

Relatório Final

Título do projeto de pesquisa: Estudo de adesivos empregados na interface metal borracha entre Alumínio série 2024 e aços ARBL com elastômeros EPDM/NBR

Subtítulo: Estudo de envelhecimento do sistema adesivo empregado na interface metal borracha entre aços série 4140 com elastômero EPDM

Bolsista: Matheus Tavares Santos

Orientador(a): Dra. Andréia de Souza Martins Cardoso

Período a que se refere o relatório: Março de 2017 a Julho de 2017

Resumo

Neste trabalho foi caracterizado os parâmetros de vulcanização e resistência a tração da borracha EPDM F-15, realizado o tratamento superficial, assim como sua análise, das placas de aço 4140 após jateamento com granalha de aço, com posterior aplicação de primer Chemlok® 205 como ancoradouro e o Chemlok® 252X como adesivo. Foram produzidos corpos de provas ensaiados e armazenados para o estudo do efeito do envelhecimento da borracha e interface adesiva após 12 meses.

1. Introdução

Nas últimas décadas, apesar dos gigantescos saltos na tecnologia de desenvolvimento e fabricação de foguetes e na indústria aeroespacial, os motores-foguetes à propulsão sólido (MFPS) continuam sendo a principal força motriz para se pôr em órbita veículos lançadores de satélite, foguetes suborbitais e plataformas de reentrada, tanto por eficiência e desempenho quanto por fatores relacionados à viabilidade econômica. Dos sistemas que compõe o MFPS, podemos destacar: (i) o envelope-motor (EM), uma carcaça tubular que pode ser fabricada de liga metálica ou de material compósito, (ii) a proteção térmica, cuja função é manter a temperatura interna do envelope motor dentro do limite de suas propriedades físicas e mecânicas, além de evitar que o calor que ali gerado se propague para outros sistemas do

veículo, e (iii) adesivo, responsável por manter a adesão entre o envelope-motor e a proteção térmica e entre a proteção térmica e o propelente, combustível do motor.

A adesão entre os sistemas que compõem o MFPS, em especial entre a interface metálica envelope-motor e a proteção térmica, apresenta elevada criticidade, visto que falhas, como deslocamento ocasionado pela má adesão ou ineficiência do adesivo, pode levar a graves acidentes, conseqüentemente. Por isso, é extremamente necessário avaliar o sistema de adesão da interface metal borracha, assim como seu comportamento após efeito de envelhecimento.

Na fabricação da proteção térmica do S40 e domos traseiro e dianteiro do S50, ambos utilizados em veículos orbitais e suborbitais do projeto VLM, foi escolhida uma manta de borracha de etileno-propileno dieno (EPDM) vulcanizada, com base em trabalhos anteriores.^[1]

A vulcanização da borracha é um processo de reticulação das cadeias poliméricas resultando em uma rede tridimensional, em que essas cadeias estão conectadas entre si por ligação covalente.^[2] A vulcanização tem o intuito de, através da reticulação, promover o melhoramento das propriedades mecânicas da borracha, como resistência mecânica, por exemplo. Para isso, a borracha é submetida a um tratamento térmico à temperatura constante em um tempo fixo. Para se obter o tempo ótimo de vulcanização (t_{90}) para uma determinada temperatura é realizado o ensaio de reometria de torque.

Dessa forma, de maneira geral, o presente relatório teve como objetivo estudar o comportamento do envelhecimento da borracha EPDM F-15 (% de carga) aplicada na adesão de interface borracha metal aço comercial 4140 através dos resultados obtidos no ensaio Peel.

2. Materiais e Métodos

2.1. Borracha EPDM F-15

2.1.1. Ensaio de Reometria de Torque

A fim de se obter dados como t_{10} , t_{50} e t_{90} , foi realizado o ensaio de reometria de torque, em conformidade com a norma ASTM D-2084, na borracha EPDM F-15 conforme recebido. A informação mais importante deste ensaio é o tempo ótimo de vulcanização, o t_{90} , em que ocorre 90% da vulcanização do material analisado. O equipamento utilizado para a análise foi o Reômetro R1000S da marca Monsanto, com torque de 3° na temperatura de 145 °C e range

de 200. A temperatura utilizada neste ensaio foi determinada com base em trabalhos anteriormente realizados no IAE/DCTA^[1]. A t_{90} encontrada foi utilizada para a preparação dos corpos de prova de ensaios posteriores.

2.1.2. Ensaio de Resistência à Tração

O ensaio de resistência à tração da borracha EPDM F-15 foram realizados em uma Máquina Universal de Ensaios 1474 da marca ZWICK, com célula de carga de 5 kN com velocidade de 500 mm/min e extensômetro óptico, pelo Laboratório de Propriedade Mecânicas (LAPM) no AQI, conforme as normas ASTM D-412 – die “C”.

Como a EPDM F-15 se trata de uma borracha que foi adicionada 15% de carga de aramida na forma de fibras^[1], foi necessário a avaliação dessas propriedades nas direções a favor (Y) e contra calandragem (X), que pode ser observado na fig. 1, para determinar a ocorrência ou não de anisotropia.

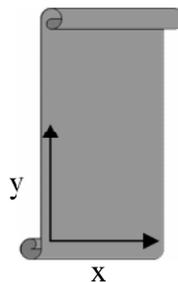


Figura 1: Eixos adotados para ensaio do material, no qual o eixo y refere-se à direção da calandragem^[1]

2.2. Placas de Aço 4140

2.2.1. Análise de Composição Química

Uma amostra das chapas de aço foi submetida a análise de composição química como medida de controle de qualidade do material como recebido. Foi utilizado analisador de ligas Dynamic XRF da marca DELTA, no laboratório Divisão de Garantia do Produto Espacial (AGP).

2.3. Sistema Adesivo Borracha/Metal

Para a realização dos ensaios de adesão borracha/metal, foram preparados corpos de prova em conformidade com a norma ASTM-D429. Os corpos de prova foram preparados na

ALLTEC por seus funcionários em conjunto com uma equipe da AQI-E, a fim de se proceder de forma fidedigna conforme a preparação dos flanges. Procedimento, este, praticado de forma rotineira pela empresa em seus distintos produtos e sugeridos para a fabricação dos domos.

2.3.1. Preparação dos corpos de prova

Para a fabricação dos corpos de prova, foram utilizados os seguintes materiais:

- 38 tiras de borracha F-15 não vulcanizada;
- 38 placas de aço 4140;
- Adesivo Chemlok® 252X;
- Primer Chemlok® 205;
- Solvente desengordurante;
- Pincel;
- Lixa ferro grana 36;
- Tesoura;
- Autoclave;
- Bolsa de vácuo;
- Máscara com filtro contra gases;
- Luva de borracha nitrílica ou de neoprene;
- Óculos de proteção.

As tiras de borracha e as placas metálicas foram cortadas conforme as dimensões apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1: Dimensões das tiras de borracha e das placas metálicas utilizadas nos corpos de prova do ensaio de adesão

	Borracha	Metal
Comprimento (mm)	200	200
Largura (mm)	25	50
Espessura (mm)	2	3,5

As chapas metálicas receberam um tratamento superficial prévio antes de ser aplicado o adesivo para a montagem dos corpos de prova. Inicialmente, as placas metálicas foram jateadas com granalha de aço, de forma a garantir um perfil de rugosidade necessário à aderência do sistema adesivo no metal. Em seguida, as peças foram desengorduradas com tricloroetileno para retirar qualquer oleosidade e garantir a limpeza do substrato. As placas foram, então, colocadas em estufa a 60 °C por, pelo menos, 30 minutos para garantir a completa liberação do solvente. Após essa etapa, o primer Chemlok® 205 foi preparado, agitando-o até se obter um material homogêneo visualmente e, posteriormente, foi aplicado sobre a superfície metálica via aspersão (spray). Todo o procedimento de preparo das placas metálicas foi realizado no UCA. As placas foram reservadas em ambiente limpo, evitando a contaminação por partículas e umidade, até a aplicação do adesivo.

Após o tratamento superficial das chapas metálicas, o adesivo Chemlok® 252X foi preparado de acordo com as instruções do fabricante e aplicado sobre o primer com um pincel, deixando uma área não adesivada, conforme ilustrado na fig. 3, para “pega” no equipamento visando ensaios de Peel conforme à norma ASTM D-429. Por fim, após a secagem do adesivo, as tiras de borracha foram posicionadas no centro das peças metálicas. Os corpos de prova foram, então, reservados em ambiente limpo antes de seguir para a etapa de vulcanização.

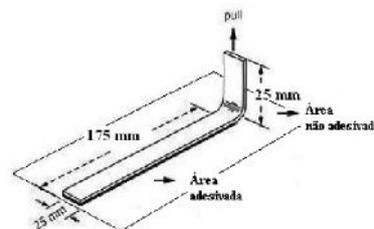


Figura 3: Desenho esquemático de um corpo de prova para ensaio de adesão conforme à Norma ASTM D-429.

Ao término da vulcanização, os corpos de prova finalizados foram recebidos pela equipe do AQI-E e, nas dependências do Laboratório de Borracha (LABO) foram devidamente identificados e armazenados durante os períodos de 6, 8 e 12 meses. Para cada lote de envelhecimento nesses tempos, foram separados cinco corpos de prova para os respectivos ensaios. Os corpos de prova foram subdivididos em grupos, conforme a tabela abaixo.

Tabela 2: Corpos de prova divididos em grupos

Grupo	CDPs N.º	Envelhecimento (meses)
A	1 – 10	0
B	11 – 15	8
C	16 - 20	12

Os corpos de prova dos grupos A a C permanecem armazenados até que atinjam o tempo de envelhecimento previsto para os ensaios.

2.3.3. Ensaio de adesão

Os corpos de prova foram ensaiados em uma Máquina Universal de Ensaios 1474 da marca ZWICK, pelo Laboratório de Propriedade Mecânicas (LAPM) no AQI, em condições condizentes com a norma ASTM D-429. Os resultados obtidos através do ensaio podem ser observados a seguir.

3. Resultados

3.1. Borracha EPDM F-15

3.1.2. Ensaio de Reometria

O ensaio de reometria foi realizada conforme detalhado anteriormente. O tempo ótimo de vulcanização, t_{90} , na temperatura de 145 °C, com ângulo de 3° foi de 15 minutos.

3.1.3. Resistência à Tração

Para os ensaios realizados nas direções X e Y, foram obtidos os seguintes resultados:

Tabela 3: Tração da borracha F-15 vulcanizada em prensa na direção de calandragem (Y).

Corpo de Prova	Tensão (MPa)						Alongamento (%)	
	5%	10%	15%	20%	40%	Máx	Máx	
1	3,30	5,05	6,42	7,45	5,80	8,02	28	
2	3,32	5,10	6,48	7,48	5,79	7,97	27	

3	3,80	5,69	7,21	8,29	7,33	8,81	26
4	3,35	5,12	6,52	7,56	5,69	8,03	26
5	3,29	5,09	6,52	7,54	6,13	7,99	26
Média	3,41	5,21	6,63	7,66	6,15	8,16	27
	0,22	0,27	0,33	0,35	0,68	0,36	1

Tabela 4: Tração da borracha F-15 vulcanizada em prensa na transversal à calandragem (X).

Corpo de Prova	Tensão (MPa)						Alongamento (%)	
	20%	40%	60%	80%	100%	200%	Máx	Máx
1	2,01	2,74	3,01	3,09	3,11	3,26	3,93	413
2	1,99	2,72	2,95	3	3,01	3,05	3,95	451
3	1,97	2,7	2,98	3,03	3,02	2,92	3,48	444
4	2,21	3,06	3,32	3,33	3,27	3,11	3,85	447
5	2,27	3,09	3,29	3,25	3,17	3,09	3,59	430
Média	2,09	2,86	3,11	3,14	3,11	3,09	3,76	437
	0,14	0,2	0,18	0,14	0,11	0,12	0,21	15

Pode-se concluir que houve a ocorrência de anisotropia, e que a orientação de maior resistência à tração é a no sentido da calandragem, como esperado.

3.2. Placas de Aço 4140

3.2.1 Análise de Composição Química

Após inspeção de qualidade com o analisador de ligas, foi verificado que a chapa metálica pertence é compatível com liga 4140, 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. Na tabela 6 podemos observar a concentração o comparativo de elementos de liga presentes na liga analisada com a concentração exata na literatura.

Tabela 6: Resultado da análise de liga da chapa metálica

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]

3.3. Sistema Adesivo Borracha/Metal

3.3.1. Rugosidade e dureza da região jateada e região com primer na chapa metálica

Foram encontrados os seguintes valores para a rugosidade e dureza nas diferentes regiões da chapa metálica pós tratamento (região jateada com granalha, região onde foi aplicado o primer, e o “degrau” de transição entre elas):

Tabela 9: Rugosidade e dureza na região jateada da chapa metálica

	Ra (µm)	Rz (µm)	Rt (µm)	Dureza (HRn)
Varredura 1	4,45	27,42	43,77	56
Varredura 2	4,81	28,38	37,44	59
Varredura 3	4,66	24,04	28,71	60
	0,18	2,28	7,56	2,08
MÉDIA	4,64	26,61	36,64	58,33

Tabela 10: Rugosidade e dureza na região com primer da chapa metálica

	Ra (µm)	Rz (µm)	Rt (µm)	Dureza (HRn)
Varredura 1	4,90	23,55	31,68	55
Varredura 2	3,21	15,73	20,81	58

Varredura 3	3,75	19,24	26,39	60
	0,86	3,92	5,44	2,52
MÉDIA	3,95	19,51	26,29	57,67

Tabela 11: Rugosidade na região de transição do primer para jateamento

	Ra (µm)	Rz (µm)	Rt (µm)
Varredura 1	4,90	23,55	31,68
Varredura 2	3,21	15,73	20,81
Varredura 3	3,75	19,24	26,39
	0,86	3,92	5,44
MÉDIA	3,95	19,51	26,29

Tanto a superfície jateada quanto a em que o primer foi aplicado, apresentou uma variação muito grande em cada varredura para os valores de Rz e Rt. Isso acontece porque, na escala de 10^{-6} , a superfície é irregular, como esperado.

Foi também medida a espessura da camada de primer sobre a chapa metálica em uma Máquina de Medição por Coordenada da marca ZWICK, e o resultado obtido foi a espessura de 0,3 mm de média para ambas.

3.3.4. Ensaio de adesão

Devido a problemas externos, os valores para os ensaios referentes ao período de envelhecimento de 6 meses foram inviabilizados.

Logo abaixo, na tabela 13, são exibidos os resultados referentes ao segundo grupo de ensaio (B) com envelhecimento de 8 meses.

Tabela 13: Resultado do ensaio de adesão referente à interface F-15/aço 4140 após recebido.

CDP	CARGA MAX.	CARGA MIN.	CARGA MÉDIA
Nº.	(kN/m)	(kN/m)	(kN/m)
1	10,87	1,17	6,97
2	10,97	0,22	5,77
3	10,95	2,06	7,43

4	11,16	0,46	6,45
5	10,24	0,55	5,71
6	10,45	0,37	6,04
7	11,08	1,34	7,24
8	10,19	3,03	7,25
9	10,86	1,35	6,72
10	11,10	1,22	7,22
MÉDIA	10,51	1,04	6,58
σ	0,611	0,768	0,781

Tabela 14: Resultado do ensaio de adesão referente à interface F-15/aço 4140 após 8 meses de envelhecimento

CDP N°.	CARGA MAX. (kN/m)	CARGA MIN. (kN/m)	CARGA MÉDIA (kN/m)
11	9,38	8,28	8,83
12	10,84	6,68	8,93
13	10,41	8,20	9,30
14	10,86	10,09	10,61
MÉDIA	10,37	8,31	9,42
σ	0,69	1,39	0,82

Na tabela 15, é possível observar os resultados de ensaio referentes ao grupo de corpos de prova C.

Tabela 15: Resultado do ensaio de adesão referente à interface F-15/aço 4140 após 12 meses de envelhecimento

CDP N°.	CARGA MAX. (kN/m)	CARGA MIN. (kN/m)	CARGA MÉDIA (kN/m)
16	11,89	2,86	8,94
17	11,92	6,48	9,98
18	11,02	4,48	8,56
19	11,12	2,06	8,15

20	11,87	3,90	9,07
MÉDIA	11,56	3,96	8,94
σ	0,45	1,95	0,68

Em ambos os ensaios, conforme podemos observar nas imagens abaixo, não houve rasgamento na interface de adesão metal/borracha. É possível visualizar que o rompimento da tira de borracha aconteceu antes do rasgamento com a chapa metálica. Isso indica que as propriedades adesivas são superiores as propriedades mecânicas da borracha. Logo, o valor médio de carga média diminuiu com o aumento do tempo de envelhecimento, indicando a perda da resistência mecânica da F-15 ao longo de tempo, de 9,42 para 8,94 kN/m.



Figura 4: Corpos de prova fraturados referentes aos grupos B (à esquerda) e C (à direita)

4. Próximas Etapas

Para se dar continuação ao presente trabalho, os ensaios de envelhecimento da superfície em alumínio com colagem de proteção térmica EPDM (com menor teor de carga), assim como, a adesão de borracha NBR com os chemlok propostos pela LORD, assim como, a melhoria do preparo de superfície serão realizados.

5. Conclusões

Foi possível concluir que a borracha EPDM F-15 apresentou anisotropia no ensaio de resistência à tração, tendo maior resistência no sentido a favor da calandragem, pois é o mesmo sentido de orientação das fibras da carga. Além disso, a borracha apresentou perda das propriedades mecânicas após efeito de envelhecimento de 8 para 12 meses.



Contudo, foi possível afirmar que o sistema adesivo empregado foi eficiente, uma vez que as propriedades adesivas são superiores as propriedades mecânicas da borracha, sendo observado que o rompimento do corpo de prova aconteceu na tira de borracha antes do rasgamento com a chapa metálica.

Referências

- [1] CARDOSO, A. S. M., **ANÁLISES PARA QUALIFICAÇÃO DA PROTEÇÃO TÉRMICA EPDM PARA MOTORES S50**. IAE/DCTA, São José dos Campos, São Paulo. 2017.
- [2] CANEVAROLO JR, S. V., **Ciência dos polímeros: um texto básico para tecnólogos e engenheiros**, 2^a ed. Artliber Editora. São Paulo. 2006.