade, enquanto no aço existe uma maior quantidade de microtrincas, porém, mostrando que o arrancamento de material no Al foi muito severa usando jateamento com granalha, sendo de grande importância o estudo desses fatores que podem comprometer a integridade durante lançamentos com solicitações de comportamento mecânico.

1. Introdução

Motor foguete é a denominação dada para propulsor de veículos espaciais. [1] Esse componente é constituído basicamente pelo envelope motor, proteção térmica, adesivo e



propelente. É necessário que esses elementos estejam em perfeita coesão, adesão e que haja integridade estrutural durante sua vida útil, para que o funcionamento do motor seja impecável [2].

O sistema de adesão entre o envelope motor e a proteção térmica, e entre a proteção térmica e o propelente apresenta elevada criticidade, por isso é tema de uma ampla área de pesquisa que busca entender como agem as forças de natureza química e física, para que não ocorram falhas, as quais são catastróficas.

Algumas partes do envelope motor, denominadas flanges, são constituídas de metal. Este trabalho tem como objetivo caracterizar o Al 2117 T4 e o aço 4140 para analisar como suas características e as condições de processamento influenciam no processo de adesão.

2. Materiais e Métodos

Foram utilizadas 40 placas de aço 4140 e Al 2117 T4, estas foram jateadas com granalha de aço, no equipamento de jato por pressão da marca NORTORF, usando uma pressão de teste de 15 atm, de forma a garantir um perfil de rugosidade necessário à aderência do sistema adesivo ao metal. Logo depois, as peças foram desengorduradas com tricloroetileno para retirar qualquer oleosidade e garantir a limpeza do substrato, as placas então foram colocadas na estufa a 60°C por volta de 30 minutos para que o solvente fosse totalmente liberado. O primer Chemlok[®] 205 foi aplicado sobre a superfície metálica jateada via aspersão (*spray*).

2.1. Análise da Granalha

2.1.1. Distribuição Granulométrica

A análise granulométrica foi realizada por meio da técnica de peneiramento a seco no setor de Análise Granulométrica do Laboratório Instrumental (LAAAI/AG) da Divisão de Química (AQI).

Esta análise visa determinar a distribuição e o diâmetro médio das partículas que compõem a amostra. Para o ensaio foram utilizados o conjunto de peneira da AQI e a máquina vibratória (Marca: Produtest) com tempo de vibração 20 minutos e intensidade 10. O ensaio foi feito em ambiente com temperatura entre 22,6 e 24,1 ± 0,3°C e umidade relativa entre 40,3 e 43,4 ± 1,3% U.R.

2.1.2. Densidade

A massa específica da granalha foi determinada por meio da técnica de picnometria no Laboratório de Análises Química (LAAQ) da Divisão de Química (AQI).

2.2. Caracterização das placas metálicas

2.2.1. Rugosidade

A medida de rugosidade foi realizada com um rugosímetro segundo as especificações: CD-787 – Rugosímetro Portátil DR130 SN: R144856, com range de 4 mm. Os parâmetros utilizados foram Ra – média aritmética das áreas de picos e vales dentro do comprimento de medição, Rz – média das distâncias entre o pico mais alto e o vale mais baixo de cada cut off e Rt – distância entre o pico mais alto e o vale mais baixo dentro do comprimento de medição.

2.2.2. Dureza

Foi realizado o ensaio de dureza Rockwell Superficial na escala n (HRn) com carga de 15 Kgf e utilizou-se penetrador cone de diamante. O equipamento utilizado foi o Durômetro Rockwell Twintype Plus Mitutoyo SN: 0169912.

2.2.3. Composição química

A análise de composição química foi realizada para se certificar que o metal estudado corresponde a especificação atribuída a este. As especificações recebidas foram Al 2024 T4 e aço 4140. O equipamento utilizado foi o analisador de ligas Dynamic XRF da marca DELTA, do laboratório Divisão de Garantia do Produto Espacial (AGP).

2.2.4. Microscopia ótica (MO)

Foram analisadas as regiões centrais das amostras e as superfícies a fim de observar as microestruturas e modificações no material geradas pelo tratamento realizado. As análises foram feitas com o microscópio óptico da marca ZEISS.

2.2.5. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Esta técnica foi utilizada para se observar as características que não são possíveis de se analisar apenas com o MO.

2.2.6. Difração de raio-x (DRX)

As superfícies jateadas e com primer da liga de alumínio e do aço foram analisadas a fim de identificar possíveis contaminações nas amostras.

3. Resultados

3.1. Análise da Granalha

3.1.1. Distribuição Granulométrica

Para este ensaio utilizou-se aproximadamente 50g de granalha e o ensaio foi realizado em duplicata, os dados obtidos estão dispostos na Figura 1 abaixo:

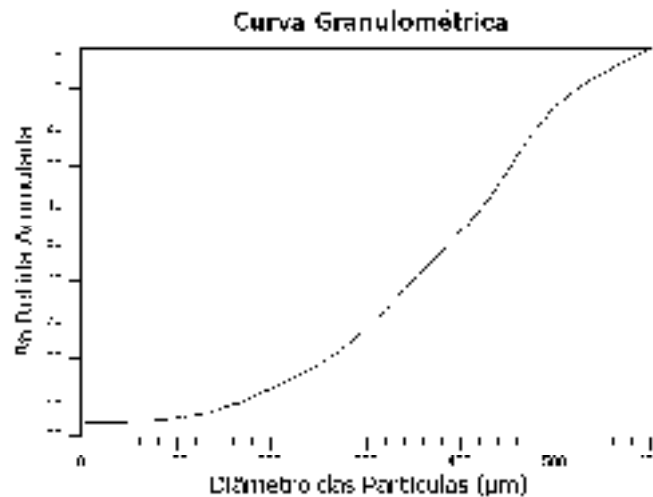


Figura 1: Curva granulométrica da granalha

Observa-se que aproximadamente 90% das partículas apresentam diâmetro por volta de 180 µm.

3.1.2. Densidade

Através da técnica de picnometria foi obtido o valor de massa específica da granalha correspondente a $2,17 \pm 0,04 \text{ g/cm}^3$

3.2. Caracterização das placas metálicas

3.2.1. Rugosidade e Dureza

As medidas foram realizadas nas amostras conforme as configurações a seguir:

- A1 – placa de Al 2117 T4 como recebida;
- A2 – placa de Aço 4140 como recebida;
- A3 – placa Al 2117 T4 jateada e com primer;
- A4 - placa Aço 4140 jateada e com primer;
- A5 – placa Al 2117 T4 jateada;
- A6 - placa Aço 4140 jateada.

Cada medida foi realizada em triplicata e as médias dos resultados com seus respectivos desvios padrões estão dispostos na Tabela 1 abaixo:

Tabela 1: Resultados das medidas de rugosidade e dureza.

Chapa	Rugosidade (µm)	Dureza (HRn)
-------	-----------------	--------------

	Ra	Rz	Rt	
A1 Al 2117	0,11	0,71	1,05	-
σ	0,00	0,03	0,06	-
A5 Al 2117 - Jato	5,67	29,05	37,64	48,33
σ	0,98	3,79	6,49	1,70
A3 Al 2117 – Primer	5,37	26,59	39,39	43,00
σ	0,64	2,40	2,85	2,16
A3 Al 2117 – Transição Jato e Primer	5,67	29,39	38,36	-
σ	0,34	1,84	5,38	-
A2 Aço 4140	1,68	10,01	14,46	-
σ	0,39	1,36	1,13	-
A6 Aço 4140 - Jato	4,64	26,61	36,64	58,33
σ	0,15	1,86	6,17	1,70
A4 Aço 4140 – Primer	3,95	19,51	26,29	57,67
σ	0,70	3,20	4,44	2,05
A4 Aço 4140 – Transição Jato e Primer	3,81	22,14	31,77	-
σ	0,56	2,31	3,27	-

Observa-se que a amostra de alumínio após passar pelo processo de jateamento apresentou um perfil extremamente rugoso, com aumento médio de aproximadamente 4000% na rugosidade quando comparada a amostra como recebida.

O aço por sua vez já apresentava certo grau de rugosidade e após passar pelo processo de jateamento apresentou um aumento médio de aproximadamente 165% na rugosidade.

3.2.2. Composição química

Após a inspeção de qualidade verificou-se que a placa recebida como Aço 4140 é compatível com sua especificação, tendo *match number* de 0,3. O *match number* é o número de compatibilidade da liga analisada com as concentrações exatas de elemento de liga na literatura. A Tabela 2 apresenta as porcentagens dos elementos de liga na amostra analisada comparado com a literatura.

Tabela 2: Resultado da análise de liga referente ao aço.

Elemento de Liga	% Encontrada	% presente na liga 4140
Fe	96,87 ± 0,20	[97,36 – 98,59]
Cr	1,15 ± 0,02	[0,80 – 1,10]
Mn	0,71 ± 0,02	[0,75 – 1,00]
Co	0,32 ± 0,05	Not Specifield
Cu	0,29 ± 0,01	[0,00 – 0,50][0,50]
Si	0,27 ± 0,04	[0,15 – 0,35]
Mo	0,176 ± 0,004	[0,15 – 0,25]
Ni	0,11 ± 0,02	[0,00 – 0,40][0,40]
Ti	0,10 ± 0,03	[0,00 – 0,15][0,15]

Na análise realizada na placa de liga de alumínio verificou-se que a placa recebida como Al 2024 não corresponde a esta especificação, a placa analisada corresponde a uma liga Al 2117, obtendo-se *Exact match*. Na Tabela 3 pode-se observar os valores obtidos na análise.

Tabela 3: Resultado da análise de liga referente a liga de alumínio.

Elemento de Liga	% Encontrada	% presente na liga 2117
Al	96,98 ± 0,31	[94,30 – 97,60]
Cu	2,27 ± 0,02	[2,20 – 3,00]
Si	0,34 ± 0,03	[0,00 – 0,80]
Fe	0,22 ± 0,01	[0,00 – 0,70]
Mn	0,097 ± 0,006	[0,00 – 0,20]
Zn	0,084 ± 0,003	[0,00 – 0,25]

3.2.3. Microscopia ótica (MO)

- **Aço 4140**

As imagens obtidas pelo MO são apresentadas na Figura 2 abaixo:

Figura 2: a) Região central com aumentos de 100x e b) 500x. c) Região da superfície jateada com aumento de 100x e d) 500x. e) Região da superfície com primer com aumento de 100x e f) 500x.

Pode-se notar uma leve modificação da superfície, gerada pelo jateamento da granalha, rugosidade que deve atuar como ancoradouro visando elevar a adesão entre o metal e a borracha (proteção térmica). Percebe-se o surgimento de microtrincas com dimensões que praticamente não ultrapassam 20 μm . O surgimento de trincas nos aços não era esperado, já

Instituto de Aeronáutica e Espaço
Programa Institucional de Bolsas de Iniciação Científica



que o jateamento com granalha de aço é comum nesses materiais e não se sabe ao certo a que ponto as trincas geradas influenciam o desempenho do material e consequentemente da adesão.

- **AI2117**

As imagens obtidas pelo MO são apresentadas na Figura 3 abaixo:

Figura 3: a) Região central com aumentos de 100x e b) 500x. c) Região da superfície jateada com aumento de 100x e d) 500x. e) Região da superfície com primer com aumento de 100x e f) 500x.

Analisando a microestrutura desta liga é possível constatar a presença de precipitados dos elementos de liga, que provém do tratamento térmico T4: solubilização e envelhecimento natural. O contraste de grãos é obtido por uma combinação de corrosão e redeposição de cobre nos grãos dissolvidos mais rapidamente [3].

Verifica-se uma superfície bastante modificada pelo jateamento realizado com granalha de aço, ao ponto de se observar uma mudança drástica de coloração e característica da superfície em relação à região central da liga. A rugosidade obtida é bastante proeminente, levando ao surgimento de trincas com dimensões que chegam ultrapassar 80 μm , sendo relativamente grandes quando comparado as trincas presentes no aço estudado. As trincas agem como concentrador de tensão, o que pode ser uma situação de risco já que esses materiais não podem falhar em sua vida útil. O surgimento de trincas nessas dimensões é preocupante, e pode ser atribuído ao processo inadequado de jateamento com granalha de aço em liga de Al.

3.2.4. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com Feixe de Elétrons Espelhados

- Aço 4140

Figura 4: a) Região da superfície jateada com aumento de 2000x e b) 5000x. c) Região da superfície com primer com aumento de 2000x e f) 5000x.

A partir das imagens geradas pelo MEV é possível observar que a aplicação do primer causa uma suavização da rugosidade gerada pelo jateamento. Em relação as trincas presentes, pode-se constatar que a profundidade das trincas é de aproximadamente 15 μm a partir da superfície da amostra e as trincas possuem largura de até 1 μm .

- Al 2117

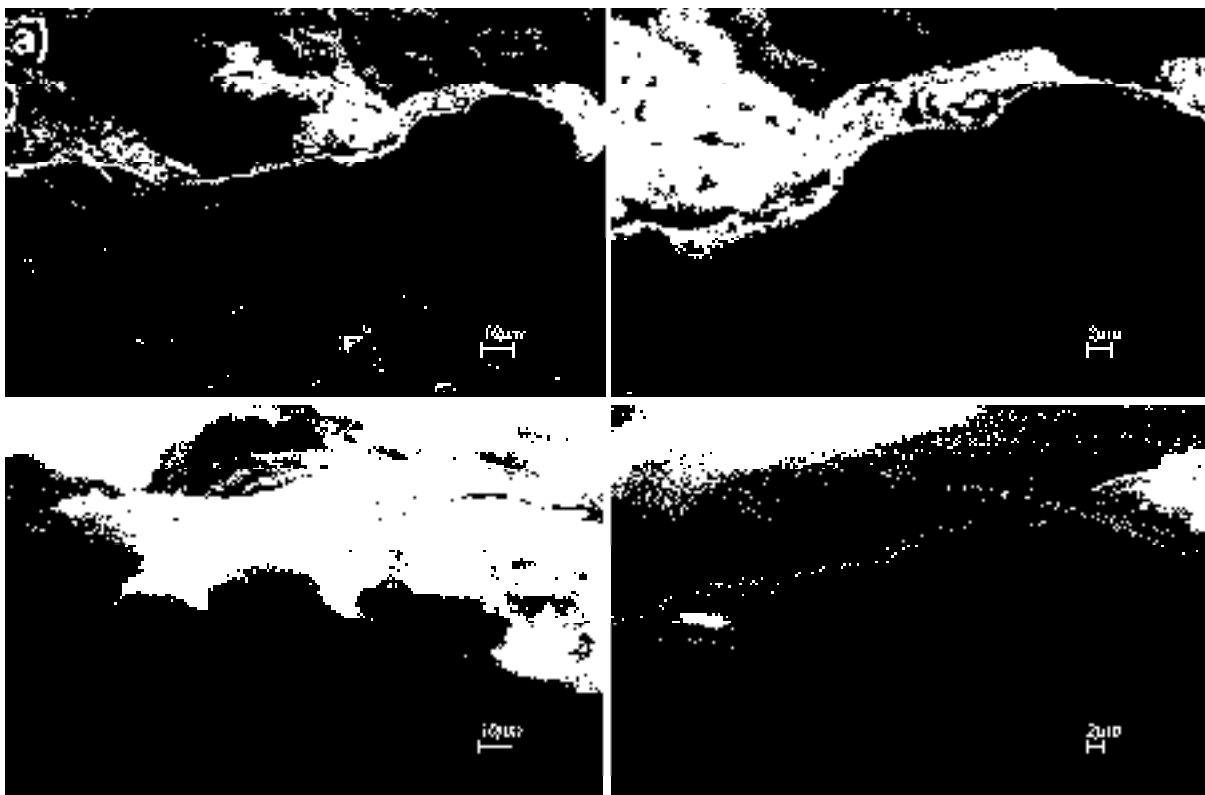


Figura 5: a) Região da superfície jateada com aumento de 2000x e b) 5000x. c) Região da superfície com primer com aumento de 2000x e f) 5000x.

Nas amostras de liga de alumínio, como já observado no MO, foi possível observar trincas mais severas, chegando a profundidades maiores que 30 μm medindo-se a partir da superfície. A largura das trincas chegam a 2 μm , além de serem bem mais longas que as observadas no aço. Vale ressaltar que a amostra de alumínio aparentemente apresenta uma menor densidade de trincas quando comparado ao aço.

3.2.5. DRX

Os resultados de DRX obtidos para todas as amostras estão apresentados na Figura 6 abaixo:

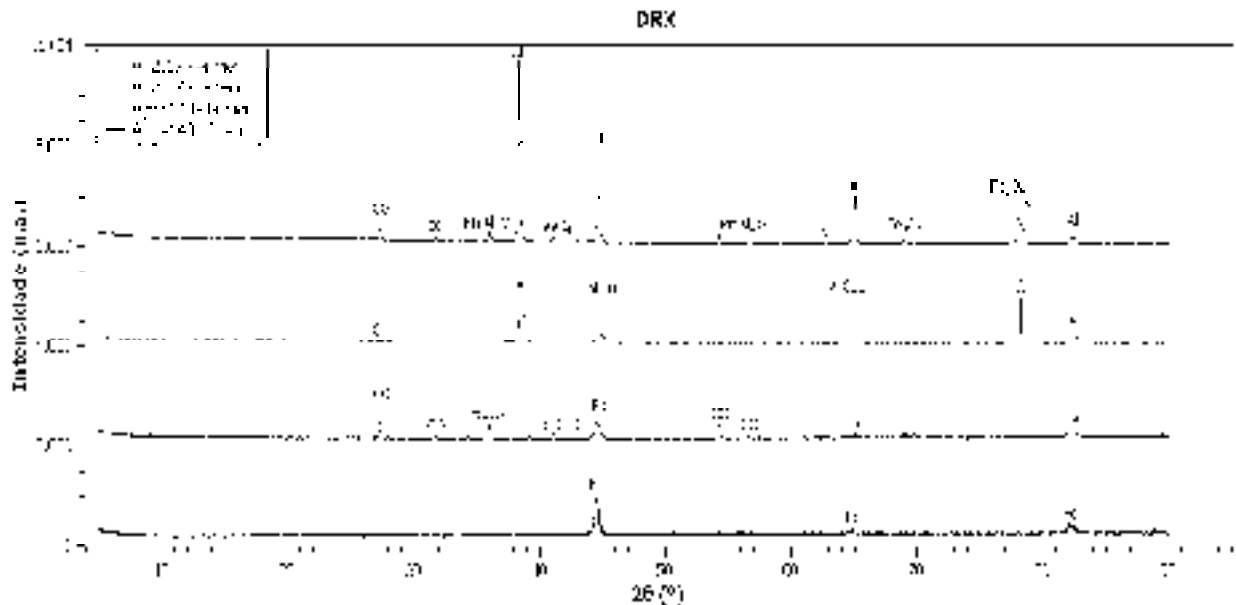


Figura 6: Difratoograma de raio x de todas as amostras estudadas

Analisando as amostras de aço foi possível constatar que com primer (curva vermelha) pode ter a composição a base de óxidos de ferro e carbono.

Analisando as amostras de liga de alumínio foi possível constatar a contaminação da amostra gerada pela granalha de aço, já que o difratograma da amostra jateada mostra a presença de carbono e óxidos de carbono.

4. Próximas Etapas

Colagem nos Aços ARBL e Alumínio de proteções térmicas NBR e EPDM com adesivo chemlok, visando ensaios de Peel;

Preparo e caracterização de superfície de chapinhas com diferentes processos de jateamento, visando comparação do efeito nas características superficiais e mecânicas de ambos materiais;

Ensaio Mecânicos de tração e Peel.

5. Conclusões

Foi possível analisar através das técnicas utilizadas, como o tratamento superficial pré-adesão influencia diferentemente nas características de superfície do Al 2117 e o Aço 4140. Sendo este estudo de grande importância para mensurar a integridade dos materiais utilizados no motor.



Referências

- [1] SCIAMARELI, Jairo; TAKAHASHI, Marta Ferreira Koyama; TEIXEIRA, José Maria. PROPELENTE SÓLIDO COMPÓSITO POLIBUTADIÊNICO: I- INFLUÊNCIA DO AGENTE DE LIGAÇÃO. **Quim, Nova**, São José dos Campos, p.107-110, 27 jun. 2001.
- [2] BISCARO, Rogério Scatena. Interfaces e Interfases. In: REZENDE, Mirabel Cerqueira et al. **Físico – Química de Interfaces de Compósitos Poliméricos**. São José dos Campos: Alessandra, 2003. p. 1-164.
- [3] JOHN E. HATCH (Ohio). **ALUMINUM: Properties and Physical Metallurgy**. Ohio: American Society For Metals, 1983. 424 p.