

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS

DESENVOLVIMENTO DE UNIÃO DE MULTIMATERIAIS ATRAVÉS DE
“REBITAGEM POR INJEÇÃO” (*INJECTION CLINCHING JOINING*)

André Bastos Abibe

São Carlos

2011

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS

DESENVOLVIMENTO DE UNIÃO DE MULTIMATERIAIS ATRAVÉS DE
“REBITAGEM POR INJEÇÃO” (*INJECTION CLINCHING JOINING*)

André Bastos Abibe

Dissertação apresentada ao
Programa de Pós Graduação em
Ciência e Engenharia de Materiais
como requisito parcial à obtenção do
título de MESTRE EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS.

Orientador: Prof. Dr. Elias Hage Jr.

Co-orientador: Prof. Dr. Sergio de Traglia Amancio Filho

Agência Financiadora: CAPES

São Carlos

2011

**Ficha catalográfica elaborada pelo DePT da
Biblioteca Comunitária da UFSCar**

A148du

Abibe, André Bastos.

Desenvolvimento de união de multimateriais através de
"rebitagem por injeção" (Injection Clinching Joining) / André
Bastos Abibe. -- São Carlos : UFSCar, 2012.
138 p.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal de São
Carlos, 2011.

1. Plásticos. 2. Termoplásticos. 3. Poliamida 6.6. 4.
Estruturas híbridas. 5. Alumínio. I. Título.

CDD: 668.4 (20^a)

DEDICATÓRIA

Aos meus pais Lahis e Osvaldo, e às minhas irmãs Samira e Rebeca.

VITAE DO CANDIDATO

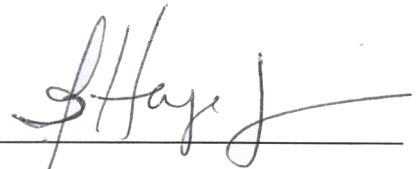
Engenheiro de Materiais pela UFSCar (2009)

MEMBROS DA BANCA EXAMINADORA DA DISSERTAÇÃO DE MESTRADO DE

ANDRÉ BASTOS ABIBE

APRESENTADA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS, DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS, EM 22 DE JUNHO DE 2011.

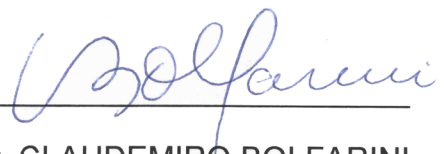
BANCA EXAMINADORA



Prof. Dr. ELIAS HAGE JR.

ORIENTADOR

UFSCar - DEMa



Prof. Dr. CLAUDEMIRO BOLFARINI

UFSCar - DEMa



Profa. Dra. CÍNTIA CRISTIANE PETRY MAZZAFERRO

UFRGS - DEMEC

AGRADECIMENTOS

Ao DEMa – UFSCar e ao PPG-CEM, pela estrutura oferecida e pelas grandes oportunidades proporcionadas aos seus estudantes interessados.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Elias Hage Jr, pela eficiente orientação, compartilhamento de conhecimento e amizade. Ao meu co-orientador Prof. Dr. Sergio Amancio pela orientação, confiança, inspiração e amizade. Aos dois orientadores por incentivar e lutar pelo sucesso da cooperação que originou esta pesquisa.

Aos meus contemporâneos de GKSS, que são muitos para citar, mas graças ao compartilhamento de conhecimento e amizade contribuíram para a realização deste trabalho. Ao Denis (Solidworks), Ivan e Marcelo (Aramis) e Lucas (análises térmicas).

Aos amigos de Itu, que ajudaram a moldar quem eu fui até chegar à universidade e continuaram sendo grandes amigos após isso: meu irmão Lucas, Lara, Grezim, Dr. Burdog, Léo, Du, Rapha, Zé Luiz o Magnata e Comandante Natali.

Aos companheiros da República Pastelaria do Ganso, que mais que amigos são exemplo de sucesso e caráter: Tatu, Seven, Galo, Ivan, China, Pacu, Splinter, Neto, Fred e Passoca,

Aos grandes amigos de São Carlos, que me inspiraram e influenciaram: mein Brüder der Falsch, Brosco, Purê, Fruta, Taís, Batata, Marajó, Ivan, Cristina, Malu, Heltinho, Pepe Moreno e Ricardo Vicentim.

Aos meus pais Lahis e Osvaldo, pela educação e oportunidades que me deram que hoje sei o quanto foram importantes e são o fundamento de quem sou. Minhas amadas irmãs Samira e Rebeca, que me faltam palavras para descrever o que representam, eu amo muito vocês. E à Penélope, meu amor.

À CAPES pela bolsa fornecida durante a execução desta pesquisa.

RESUMO

Estruturas multimateriais são hoje um campo de estudo atrativo tecnologicamente. O crescente uso de compósitos poliméricos substituindo metais em estruturas para redução de peso e de emissão de gases faz parte da motivação deste trabalho. As técnicas usadas atualmente – ligação adesiva e junção mecânica – são limitadas em certos aspectos, abrindo caminho para inovação nesta área. A união entre polímeros e metais por rebiteagem por injeção (adaptação de *Injection Clinching Joining* – ICJ) é uma técnica inovadora baseada em moldagem por injeção, ligação adesiva e rebiteagem. Este trabalho estuda esta técnica em seus aspectos teóricos e a aplica em um estudo preliminar com materiais comerciais: poliamida 6,6 reforçada com 30% de fibras curtas de vidro (PA66/FV30%); e liga de alumínio AA2024-T351. Um projeto de experimento de “um fator por vez” analisou efeitos dos parâmetros de processo sobre a macro- e microestrutura, propriedades mecânicas localizadas e globais, e propriedades térmicas. Foi possível criar juntas nas quais o polímero preencheu completamente cavidades no furo metálico, porém não houve boa reprodutibilidade, sendo que a maioria das juntas obteve preenchimento parcial das cavidades, fator que melhora consideravelmente a resistência mecânica da junta. Os ensaios de cisalhamento por tração de juntas sobrepostas determinaram a resistência mecânica global da junta, que variou de 21 MPa a 51 MPa (35,9% a 88,5% da resistência mecânica da PA66/FV30%), sendo que melhores desempenhos são fruto de um grande volume de contato com o chanfro no topo do pino, e de maiores preenchimentos de cavidades. Foram observados dois tipos de fratura, uma dúctil e gradual (arrancamento do pino), e outra frágil e catastrófica (*net-tension*). As propriedades térmicas do polímero após a união não foram alteradas significativamente em relação ao material de base. Esta pesquisa científica e tecnológica caracterizou o ICJ como um processo viável para união de estruturas multimateriais, possuindo boa resistência mecânica e sem alterar significativamente as propriedades dos materiais de base.

DEVELOPMENT OF MULTIMATERIAL JOINTS THROUGH “INJECTION CLINCHING JOINING”

ABSTRACT

Multimaterial structures are currently a technologically attractive field of research. The growing use of polymer composites replacing metals in structures aiming for weight and emission reduction is part of the motivation of this study. The currently used techniques – adhesive bonding and mechanical fastening – are limited in certain aspects, opening a path for innovation in this area. Joining of polymers and metals via Injection Clinching Joining (ICJ) is an innovative technique based in injection molding, adhesive bonding and staking. This work studies this technology in its theoretical aspects and applies it to a preliminary study with commercial materials: 30% short glass fiber reinforced polyamide 6,6 (PA66/FG30%); and aluminum alloy AA2024-T351. A design of experiment of “one factor at a time” analyzed effects of the process parameters on macro- and microstructure, local and global mechanical properties, and thermal properties. It was possible to create joints in which the polymer completely filled cavities in the metallic hole, but the reproducibility was not good, for most joints had only partial filling of the cavities, factor which improves the mechanical performance of the joint. The lap shear testing of overlapped joints determined the global mechanical strength of the joint, which ranged from 20,90 MPa to 51,48 MPa (35,9% to 88,5% of the ultimate tensile strength of PA66/FG30%), and the best performances are attributed to a large contact volume of polymeric material with the chamfer on top of the stud, and effective cavity filling. Two types of fracture were observed, a ductile and gradual (rivet pull-out), and a fragile and catastrophic (net-tension). The thermal properties of the polymer after joining were not significantly changed compared to the base material. This scientific and technological research featured ICJ as a viable process for joining of multimaterial structures, achieving good mechanical performance without significantly changing the properties of the base materials.

LISTA DE PUBLICAÇÕES

*ABIBE, A.B.; AMANCIO-FILHO, S.T.; HAGE JR, E.; DOS SANTOS, J.F.; *Processing and analysis of a new joining method for polymer-metal hybrid structures* – Polymer Processing Society 26th Annual Meeting (PPS-26) – Banff, Canadá, 4-8 de Julho de 2010.

ABIBE, A.B.; AMANCIO-FILHO, S.T.; HAGE JR, E.; DOS SANTOS, J.F.; *On the feasibility of a new mechanical joining technology for polymer-metal joints* – Materials Science and Engineering Congress (MSE 2010) – Darmstadt, Alemanha, 24-26 de Agosto de 2010.

ABIBE, A.B.; AMANCIO-FILHO, S.T.; HAGE JR, E.; *Tecnologias atuais de união de compósitos poliméricos* – 19^o Congresso Brasileiro de Ciência e Engenharia de Materiais (19^o CBECiMat), 21-25 de Novembro de 2010.

ABIBE, A.B.; AMANCIO-FILHO, S.T.; HAGE JR, E.; DOS SANTOS, J.F.; *Development and analysis of a new joining method for polymer-metal hybrid structures*, Journal of Thermoplastic Composite Materials, 24(2), pp. 233-249, 2011.

* Trabalho premiado internacionalmente. Prêmio de melhor trabalho estudantil da sessão de pôsteres na qual foi apresentado.

SUMÁRIO

BANCA EXAMINADORA	i
AGRADECIMENTOS.....	iii
RESUMO	v
ABSTRACT	vii
LISTA DE PUBLICAÇÕES	ix
SUMÁRIO.....	xi
LISTA DE TABELAS.....	xv
LISTA DE FIGURAS	xvii
LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS	xxi
1. INTRODUÇÃO.....	1
2. MOTIVAÇÃO E OBJETIVOS	3
3. FUNDAMENTOS TEÓRICOS E REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	5
3.1. Poliamida 6,6	5
3.2. Liga de Alumínio AA2024-T351	11
3.3. Técnicas de União de Estruturas Híbridas Polímero-Metal.....	13
3.4. Rebitagem por Injeção (<i>Injection Clinching Joining – ICJ</i>)	20
3.4.1. ICJ – Parâmetros de Controle e Variáveis do Processo.....	23
3.4.2. ICJ – Características Microestruturais	24
4. PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL.....	27
5. MATERIAIS E MÉTODOS	29
5.1. Materiais	29
5.2. Métodos	30
5.2.1. Análise dos Materiais de Base.....	30
5.2.2. Geometria dos Materiais de Base para ICJ	30

5.2.3.	Montagem do Sistema de União	31
5.2.4.	Monitoramento do Processo	33
i.	Histórico térmico	33
ii.	Força de reação	34
5.2.5.	Projeto de Experimento	35
5.2.6.	Caracterização Microestrutural.....	36
i.	Microscopia ótica e Microscopia Eletrônica de Varredura	36
ii.	Microtomografia computadorizada por raios-X em síncrotron (μ CT)	36
5.2.7.	Propriedades Mecânicas Localizadas	37
5.2.8.	Propriedades Mecânicas Globais e Análise Fractográfica.....	38
i.	Cisalhamento por tração de juntas sobrepostas	38
ii.	Avaliação <i>in situ</i> do estado de deformação de juntas sobrepostas testadas mecanicamente.....	39
iii.	Análise fractográfica.....	40
5.2.9.	Mudanças Físico-químicas no Compósito Processado: Decomposição, Degradação e Cristalinidade.....	40
6.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	43
6.1.	Análise dos Materiais de Base	43
6.1.1.	Microestrutura	43
6.1.2.	Propriedades Térmicas.....	46
6.1.3.	Propriedades Mecânicas	48
6.2.	Estudo de Viabilidade do ICJ com AA2024-T351 e PA66/FV30%	50
6.2.1.	Monitoramento Térmico.....	51
6.2.2.	Monitoramento da Força de Reação	54
6.2.3.	Análise Microestrutural das Juntas Sobrepostas.....	57
6.2.4.	Propriedades Mecânicas Localizadas.....	68
6.2.5.	Propriedades Mecânicas Globais	73

6.2.6.	Mecanismos e Tipos de Fratura em Juntas Sobrepostas ICJ.....	81
6.2.7.	Mudanças Físico-químicas no Compósito Processado: Decomposição, Degradação e Cristalinidade	90
7.	RESUMO DOS RESULTADOS	101
8.	CONCLUSÕES.....	107
9.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	109
10.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	111
	APÊNDICE A: EQUIPAMENTO – PROTÓTIPO E PROPOSTA INDUSTRIAL	121
	APÊNDICE B: ANÁLISE QUÍMICA DAS PARTÍCULAS DE SEGUNDA FASE DA PA66/FV30%.....	125
	APÊNDICE C: DADOS DE FORÇA DE REAÇÃO.....	127
	APÊNDICE D: VERIFICAÇÃO DA CONTAMINAÇÃO NA INTERFACE	129
	APÊNDICE E: DESEMPENHO MECÂNICO DAS JUNTAS	131
	APÊNDICE F: ASPECTO DAS SUPERFÍCIES DE FRATURA.....	135
	APÊNDICE G: PICOS DE FUSÃO E CRISTALIZAÇÃO OBTIDOS POR DSC	137

LISTA DE TABELAS

TABELA 3.1 – COMPOSIÇÃO QUÍMICA NOMINAL DA LIGA DE ALUMÍNIO 2024	11
TABELA 3.2 – VANTAGENS E LIMITAÇÕES DAS TÉCNICAS ATUAIS.	14
TABELA 5.1 – CARACTERÍSTICAS DA POLIAMIDA ERTALON 66-GF30	29
TABELA 5.2 – CARACTERÍSTICAS DA LIGA DE ALUMÍNIO 2024-T351	30
TABELA 5.3 – PARÂMETROS DE PROCESSO DE CADA CONDIÇÃO DE ENSAIO NO PROJETO DE EXPERIMENTO AVALIADO.	35
TABELA 5.4 – SEQUÊNCIA USADA NOS ENSAIOS DE DSC.....	41
TABELA 6.1 – MONITORAMENTO DOS VALORES MÉDIOS DE FORÇAS DE REAÇÃO DURANTE O PROCESSO EM COMPARAÇÃO COM A AMOSTRA “REF”.	55
TABELA 6.2 – MÉDIAS DOS VALORES DE MICRODUREZA DO COMPÓSITO NAS PZTMA E PZTA.	70
TABELA 6.3 – RESULTADOS DA ANOVA PARA A RESPOSTA “FORÇA MÁXIMA”.	77
TABELA 6.4 – COMPARAÇÃO DOS VALORES DE DESEMPENHO MECÂNICO DAS JUNTAS COM O MATERIAL DE BASE (PA66/FV30%).	79
TABELA 6.5 – TEMPERATURAS RELATIVAS À FAIXA DE DECOMPOSIÇÃO DA PA66/FV30% PROCESSADA POR ICJ EM VARIADAS CONDIÇÕES.	95
TABELA 6.6 – DADOS DE FUSÃO, CRISTALINIDADE PERCENTUAL E CRISTALIZAÇÃO DAS AMOSTRAS DE MATERIAL DE BASE “COMO RECEBIDO” E DAS AMOSTRAS PROCESSADAS POR ICJ DE PA66.	97
TABELA E.1 – RESULTADOS DA ANOVA PARA A RESPOSTA “DEFORMAÇÃO NA RUPTURA”.	133
TABELA E.2 – RESULTADOS DA ANOVA PARA A RESPOSTA “ALONGAMENTO NA RUPTURA”.	134

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 3.1 – REPRESENTAÇÃO DA ESTRUTURA QUÍMICA DA POLIAMIDA 6,6.	5
FIGURA 3.2 – MODELOS PROPOSTOS PARA CISÃO DAS CADEIAS EM DEGRADAÇÃO DE PA66, GERANDO: A) COMPOSTOS COM CARBONILA; B) AMIDA PRIMÁRIA E GRUPO OLEFÍNICO; C) CICLOHEXANO OU 1- HEXENO; D) CISÃO DA CADEIA CRIANDO CADEIAS CURTAS	8
FIGURA 3.3 – POSSÍVEIS MECANISMOS DE FORMAÇÃO DE LIGAÇÕES CRUZADAS EM PA66.....	9
FIGURA 3.4 – ILUSTRAÇÃO DO PROTÓTIPO PARA UNIÃO ICJ. O PISTÃO É MONTADO COAXIALMENTE COM A CÂMARA QUENTE E ELEMENTOS DE AQUECIMENTO. A PEÇA METÁLICA É COLOCADA SOBRE A PEÇA POLIMÉRICA	21
FIGURA 3.5 – ETAPAS DO PROCESSO ICJ.....	22
FIGURA 3.6 – EXEMPLOS DE JUNTAS PRODUZIDAS POR ICJ: A) JUNTA PONTUAL SIMPLES; B) JUNTA SOBREPOSTA PARA ENSAIO DE CISALHAMENTO POR TRAÇÃO; E C) EXEMPLO DE JUNTA COM MÚLTIPLOS PONTOS PARA APLICAÇÕES REAIS.....	23
FIGURA 3.7 – ZONAS MICROESTRUTURAIS DE UMA JUNTA ICJ, MOSTRANDO AS MZTA (ZONA TERMICAMENTE AFETADA DO METAL), PZTA (ZONA TERMICAMENTE AFETADA DO POLÍMERO) E PZTMA (ZONA TERMOMECHANICAMENTE AFETADA DO POLÍMERO). COMO A EXTENSÃO DOS EFEITOS NA PZTA É DESCONHECIDA, ELA ESTÁ INDICADA APENAS COMO UMA LINHA	25
FIGURA 4.1 – FLUXOGRAMA RESUMINDO AS PRINCIPAIS ETAPAS DO PROJETO DE MESTRADO.	28
FIGURA 5.1 – CONFIGURAÇÃO DAS JUNTAS PONTUAIS DE ICJ: A) PEÇAS SEPARADAS; B) PEÇAS POSICIONADAS PARA UNIÃO; E C) AMOSTRA DE JUNTA SOBREPOSTA PARA MEDIÇÃO DA RESISTÊNCIA MECÂNICA.....	31
FIGURA 5.2 – SISTEMA COMPLETO DE CONTROLE E MONITORAMENTO PARA UNIÃO USADO NO TRABALHO.	32
FIGURA 5.3 – FLUXOGRAMA DE FUNÇÕES DO SISTEMA COMPLETO DE ICJ.	32
FIGURA 5.4 – ESQUEMA DE MONITORAMENTO TÉRMICO COM CÂMERA DE MEDIÇÃO TÉRMICA POR RADIÇÃO INFRAVERMELHA: A) MONTAGEM DO SISTEMA, COM A CÂMERA FOCANDO NA AMOSTRA E CÂMARA QUENTE; B) DESENHO ESQUEMÁTICO DA IMAGEM OBTIDA PELA CÂMERA.	33
FIGURA 5.5 – ESQUEMA DE MONITORAMENTO DA FORÇA DE UNIÃO: A) ESQUEMA DO SISTEMA DE MEDIÇÃO DE FORÇA, COM A SETA VERMELHA INDICANDO A FORÇA EXERCIDA PELO PISTÃO SOBRE O PINO POLIMÉRICO; B) MONTAGEM DO SISTEMA JUNTAMENTE COM O PROTÓTIPO.	34
FIGURA 5.6 – A) SISTEMA DE MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA USADA NO TRABALHO (HARWI-2, HASYLAB-DESY, HAMBURGO); B) VOLUME DE ESTUDO DE UMA JUNTA ICJ.	37
FIGURA 5.7 – ESQUEMA DE MEDIÇÃO DE MICRODUREZA DOS MATERIAIS. OS PERFIS FORAM TRAÇADOS NAS MARCAÇÕES INDICADAS, COM DISTÂNCIA ENTRE INDENTAÇÕES DE 0,5 MM.....	38
FIGURA 5.8 – A) JUNTA ICJ SOBREPOSTA PARA ENSAIO DE CISALHAMENTO POR TRAÇÃO; B) PARTE POSTERIOR DA JUNTA, JÁ COM A PINTURA NECESSÁRIA PARA O ARAMIS®; C) CÂMERAS DO EQUIPAMENTO FOCANDO NA PARTE POSTERIOR DA JUNTA; D) EXEMPLO DE IMAGEM OBTIDA, COM OS NÍVEIS DE DEFORMAÇÃO EM ESCALA COM DIFERENTES CORES.	40
FIGURA 5.9 – ESQUEMA DE EXTRAÇÃO DE AMOSTRAS PARA AS ANÁLISES TÉRMICAS. O VOLUME DE ESTUDO É A ZONA SUPERIOR DO PINO, MAIS AFETADA PELO PROCESSO DE UNIÃO.	41
FIGURA 6.1 – A) PEÇA DE PA66/FV30% APÓS USINAGEM; B) MACROGRAFIA DO PINO; C) MICROESTRUTURA DO MATERIAL, EM VISTA TRANSVERSAL À EXTRUSÃO.....	43
FIGURA 6.2 – OBSERVAÇÕES SOBRE POSSÍVEL SEGUNDA FASE NA PA66/FV30%: A) MATERIAL DE BASE INDICANDO A SEGUNDA FASE (SETAS BRANCAS) E FIBRAS DE VIDRO (SETAS PRETAS); B) MATERIAL PROCESSADO VIA ICJ MOSTRANDO COMPORTAMENTO DAS PARTÍCULAS SIMILAR AO DA MATRIZ DEFORMADA PA66; C) PARTÍCULAS DA SEGUNDA FASE DO MATERIAL EM UMA AMOSTRA	

FRATURADA EM TORNO DE UMA FIBRAS DE VIDRO; D) DESACOPLAMENTO DAS PARTÍCULAS EM RELAÇÃO À MATRIZ.....	45
FIGURA 6.3 – A) CHAPA LAMINADA DE AA2024-T351 COM UMA CAVIDADE USINADA; B) MICROESTRUTURA DO MATERIAL; C) CAVIDADE COM ROSCA E CHANFRO; D) CAVIDADE APENAS COM CHANFRO; E) CAVIDADE APENAS COM ROSCA.	46
FIGURA 6.4 – CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA DA PA66/FV30%: A) CURVA OBTIDA EM ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA; B) CURVA OBTIDA POR CALORIMETRIA DIFERENCIAL EXPLORATÓRIA.	47
FIGURA 6.5 – CURVAS MÉDIAS DE TENSÃO EM FUNÇÃO DO ALONGAMENTO PARA OS MATERIAIS DE BASE (MÉDIA DE CINCO CORPOS DE PROVA TESTADOS).	49
FIGURA 6.6 – ASPECTO VISUAL DA SUPERFÍCIE DE JUNTAS ENTRE AA2024-T351 E PA66/FV30%, PRODUZIDAS POR ICJ. AS CONDIÇÕES DE PROCESSAMENTO SÃO A DE REFERÊNCIA “REF”, A DE ESTUDO DA TEMPERATURA DE PROCESSAMENTO “TEMP”, DO TEMPO DE AQUECIMENTO “TIME”, DA TAXA DE INJEÇÃO “TAXA _{INJ} ”, DA GEOMETRIA DE CAVIDADES “GEOMC” E “GEOMR”, E DA SECAGEM DA POLIAMIDA “120 °C” E “60 °C”.	50
FIGURA 6.7 – MONITORAMENTO TÉRMICO DO PROCESSO.	51
FIGURA 6.8 – VALIDAÇÃO DA TEMPERATURA DE CONFIGURAÇÃO DO PROTÓTIPO: A) AMOSTRA CONFIGURADA PARA 300 °C; E B) AMOSTRA CONFIGURADA PARA 250 °C. OS GRÁFICOS MOSTRAM A TEMPERATURA MÍNIMA (MIN), MÁXIMA (MAX) E MÉDIA (AVG) DETECTADAS PELA CÂMERA.	52
FIGURA 6.9 – CURVAS DE DSC DE LIGAS AA2024 NA REGIÃO DAS TEMPERATURAS DE PROCESSAMENTO DO ICJ. O GRÁFICO ADAPTADO DE [48] MOSTRA CURVAS PARA DIFERENTES ENVELHECIMENTOS. A CURVA SÓLIDA É DO MATERIAL COM O TRATAMENTO T351.	53
FIGURA 6.10 – GRÁFICOS DE MONITORAMENTO DA FORÇA DE UNIÃO PARA TODAS AS CONDIÇÕES DO PROJETO DE EXPERIMENTO, E SEUS VALORES DE FORÇA DE UNIÃO MÁXIMA.	54
FIGURA 6.11 – ESTRUTURA DAS JUNTAS ICJ, ATRAVÉS DE MCT: A) A ÁREA NÃO HACHURADA CORRESPONDE AO VOLUME DE ESTUDO; B) IMAGEM DE UMA JUNTA ICJ; C) HISTOGRAMA COM OS PICOS CORRESPONDENTES A CADA COMPONENTE; D) POLIAMIDA 6,6 ISOLADA; E) SEGUNDA FASE POLIMÉRICA ISOLADA; F) AA2024-T351 ISOLADA.	58
FIGURA 6.12 – MACROGRAFIAS DAS SEÇÕES TRANSVERSAIS DAS JUNTAS PRODUZIDAS.....	60
FIGURA 6.13 – MICROESTRUTURA DA REGIÃO DE CONTATO DO MATERIAL DE BASE AA2024-T351 EM UMA CHAPA COM A CAVIDADE NO LADO DIREITO DA FIGURA: A) MATERIAL DE BASE; B) MATERIAL PROCESSADO (10 MIN A 350 °C) EM CONTATO COM A CÂMARA QUENTE.....	60
FIGURA 6.14 – EXEMPLOS DE POSSÍVEIS FORMAÇÕES MICROESTRUTURAIS CRIADOS NO COMPÓSITO PA66/FV30% DEVIDO AO TRATAMENTO TERMOMECÂNICO NO PROCESSO DE ICJ. (AMOSTRAS: C- E) AMOSTRAS PRELIMINARES; F) “120 °C”; G) “TIME”).	63
FIGURA 6.15 – EXEMPLOS DO ESTADO DE PREENCHIMENTO DE CAVIDADES METÁLICAS PELO POLÍMERO FUNDIDO: A) VISTA ISOLADA DO PINO POLIMÉRICO POR MCT; B) FOTOGRAFIA DA SEÇÃO TRANSVERSAL DE UMA AMOSTRA COM CAVIDADES EM FORMA DE ROSCA (AMOSTRA “GEOMR”) MOSTRANDO PREENCHIMENTO COMPLETO; C) MICROGRAFIA MOSTRANDO PREENCHIMENTO PARCIAL DAS CAVIDADES (AMOSTRA “60 °C”).	65
FIGURA 6.16 – INTERFACE POLÍMERO-METAL EM UM FILETE DE ROSCA: A) AUMENTO DE 500X. A REGIÃO 1 MOSTRA UM VOLUME POLIMÉRICO DE BAIXA FLUIDEZ, SEM CARACTERÍSTICA DE FLUXO, E A REGIÃO 2 É UM VOLUME QUE FLUIU COM FACILIDADE PREENCHENDO O FILETE DE ROSCA; E B) AUMENTO DE 4000X.....	66
FIGURA 6.17 – EXEMPLOS DE DEFEITOS VOLUMÉTRICOS EM UMA JUNTA ICJ NÃO OTIMIZADA: A) JUNTA PRODUZIDA COM EXCESSO DE PRESSÃO E APORTE TÉRMICO; B) MACROGRAFIA DA JUNTA EM (A); C) SÉRIE DE VAZIOS NO INTERIOR DO PINO; D) PREENCHIMENTO INCOMPLETO DE CAVIDADE.	68
FIGURA 6.18 – MAPAS DE MICRODUREZA DA PEÇA POLIMÉRICA DO MATERIAL DE BASE E DAS SEÇÕES TRANSVERSAIS DAS AMOSTRAS UNIDAS EM CADA CONDIÇÃO. OS MAPAS PODEM SER ASSOCIADOS	

À MACROGRAFIA DE UMA SEÇÃO TRANSVERSAL DA JUNTA, AONDE AS REGIÕES AZUIS SÃO RELATIVAS AO COMPÓSITO E AS AMARELAS/AVERMELHADAS AO METAL.....	69
FIGURA 6.19 – PERFIS DE MICRODUREZA DO AA2024-T351 COMO RECEBIDO (CURVA COM QUADRADOS VERMELHOS) E PROCESSADO A 300 °C POR 3 MINUTOS (CURVA COM LOSANGOS AZUIS). A REGIÃO ROSADA DO GRÁFICO INDICA A ÁREA DE CONTATO DA FERRAMENTA DE AQUECIMENTO COM O MATERIAL (RELATIVA À MZTA).....	71
FIGURA 6.20 – MAPA DE MICRODUREZA DE UMA AMOSTRA OTIMIZADA.....	72
FIGURA 6.21 – COMPORTAMENTO TÍPICO DE UMA JUNTA ICJ QUANDO SOLICITADA EM CISALHAMENTO POR TRAÇÃO: A-E) ESTÁGIOS OBSERVADOS DURANTE O ENSAIO.....	75
FIGURA 6.22 – MECANISMO DE FALHA OBSERVADO POR μ CT EM UMA JUNTA ICJ TESTADA POR CISALHAMENTO POR TRAÇÃO: A) SEÇÃO TRANSVERSAL DA JUNTA; B) VISTA SUPERIOR, MOSTRANDO O VOLUME DE MATERIAL SOBRE A JUNTA; C) DETALHE DA FRATURA E DO PREENCHIMENTO DAS CAVIDADES.....	76
FIGURA 6.23 – DESEMPENHO MECÂNICO DO MATERIAL DE BASE PA66/FV30% E DAS JUNTAS ICJ HÍBRIDAS AA 2024-T351 / PA66/FV30% DE MELHOR E PIOR DESEMPENHO.....	80
FIGURA 6.24 – EFEITOS OBSERVADOS EM AMOSTRAS ENSAIADAS EM CISALHAMENTO POR TRAÇÃO COM: A) AMOSTRAS COM RESISTÊNCIA REDUZIDA; B) AMOSTRAS COM BOA RESISTÊNCIA, MAS COM POUCO PREENCHIMENTO DAS CAVIDADES; E C) AMOSTRA COM BOA RESISTÊNCIA, PORÉM COM POUCO VOLUME DE MATERIAL SOBRE O CHANFRO.	82
FIGURA 6.25 – EFEITO DO AUMENTO NO APORTE TÉRMICO (QUANTIDADE DE CALOR FORNECIDA) SOBRE A GEOMETRIA DO PINO POLIMÉRICO PROCESSADO: A) CALOR REDUZIDO DIMINUINDO A FLUIDEZ DO POLÍMERO; B) AUMENTO DO CALOR LEVANDO A MAIOR FLUIDEZ DO COMPÓSITO QUE É CONFORMADO COM MAIOR FACILIDADE, SENDO DESLOCADO DA PARTE CENTRAL DO PINO POLIMÉRICO; C) CALOR EXCESSIVO LEVANDO A DIMINUIÇÃO ACENTUADA DA VISCOSIDADE, COM BOM PREENCHIMENTO DA CAVIDADE MAS E GERAÇÃO DE DEFEITOS VOLUMÉTRICOS.	84
FIGURA 6.26 – MACROGRAFIAS DAS SEÇÕES TRANSVERSAIS DE JUNTAS SOBREPOSTAS ENSAIADAS EM CISALHAMENTO POR TRAÇÃO.	85
FIGURA 6.27 – NUCLEAÇÃO DAS TRINCAS EM UMA JUNTA ICJ SOLICITADA EM CISALHAMENTO POR TRAÇÃO: A) TRINCA SECUNDÁRIA RADIAL NO TOPO DO PINO, COM SEU SENTIDO DE PROPAGAÇÃO; B) TRINCA PRINCIPAL QUE CAUSA O ARRANCAMENTO DO PINO; C) SEÇÃO LONGITUDINAL DE UMA JUNTA ENSAIADA, DESTACANDO OS SÍTIOS DE NUCLEAÇÃO DESCRITOS EM (A) E (B).	86
FIGURA 6.28 – TIPOS DE FRATURA ASSOCIADAS A NÍVEIS DIFERENTES DE UMIDADE NAS JUNTAS ICJ ESTUDADAS: A) FALHA POR ARRANCAMENTO DO PINO; E B) FALHA POR QUEBRA DA PLACA (<i>NET-TENSION</i>).....	87
FIGURA 6.29 – DETALHES DA SUPERFÍCIE DE FRATURA DA PLACA DE PA66/30%FV: A) ARRANCAMENTO DO PINO, FRATURA DÚCTIL; B) <i>NET-TENSION</i> , FRATURA FRÁGIL.	88
FIGURA 6.30 – DISTRIBUIÇÃO DA DEFORMAÇÃO E TIPO DE FALHA OBSERVADO EM JUNTAS ICJ SECAS EM DIFERENTES TEMPERATURAS ANTES DO PROCESSO DE UNIÃO: (A) AMOSTRA PREPARADA NO INÍCIO DO ENSAIO (T=0), E EVOLUÇÃO DA DISTRIBUIÇÃO DE DEFORMAÇÃO NA SUPERFÍCIE INFERIOR DA PLACA, DURANTE TRÊS ESTÁGIOS DO ENSAIO ATÉ A FALHA; (B) DETALHES DA FALHA POR ARRANCAMENTO DO PINO; E (C) DETALHES DA FALHA POR <i>NET-TENSION</i>	89
FIGURA 6.31 – DETERMINAÇÃO DA FAIXA DE DECOMPOSIÇÃO DO MATERIAL ATRAVÉS DAS CURVAS OBTIDAS POR TERMOGRAVIMETRIA. A CURVA DE TG ESTÁ EM COR VERDE, E A DE DTG EM COR AZUL.	91
FIGURA 6.32 – CURVAS DE TERMOGRAVIMETRIA (TG) PARA AS AMOSTRAS DO PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL, DO MATERIAL DE BASE E DE UMA AMOSTRA “DEFEITUOSA” PRODUZIDA COM ALTO APORTE TÉRMICO (350 °C POR 10 MINUTOS).....	92

FIGURA 6.33 – CURVAS DE DTG DAS AMOSTRAS, MOSTRANDO O PICO DA FAIXA DE DECOMPOSIÇÃO DA PA66/FV30% PARA CADA CONDIÇÃO DE PROCESSAMENTO, DO MATERIAL DE BASE E DE UMA AMOSTRA “DEFEITUOSA” PRODUZIDA COM ALTO APORTE TÉRMICO (350 °C POR 10 MINUTOS). ...	94
FIGURA 6.34 – EXEMPLO DE OBTENÇÃO DE DADOS DE FUSÃO E CRISTALIZAÇÃO NAS CURVAS DE DSC PARA A AMOSTRA DE MATERIAL DE BASE PA66/FV30%	97
FIGURA A.1 – PROTÓTIPO PARA ICJ USADO NO PROJETO. PROJETO GKSS FORSCHUNGSZENTRUM GMBH (ATUAL HELMHOLTZ-ZENTRUM GEESTHACHT)	121
FIGURA A.2 – DETALHE DO PROTÓTIPO: A) VISTA EXPLODIDA DA MONTAGEM; B) VISTA INFERIOR DO SISTEMA; C) SISTEMA EM USO PARA UNIÃO HÍBRIDA.....	122
FIGURA A.3 – FERRAMENTA PARA ICJ INDUSTRIAL.....	123
FIGURA A.4 – PROCESSO INDUSTRIAL DE UNIÃO POR ICJ.....	123
FIGURA B.1 – ANÁLISE QUÍMICA DO MATERIAL DE BASE POR EDS EM LINHA. A MICROGRAFIA MOSTRA A LINHA USADA PARA ANÁLISE, E OS GRÁFICOS ABAIXO CORRESPONDEM AOS PICOS DE CADA ELEMENTO OBSERVADO (CARBONO, SILÍCIO E CÁLCIO).....	125
FIGURA C.1 – GRÁFICOS DE MONITORAMENTO DA FORÇA DE UNIÃO PARA TODAS AS CONDIÇÕES DO PROJETO DE EXPERIMENTO, E SEUS VALORES DE FORÇA DE UNIÃO MÁXIMA.	127
FIGURA D.1 – ANÁLISE QUÍMICA POR EDS DE UMA REGIÃO DE INTERFACE: A) MICROGRAFIA DA REGIÃO DE ANÁLISE; B) CONCENTRAÇÃO DE ALUMÍNIO; C) CONCENTRAÇÃO DE SILÍCIO.	129
FIGURA E.1 – FORÇA MÁXIMA E DESVIO PADRÃO EM CISALHAMENTO POR TRAÇÃO PARA CADA CONDIÇÃO DE ENSAIO.	131
FIGURA E.2 – DEFORMAÇÃO NA RUPTURA E DESVIO PADRÃO EM CISALHAMENTO POR TRAÇÃO PARA CADA CONDIÇÃO DE ENSAIO.....	132
FIGURA E.3 – ALONGAMENTO NA RUPTURA E DESVIO PADRÃO EM CISALHAMENTO POR TRAÇÃO PARA CADA CONDIÇÃO DE ENSAIO.....	134
FIGURA F.1 – ASPECTO DAS SUPERFÍCIES DE FRATURA, NOS DIFERENTES TIPOS DE FALHA: A) PLACA EM FALHA POR <i>NET-TENSION</i> ; B) PINO EM FALHA POR <i>NET-TENSION</i> ; C) PLACA EM FALHA POR ARRANCAMENTO; E D) PINO EM FALHA POR ARRANCAMENTO.	135
FIGURA G.1 – PICOS DE FUSÃO CRISTALINA E CRISTALIZAÇÃO PARA AS AMOSTRAS PA66/FV30%; REF; TEMP; TIME; E TAXAINJ.	137
FIGURA G.2 – PICOS DE FUSÃO CRISTALINA E CRISTALIZAÇÃO PARA AS AMOSTRAS GEOMC; GEOMR; DEFEITUOSA; 60 °C; E 120 °C.....	138

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

A_0 – área da seção transversal

ANOVA – análise de variância

ASM – *American Society for Materials*

CET – coeficiente de expansão térmica

D – diâmetro do furo

ΔH_f – energia de fusão cristalina

ΔH_f^0 – energia de fusão cristalina para amostra 100% cristalina

DSC – calorimetria exploratória diferencial

DTG – derivada da análise termogravimétrica

E_{crist} – energia de cristalização

EDS – espectroscopia de energia dispersiva por raios-X

$E_{\text{fusão}}$ – energia de fusão cristalina

EPDM – borracha de etileno-propileno-monômero dieno

Φ – fração em massa de reforço

FC –fibra de carbono

FD – faixa de decomposição

FSW – *Friction Stir Welding*

FT-IR – espectroscopia do infravermelho por transformada de Fourier

FV – fibra de vidro

GPC – cromatografia de permeação em gel

h – espessura de chapa

HDT – temperatura de deflexão térmica (*heat deflection temperature*)

HV – microdureza Vickers

ICJ – *Injection Clinching Joining*

IOM – *Injection over moulding*

k – fator geométrico de apoio

μCT – microtomografia computadorizada

MB – material de base

MEV – microscopia eletrônica de varredura

MS – espectroscopia de massa

MZTA – zona termicamente afetada do metal

NMR – ressonância magnética nuclear

P_a – carga de apoio

P – carga em tração

PA – poliamida

PEI – poli (éter imida)

PET – polietileno tereftalato

PPS – poli (sulfeto de fenileno)

PZTA – zona termicamente afetada do polímero

PZTMA – zona termomecanicamente afetada do polímero

σ – tensão em tração

σ_a – tensão de apoio

σ_{max} – limite de resistência à tração

$\sigma_{0,2}$ – tensão limite de escoamento

SEBS – borracha termoplástica estireno-etileno-butileno-estireno

t – tempo de aquecimento

T – temperatura de processamento

T_{crist} – temperatura de cristalização

$T_{fusão}$ – temperatura de fusão cristalina

TG - análise termogravimétrica

T_m – temperatura de fusão cristalina

UV – espectroscopia do ultravioleta

X_c – grau de cristalinidade

XPS – espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios X

XRD – difração de raios-X

zGPB – zonas Guinier-Preston-Bagaryastii

1. INTRODUÇÃO

Por muito tempo o homem usou metais e cerâmicas como materiais fundamentais para todas as aplicações. A evolução da ciência e o crescimento da tecnologia no século XX levaram a novas oportunidades com o desenvolvimento de novos materiais. Propriedades atrativas dos metais e cerâmicas foram perdendo espaço para características de materiais poliméricos, como fácil processamento, flexibilidade, leveza e baixo custo [1]. O crescimento dos plásticos foi impulsionado, e a tendência de substituição de metais e cerâmicas por plásticos como materiais estruturais, tem sido uma constante desde o século passado. Além da inovação tecnológica, o uso de plásticos em estruturas de transporte automotivo acarreta em redução de consumo de combustíveis. A pressão ecológica sobre redução de emissões e a preferência por veículos econômicos leva a indústria de transporte a adotar cada vez mais políticas de redução de peso, comumente modificando sua seleção de materiais nas estruturas [1-5].

Tal uso de materiais variados ocasiona a presença de estruturas híbridas, por vezes criando dificuldade em suas montagens. A união de materiais de propriedades similares já possui tecnologias avançadas, mas em estruturas multimateriais as técnicas ainda não satisfazem completamente as necessidades para produção efetiva e boas propriedades. Os métodos atuais mais usados, de junção por adesivos e junção mecânica, se mostram desvantajosos em alguns pontos, abrindo caminho para inovações nesta área [2; 6]. Técnicas que combinem produtividade com melhores propriedades estruturais surgem para competir com os sistemas atuais.

Tendo em vista as oportunidades de melhor desempenho em união de estruturas multimateriais, esta dissertação de mestrado introduz uma técnica alternativa de união mecânica em estruturas híbridas com compósitos termoplásticos e ligas metálicas. A técnica é a “rebitagem por injeção” (adaptado do inglês *Injection Clinching Joining* – ICJ [7]), baseada em

moldagem por injeção, ligação adesiva e rebitagem. Um estudo de viabilidade com liga de alumínio AA2024-T351 e poliamida 6,6 reforçada com fibras de vidro é o fundamento desta pesquisa. Este estudo tem como finalidade avaliar o processo em termos micro e macroestruturais, relacionando as propriedades da junta com os parâmetros de processo usados e variáveis geradas no processo. Além disso, os efeitos que o processo causa na estrutura e propriedades dos materiais são discutidos de forma introdutória.

2. MOTIVAÇÃO E OBJETIVOS

As estruturas híbridas polímero-metal são hoje um campo de estudo altamente atrativo tecnologicamente. O estado da arte são técnicas rápidas, de poucas etapas, baratas e que rendam bom desempenho mecânico. A tendência de mudança em seleção de materiais, com o domínio de estruturas multimateriais na manufatura de meios de transporte é a principal motivação deste trabalho. O apelo ambiental é a força motriz para esta mudança de cenário nas indústrias automotivas e aeronáuticas. A revisão bibliográfica na área de técnicas de união de estruturas híbridas (capítulo 3.3) revelou que, embora haja o surgimento de novos métodos dispostos a fazer frente à junção por adesivos e junção mecânica, eles ainda se encontram em estado inicial de desenvolvimento, e por vezes sem o apelo ou versatilidade necessária para implementação na prática.

A nova técnica ICJ mostra-se um candidato ideal para a aplicação em juntas híbridas polímero-metal. Entretanto, pouco se conhece atualmente sobre os mecanismos de união, microestrutura, propriedades mecânicas e térmicas. Além disso, é interessante entender os efeitos que o processo tem sobre os materiais utilizados, a fim de melhor compreender o funcionamento da técnica e prever o comportamento do sistema quando em uso. Esta pesquisa sobre o ICJ se utilizará de projeto de experimento para analisar os efeitos dos parâmetros do processo sobre as propriedades das juntas, além de procurar evidenciar os fenômenos ocorrendo nos materiais durante a união através de ensaios de caracterização. Deste modo acredita-se que o trabalho é significativo para a contribuição tecnológica e científica na área de engenharia de materiais.

Nesta dissertação, a técnica de rebitagem por injeção (ICJ) é demonstrada em um estudo de viabilidade usando materiais aplicados nas indústrias automotiva e aeronáutica: um compósito polimérico de poliamida 6,6 com 30% em massa de fibras de vidro, e uma liga de alumínio aeronáutica AA2024-T351. Os objetivos principais desta pesquisa são:

- Demonstrar a viabilidade do processo de ICJ em um projeto com materiais de alto desempenho: compósito termoplástico e liga leve metálica;
- Produzir um estudo preliminar sobre o funcionamento do ICJ, avaliando e relacionando os efeitos dos parâmetros controladores sobre as variáveis advindas do processo, o desempenho das juntas e efeitos nos materiais;
- Estudar a técnica de união, avaliando as juntas produzidas em termos das suas propriedades mecânicas, extensão dos efeitos de calor e pressão, modos de falha e aspectos macro- e microestruturais.

Tendo alcançado estes objetivos, um primeiro estudo completo sobre a técnica de ICJ será finalizado, proporcionando maior entendimento de como a técnica funciona e de como ela afeta os materiais durante o processamento.

3. FUNDAMENTOS TEÓRICOS E REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Poliamida 6,6

A poliamida 6,6 (PA66) é um termoplástico de engenharia semicristalino, introduzido comercialmente pela DuPont na década de 1930, após pesquisa extensa de W. H. Carothers e colaboradores sobre polimerização de poliamidas por condensação [8]. Todas as poliamidas são polímeros sintetizados por condensação. A síntese ocorre através de reações entre diaminas e diácidos carboxílicos. No caso específico da PA66 a reação entre hexametileno diamina e ácido adípico é responsável pela formação do polímero. O uso destes dois componentes com seis carbonos na estrutura monomérica gera uma molécula como a representada na Figura 3.1, contendo seis átomos de carbono, seguidos de um nitrogênio, e mais seis carbonos seguidos de outro nitrogênio, estrutura esta que justifica o nome do polímero, ou seja, poliamida 6,6 (PA66). As ligações N-H e C=O evidenciadas na Figura 3.1 são outro fator relevante para a PA66, por formarem ligações de hidrogênio entre as cadeias principais poliméricas. Estas ligações aproximam as cadeias poliméricas, conferindo maior compactação, e por consequência, a ocorrência de cristalinidade. Esses fatores conjuntos aumentam também as temperaturas de transição dos polímeros, por precisar de maior energia para separar as cadeias [9].

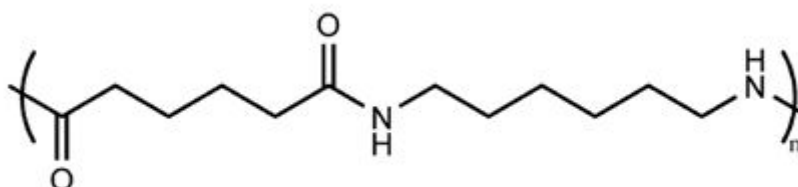


Figura 3.1 – Representação da estrutura química da poliamida 6,6.

A PA66 tem boas propriedades mecânicas e tribológicas, além de resistir a altas temperaturas em serviço. Suas propriedades mecânicas e de resistência térmica a classificam como termoplástico de engenharia, e são devidas principalmente à cristalinidade gerada pela presença de ligações de hidrogênio. A adição de fibras de vidro como reforço em poliamidas rende melhorias substanciais nas propriedades em tração, dureza, resistência à fluência e fadiga, temperatura HDT, e reduz o coeficiente de expansão térmica [8].

A produção de PA66 reforçada com fibras de vidro curtas ocorre através de incorporação das fibras no polímero fundido durante a mistura por extrusão. Esse processo normalmente é realizado em um misturador como uma extrusora, ou também em injetoras. Ainda é possível usar extrusão ou injeção reativa com a ocorrência de polimerização durante o processo. [10]. Para todos os casos, as fibras de vidro são tratadas com um agente de acoplagem durante sua fabricação (normalmente do tipo silano) para melhor compatibilização entre o vidro e a matriz polimérica [8]. A produção de perfis de chapas, tubos e barras é feita por extrusão. Tubulação para aplicações automotivas são obtidas desta maneira, assim como produção de conduítes para fios elétricos residenciais. A produção por extrusão com sopro fabrica filmes tubulares para embalagens na indústria alimentícia, com boas propriedades de barreira. Peças de maquinário de precisão como engrenagens, excêntricos, rolamentos e eixos são aplicações comuns de PAs moldadas por injeção.

As aplicações da PA66 reforçada com fibras de vidro requerem condições extremas, que o compósito deve suportar sem haver falhas estruturais. Ambientes hostis como estes frequentemente causam degradação termooxidativa do material. Estudos da decomposição e degradação de poliamidas na literatura foram feitos predominantemente através técnicas de análise térmica [11-15] e espectroscopia [11; 12; 14-19]. Além destas, difração de raios-X (XRD), ressonância magnética nuclear (NMR) e cromatografia de permeação em gel (GPC) também são usadas.

Os métodos de análises térmicas são usados para determinação da faixa de decomposição do material. Análises térmicas por termogravimetria (TG) em

modo dinâmico indicam as temperaturas de início da decomposição, e as taxas máximas de decomposição do material. Também podem ser feitas análises isotérmicas em várias temperaturas, sendo possível obter valores de energia de ativação para a degradação. Schaffer et al. [12] compilaram valores de energia de ativação para degradação de PA66 encontrados na literatura. Os valores variaram de 14 a 67 kcal/mol (59 a 280 kJ/mol). As temperaturas de início da decomposição variaram de 389 a 432 °C, e as temperaturas de final da decomposição variaram de 460 a 490 °C [13; 14; 20]. A grande faixa de valores se deve a diferentes *grades* usados, extensão da decomposição durante o ensaio e umidade estrutural [16]. Além disso, estudos de espectroscopia identificaram reações de ligações cruzadas no aquecimento de PA66 [11; 12], o que também aumenta a energia necessária para decompor estas moléculas. Através da calorimetria exploratória diferencial (DSC) podem-se determinar as faixas de fusão e decomposição do material e sua cristalinidade, podendo então avaliar efeitos do processamento usado sobre a estrutura do polímero. Já as técnicas de espectroscopia – de massa (MS) ou por infravermelho (FT-IR) – possibilitam a identificação dos produtos gerados durante a degradação, sendo possível compreender as reações que ocorrem no processo. Os estudos de espectroscopia mostram evolução dos voláteis H₂O, CO, CO₂, NH₃ e fragmentos de hidrocarbonetos [12; 14]. O principal mecanismo de degradação termooxidativa é por cisão das cadeias. A Figura 3.2 mostra algumas reações propostas na literatura. As reações propostas envolvem preferencialmente ataque do oxigênio no carbono α ligado ao nitrogênio do grupo amida. Alguns modelos propostos para a cisão de cadeias estão descritos na Figura 3.2a-d [11; 12]. Pode haver a formação de compostos com carbonila (C=O) e oligômeros cíclicos, como mostrado na Figura 3.2a. A ciclopentanona é um dos produtos sólidos comumente encontrados na degradação da PA66 [12; 14; 17]. Podem ser gerados também uma amida primária e um grupo olefínico (Figura 3.2b); ciclohexano ou 1-hexeno, quando há ataque em dois carbonos α seguidos (Figura 3.2c); e o produto da Figura 3.2d, quando há ataque a cada dois carbonos α .

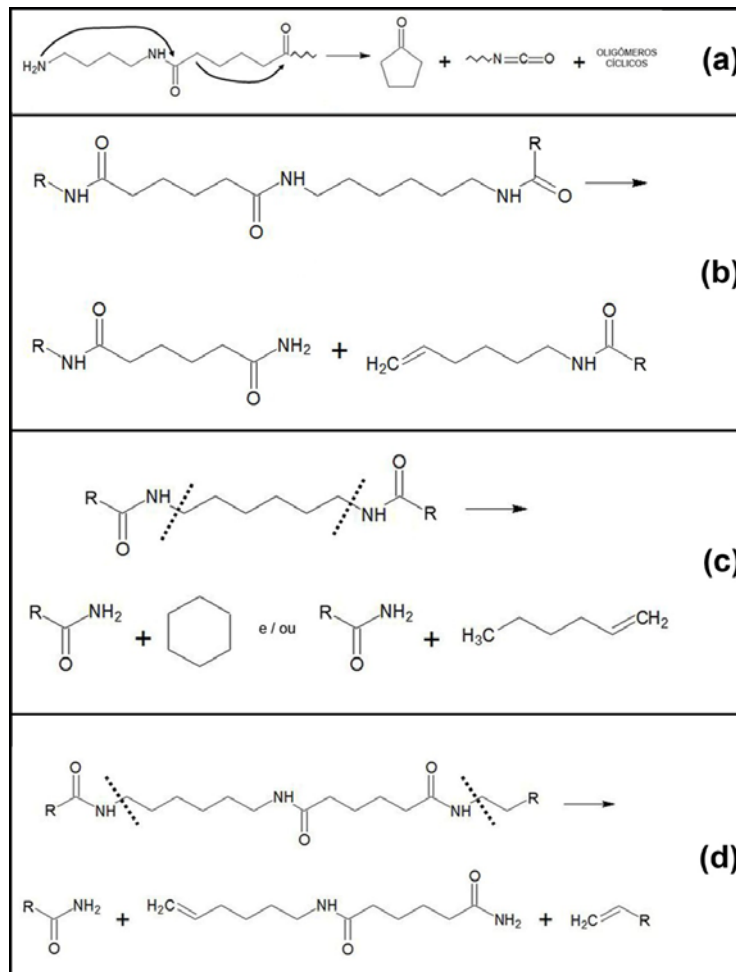


Figura 3.2 – Modelos propostos para cisão das cadeias em degradação de PA66, gerando: a) compostos com carbonila; b) amida primária e grupo olefínico; c) ciclohexano ou 1-hexeno; d) cisão da cadeia criando cadeias curtas. Adaptado de [11; 12]

Modelos para as ligações cruzadas evidenciadas em alguns trabalhos [12] estão descritos na Figura 3.3. A reação I ocorre em função de grupos terminais amina, e a reação II em função de grupos terminais carboxila. Entretanto, a base para formação das ligações cruzadas é a formação de aminas secundárias quando há reações entre dois grupos amina terminais, como na reação I. A reação gera amônia e uma cadeia com uma ligação N-H vulnerável e sujeita à ramificação no nitrogênio.

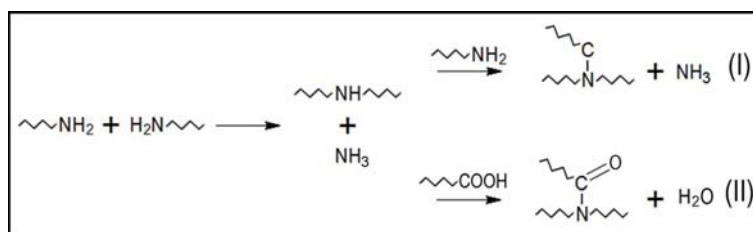


Figura 3.3 – Possíveis mecanismos de formação de ligações cruzadas em PA66. Adaptado de [11; 12]

Estas reações de cisão de cadeia e de formação de ligação cruzadas ocorrem em faixas de temperatura de processamento convencional de poliamidas (até 350 °C), sendo, portanto, concorrentes. É possível que após algum tempo em certa temperatura, o peso molecular do material se estabilize, devido a esta competição [21]. Os tempos para estas reações ocorrerem em volume apreciável são da ordem de horas. Até a conclusão desse documento, não foram encontrados estudos sobre a degradação da poliamida 6,6 sob efeito de processamentos curtos de relevância para o atual trabalho.

O grande desafio em processamento de poliamidas é controle do nível de umidade absorvida pelo polímero. Embora a poliamida tenha propriedades muito atrativas para a indústria, sua afinidade com a água pode afetar suas características negativamente. Diversos estudos disponíveis na literatura abordam a investigação do comportamento de poliamidas em relação à umidade estrutural [16; 22-25]. Kohan [22] apresenta os principais fatores de importância afetados pela umidade como a redução na viscosidade, diminuição da temperatura de transição vítrea e ocorrência de hidrólise durante o processamento. A absorção de água atua como um plastificante na poliamida, aumentando a mobilidade das cadeias, o que afeta a processabilidade, estabilidade dimensional e propriedades mecânicas. Seu efeito sobre a degradabilidade da poliamida 6,6 também é importante. O esquema de cisão de cadeias provém de ataque termooxidativo ao carbono α , que eventualmente gera um grupo imida ou uma amida hidroxilada na cadeia. Estes pontos são alvos para a cisão hidrolítica das cadeias [16].

No que se refere às técnicas de união, todos os processos para plásticos industrialmente disponíveis são aplicáveis para a PA66 [26], mas não há relatos de pesquisa recente em técnicas baseadas em rebitagem e fricção. A maioria das pesquisas publicadas foram realizadas por grupos de pesquisa e desenvolvimento de empresas, e são voltadas à otimização processual das técnicas de soldagem em compósitos termoplásticos. Nas pesquisas encontradas nesta revisão bibliográfica, a maioria dos casos apresenta análises de processo de união usando projetos de experimento, caracterização microestrutural, ensaios mecânicos e modelagem.

Kagan et al. [27-29] mostraram em vários trabalhos pesquisas relacionadas à otimização do processo e estudo da morfologia da solda em técnicas de soldagem a laser e vibração linear. Bates et al. [30;31] e Tsang et al. [32] investigaram o processo de soldagem por vibração em poliamidas, e as propriedades adquiridas pela solda. Bates et al. [33] em outro trabalho aplicaram modelagem de elementos finitos com sucesso para prever modo de falha e resistência da solda. Para todos os processos a umidade absorvida é também um problema, e para a maioria dos casos secagem e pressão adicional entre as peças são utilizadas para evitar a formação de defeitos na linha de solda. Kocheny et al. [25] reportou efeitos da umidade estrutural em soldagem por placas quentes, ultrassônica e a laser. Em todos os casos há grande discrepância nas propriedades mecânicas da junta em relação à quantidade de umidade absorvida, sendo que as peças secadas obtiveram maiores valores de resistência mecânica do que as condicionadas para absorção de umidade. Liu et al. [34] investigou efeitos da umidade na resistência mecânica de juntas sobrepostas soldadas por ultrassom. A redução nos valores de resistência foi atribuída ao efeito plastificante da água, redução da intensidade de ligações de hidrogênio pelo afastamento das cadeias, e um diferencial na deformação entre fibra e matriz, devido ao inchamento do polímero que absorveu umidade.

A maior parte das aplicações para PA66 reforçada com fibras de vidro se encontra no mercado automotivo. Na Europa, são aproximadamente 40% de

todas as aplicações de PA66, enquanto nos EUA e Japão chega a 50% [35]. Alguns exemplos são partes do corpo externo, componentes sob o capô e interiores [36; 37]. Outras aplicações são em componentes eletrônicos e elétricos, maquinário industrial, eletrodomésticos e equipamentos esportivos [35]. Outras aplicações possíveis podem ser encontradas em [38].

3.2. Liga de Alumínio AA2024-T351

A liga de alumínio 2024 é uma liga trabalhada e tratável termicamente da série 2000. Os principais elementos de liga desta série são o cobre, e no caso da AA2024 (classificação pela “Aluminum Association” [39]) o magnésio. Especificamente a AA2024-T351 é tratada termicamente a 493 °C formando solução sólida, e resfriada rapidamente em água abaixo de 38 °C. Depois da têmpera, ela é trabalhada a frio e envelhecida naturalmente, com alívio de tensões por deformação [40]. O tratamento térmico T351 é usado para chapas, barras laminadas ou acabadas a frio, moldes forjados e perfis anulares forjados ou laminados [41]. O elemento de liga cobre é adicionado para aumentar a resistência mecânica, possibilitar o endurecimento por precipitação, melhorar a resistência à corrosão (quando em solução sólida), ductilidade e soldabilidade. O elemento de liga magnésio aumenta a resistência mecânica por solução sólida e melhora o trabalho a frio. Esta liga é caracterizada por alta resistência mecânica, boa resistência à corrosão e à corrosão sob tensão [42-44]. A composição química nominal da liga de alumínio 2024 é mostrada na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Composição química nominal da liga de alumínio 2024 [44].

Elemento de Liga	Cu	Mg	Si	Mn	Fe	Zn	Cr	Ti	Al
<i>Nominal ASM peso(%)</i>	3,8-4,9	1,2-1,8	<0,5	0,3-0,9	0,5 max	0,25 max	0,1 max	0,15 max	restante

A alta resistência mecânica destas ligas vem do mecanismo de precipitação que ocorre durante o tratamento térmico. A formação de zonas de Guinier-

Preston-Bagaryastii (zGPB) ou de grupos Cu/Mg e precipitação de fase S (Al_2MgCu) são os principais mecanismos de aumento de resistência [45-50], através de distorções na rede cristalina e presença de tensões internas coerentes, fatores que dificultam o movimento de linha de discordância [42]. A sequência de precipitação observada na liga 2024 ocorre como descrita a seguir [50]:



Onde S'' e S' são fases metaestáveis precursoras da fase estável S. Essa sequência entretanto é tema de discussões entre pesquisadores, que argumentam sobre a diferenciação entre fases S' e S, e a existência de zonas zGPB [46].

As principais técnicas de união aplicadas a esse material são rebiteagem e a colagem. Devido a camadas de óxido formadas na superfície, não é comum usar técnicas de soldagem convencionais em ligas de alumínio [1; 50]. Porém métodos de soldagem por fricção têm mostrado eficiência e são tema de pesquisas mais recentes com ligas de alumínio consideradas não soldáveis como série 2000 e 7000 [50-57]. A principal técnica para ligas de alumínio é atualmente o *Friction Stir Welding* (FSW), desenvolvido pelo *The Welding Institute* na década de 90 [58]. Sundaram e Murugan [52], Cavaliere et al. [56], Amancio-Filho et al. [59], e Aydin et al. [54] realizaram pesquisas na aplicação de soldas dissimilares de ligas leves de alumínio, principalmente visando aplicações aeronáuticas. Isso reforça a tendência da variação na seleção de materiais para sistemas de transporte. Sundaram e Murugan [52] investigaram as propriedades sob tensão de soldas entre ligas 2024 e 5083, avaliando através de um projeto de experimento como a geometria da ferramenta e os parâmetros de processo influenciavam na resistência mecânica e alongamento das juntas. Cavaliere et al. [56] estudaram propriedades mecânicas estáticas e dinâmicas de soldas de ligas de alumínio 2024 com 6082. O estudo variou o posicionamento das ligas em relação ao sentido de movimento da ferramenta, e as propriedades foram melhores para um posicionamento da liga AA6082 no lado de avanço. Amancio-Filho et al. [59] produziram juntas de AA2024-T351 e

AA6056-T4 variando velocidade de rotação e velocidade linear de soldagem. Análises microestruturais e de propriedades mecânicas localizadas mostraram que em soldas dissimilares o componente mais fraco é quem dita o desempenho da solda, e a falha ocorre na região com maior redução de resistência mecânica devido a fenômenos de recozimento. Modificando ainda mais a seleção de materiais, Dressler et al. [55] uniu a liga AA2024 com liga de titânio TiAl6V4. Neste estudo preliminar de viabilidade, foi possível demonstrar que a liga AA2024 é soldável com titânio, com possíveis mecanismos de ancoramento mecânico entre o titânio e o alumínio contribuindo para a união das partes. Outras técnicas recentes como soldagem a laser e por feixe de elétrons [60-62] também têm encontrado aplicações em ligas de alumínio aeronáuticas, porém a tendência é que percam espaço para técnicas de fricção devido aos altos custos e consumo de energia bem como, às propriedades mecânicas ligeiramente inferiores [63].

Esta é uma importante liga para uso aeronáutico atualmente, sendo usada por companhias como Embraer, Bombardier e Eclipse [50]. Outros usos para a liga AA2024 são encontrados em rebites, ferramentas, pistões, engrenagens, rodas e aplicações estruturais [40; 44].

3.3. Técnicas de União de Estruturas Híbridas Polímero-Metal

Para o caso de estruturas híbridas metal-polímero, as pesquisas estão surgindo e as técnicas são recentes, ainda não havendo grande disseminação prática no setor industrial. Atualmente a união nestes tipos de estrutura é concretizada por junção mecânica, junção por adesivos ou ainda técnicas híbridas oriundas destas duas. A junção mecânica funciona através da interferência entre duas ou mais peças. Elas podem ter efeitos superficiais de ancoramento entre si, ou ainda serem ligadas por um terceiro elemento, como um pino ou um grampo. Pontos fortes desta técnica são que quaisquer peças podem ser unidas desde que sejam geometricamente compatíveis, não sendo necessária compatibilidade química; na maioria dos casos é possível

desmontar a estrutura e reciclá-la; e pode ser controlada para permitir alguma movimentação aos parceiros de união se necessário [1; 2; 64].

Em junção por adesivos, ao contrário da junção mecânica, a força em ação é fruto da adesão entre os materiais ao invés da coesão própria. O método consiste em usar superfícies limpas e normalmente preparadas com algum tratamento superficial, adicionar um material adesivo sobre elas, e aplicar pressão durante o tempo de cura do adesivo. É uma maneira comum de unir materiais dissimilares sem gerar concentradores de tensão e sem adicionar muito peso [1; 2; 6]. A Tabela 3.2 descreve as principais vantagens e limitações destes dois métodos.

Tabela 3.2 – Vantagens e limitações das técnicas atuais [1; 2; 6].

Junção Mecânica		Ligação Adesiva	
<i>Vantagens</i>	<i>Limitações</i>	<i>Vantagens</i>	<i>Limitações</i>
Desmontável	Afrouxamento (perda de hermeticidade)	Possibilidade de juntas herméticas	Reciclagem e descarte problemáticos
Técnica simples e bem difundida	Peso e custo extras	Não são necessárias modificações nas peças	Tratamento superficial extenso
Grande resistência a cargas em tensão	Sensibilidade ao entalhe/delaminação em compósitos	Absorve vibrações sob fadiga	Somente resistente a cargas em cisalhamento
Seleção de materiais (união de materiais dissimilares)	Possibilidade de corrosão galvânica	Seleção de materiais (união de materiais dissimilares)	Possível contaminação química
Geometrias variadas	Diferenciais de expansão térmica	Geometrias variadas	Dificuldade em escolha de adesivos
Simple inspeção	Concentradores de tensão	Distribuição de tensões ao longo da área de união	Envelhecimento reduz o desempenho

Embora as duas técnicas tenham boa aceitação na indústria em geral, suas limitações abrem espaço para a concorrência. Os processos devem ter ciclos curtos, criar juntas leves e com boa resistência mecânica, serem eficientes e não prejudicar o meio ambiente. Tais ideais levam à busca por inovação em técnicas de união para estruturas híbridas.

Uma das primeiras inovações foi introduzida em 1986 por Hecht [65], que usou coinjeção de resinas poli(tereftalato de etileno) (PET) para criar macrocompósitos. Este estudo foi precursor de técnicas de moldagem por injeção usando peças metálicas como substrato (*injection over molding* - IOM). Neste caso o substrato pode ser uma superfície simples, havendo adesão do polímero fundido, ou uma estrutura complexa com cavidades pelas quais o polímero flui e se integra mecanicamente ao substrato. Zoellner e Evans [66] demonstraram a viabilidade de produzir peças automotivas através de IOM, usando perfis de paredes finas de aço e nervuras em estruturas de poliamida 6 (PA6) com fibras de vidro. Nesse trabalho, o perfil metálico é inserido dentro de um molde especial em uma injetora e o polímero injetado flui envolvendo a peça metálica. Sendo assim, combina-se as propriedades estruturais do aço com a leveza e precisão de projeto do termoplástico injetado. A técnica foi usada para o *front-end* do Ford Focus [4], e segundo a empresa inventora Bayer, tem potencial de aplicação em itens domésticos, esportivos, estruturais e de transporte [5; 66]. Outra técnica similar baseada em moldagem por injeção foi patenteada pela Bayer [67]. Neste caso, o substrato metálico é deformado a frio dentro da câmara de injeção através de um molde modificado. Assim é possível unir múltiplas chapas metálicas através de deformação a frio, e posteriormente a massa polimérica fundida é injetada sobre este substrato, evitando etapas extras de processo.

Em IOM a temperatura do substrato é um fator importante para determinar a eficiência da união. Ramani e Moriarty [68] concluíram em um experimento com policarbonato e aço, que a temperatura do substrato é estatisticamente significativa, e rege também o tipo predominante de falha: mais coesiva a maiores temperaturas, mais adesiva com baixas temperaturas. Este

experimento também demonstrou que a união é efetiva em escala micro- e milimétrica devido à rugosidade do substrato. Grujicic et al. [3; 69] introduziram uma técnica chamada adesão direta polímero-metal, com princípios semelhantes, visando aplicações em estruturas primárias para automóveis. Este método tem algumas variações [3], podendo se basear somente em microancoramentos [68]; no uso de um agente compatibilizante no metal [70]; ou em modificação química do polímero para melhoria da adesão [71]. O mesmo grupo de Grujicic introduziu melhoras na técnica baseada em microancoramentos, ao fazer pequenas indentações na chapa metálica através de estampagem [72]. Resultados preliminares de simulações computacionais nesta pesquisa são encorajadores, porém a melhora de propriedades leva a um custo maior por exigir etapas adicionais de processamento.

No âmbito de união mecânica de estruturas híbridas, a empresa BASF patenteou uma tecnologia chamada *collar joining* [73]. Uma placa metálica é estampada com uma ferramenta, de modo a criar um furo com uma protrusão anelar; e esta protrusão é pressionada a frio contra a superfície polimérica a ser unida. Segundo os inventores [74], o processo tem alta tolerância, ciclos curtos e produz juntas resistentes. Entretanto também cria problemas na matriz polimérica devido à formação a frio, gerando microfibrilamento sob tensão em termorrígidos além de não possibilitar a união de chapas metálicas grossas.

Outra técnica recente foi apresentada por Möller et al. [75] para unir ligas metálicas leves a compósitos de matriz termorrígida reforçados com fibras de carbono. Nesta técnica usa-se um fio de titânio deformado para formar anéis, o qual é soldado a laser em uma cavidade usinada em uma peça de alumínio; as fibras de carbono são passadas por dentro dos anéis de titânio expostos, e mergulhadas em resina não curada; após a cura a junção é formada. Embora inovadora, a ideia falha no âmbito de não ser comercialmente aplicável, principalmente devido à grande quantidade de etapas do processo. Por ser um processo relativamente recente, ainda não há resultados sobre desempenho mecânico das juntas.

Amancio-Filho et al. [76] patentearam mais recentemente uma técnica baseada em ancoramento mecânico, ligação adesiva e soldagem por fricção, conhecida por *Friction Riveting*, ou rebitagem por fricção. Investigações recentes deste grupo analisaram o processo, as propriedades da junta e como o processo afetou os materiais [77-79]. O processo básico envolve um pino metálico girando em alta velocidade, e tocando uma superfície polimérica termoplástica. Calor por fricção é gerado, fundindo camadas de polímero ao redor do pino e permitindo sua penetração na superfície. Em um tempo pré-determinado ou a uma profundidade pré-determinada, dependendo do tipo de equipamento sendo utilizado, a rotação é desacelerada e uma força de forjamento é aplicada no pino aquecido pelo atrito. O encontro dele com camadas frias do polímero faz com que o pino se deforme aumentando seu diâmetro original, criando uma região de ancoramento dentro da massa polimérica. Nestes estudos de Amancio-Filho, placas de poli(éter imida) PEI foram unidas a pinos de AA2024 variando os parâmetros de processo – velocidade de rotação, tempo de união e pressão de forjamento [77]. Através de monitoramento de temperatura, foi observado que o processo chegava até 95% da temperatura de fusão da liga metálica (~ 500 °C), causando leve degradação termomecânica da PEI relacionados aos ciclos curtos e rápidos de aquecimento [78]. Os ensaios mecânicos apresentaram bons resultados: sob tração (teste de arrancamento) do pino alcançou 93% da resistência mecânica do pino; em cisalhamento por tração alcançou 70% da resistência mecânica da PEI [77; 80]. A rebitagem por fricção tem ainda outras configurações possíveis [80], podendo unir múltiplas camadas de materiais, e fabricar juntas hermeticamente seladas. Segundo Amancio-Filho [81], estudos recentes no centro de pesquisas “Helmholtz Zentrum Geesthacht”, mostraram a viabilidade da rebitagem por fricção em diferentes ligas de titânio, alumínio e plásticos de engenharia e poliolefinicos, incluindo compósitos termoplásticos de fibras curtas.

O sucesso de técnicas de soldagem por fricção em metais levou à adaptação para materiais poliméricos, e conseqüentemente, estruturas híbridas metal-polímero. Baseada na já conhecida técnica de soldagem linear por fricção (*friction stir welding* – FSW [58]), um método de unir chapas metálicas e

poliméricas foi patenteado pela GM Inc [82]. Nesse método, a ferramenta rotatória gera calor por fricção na chapa metálica, penetrando-a e atravessando a camada polimérica intermediária, por final alcançando a chapa metálica inferior. Embora o processo não use o polímero estruturalmente, ele poderia ser otimizado para tal finalidade. Em pesquisas semelhantes, Balakrishnan et al. [83], e Amancio-Filho et al. [84,85] investigaram juntas pontuais polímero-metal unidas por fricção.

Balakrishnan et al. [83] uniram chapas de AA5754 com placas de poliamida 6 usando uma ferramenta similar à de FSW, porém apenas formando uma junta pontual ao invés de linear. A ferramenta é posicionada sobre a chapa metálica, e entra em contato com sua superfície em alta rotação. Uma vez que o calor por fricção gerado plastifica camadas do metal, a ferramenta penetra até o nível do polímero, deformando ambos drasticamente. Com o recuo da ferramenta há uma zona de ancoramento criada entre os materiais. Embora a técnica seja baseada em um sistema de soldagem para metais, foi observado que o principal mecanismo de união foi ancoramento mecânico entre as peças, havendo um pouco de adesão entre o polímero fundido e o alumínio [83].

Nos estudos de Amancio-Filho et al. chapas de liga de magnésio AZ31 foram unidas a placas de PPS/FV [84] e de PPS/FC [85]. A técnica batizada de “união pontual por fricção” (*friction spot joining*) [86] é baseada em soldagem pontual por fricção (*friction spot welding*) [87], e usa uma ferramenta composta de um pino envolto por uma camisa, estes dois compreendidos por um anel de fixação, todos com movimentação independente, o que confere flexibilidade a como fabricar as juntas. As variantes do processo se referem a qual das partes penetra o material primeiro: a camisa ou o pino. Na variante “penetração da camisa”, o anel de fixação pressiona as placas, e a camisa em rotação penetra levemente (0,2 a 0,5 mm) na superfície da placa superior até uma profundidade pré-determinada, enquanto o pino é elevado, formando assim um reservatório para onde o material plastificado é deslocado. Quando a quantidade de energia térmica é alcançada, o pino retorna à posição inicial, empurrando o volume de

material alocado no reservatório de volta para as placas; concomitantemente a camisa volta ao nível da superfície.

Na variante “penetração do pino”, o pino em rotação penetra a superfície enquanto a camisa é movida para cima. As outras etapas são idênticas a primeira variante. A junta formada é idealmente lisa, esteticamente agradável. Amancio-Filho et al. [84] concluíram que a união é consolidada pela ligação adesiva do polímero fundido com a superfície metálica, e por ancoramento mecânico das partes, devido à leve deformação da chapa metálica que é inserida no componente polimérico.

Soldagem por indução também pode ser utilizada em para juntas híbridas entre metais e termoplásticos. Uma pequena peça metálica é inserida entre os materiais a serem soldados. Um dispositivo aplica então um campo de indução que aquece o implante metálico, fundindo o polímero em contato; as duas peças são então pressionadas até o resfriamento e consolidação da junta [6]. Mitschang et al. [88] descreveram em um trabalho recente um método de união de estruturas híbridas usando geração de calor por indução. Neste trabalho soldas em AlMg3 e PA66 com fibras de carbono foram investigadas. Usou-se um equipamento adaptado para a soldagem e foi observado que o mecanismo de união predominante observado foi adesão (havendo difusão macroscópica dos elementos), muito dependente dos tipos de tratamento superficial usados. A resistência mecânica ainda não compete com a de métodos convencionais, mas o processo é sujeito a otimização.

A soldagem por ultrassom de compósitos é um processo aplicado com sucesso na indústria. Pesquisas recentes mostram que a técnica pode ser adaptada na união de materiais dissimilares, como vidros, cerâmicas e metais entre si [89; 90]. A soldagem entre materiais poliméricos e metálicos se mostra uma possibilidade, e vem sendo estudada por um grupo da Universidade de Kaiserslautern, Alemanha [91; 92]. Eles soldaram PA66-FC com alumínio puro e liga de alumínio 5754 usando planejamento composto central como projeto de experimento. A vibração ultrassônica é aplicada no metal posicionado sobre a placa polimérica através de um sonotrodo não consumível, em ciclos de

soldagem menores que 5 s. Em análises da zona de soldagem, foi possível observar interação em níveis microscópicos entre o alumínio e as fibras de carbono, e os autores afirmam que há inclusive interação molecular [91; 92]. O modo de falha observado é predominantemente coesivo, havendo fibras de carbono envolvidas por alumínio plasticamente deformado.

A técnica de soldagem a laser é usada com sucesso em termoplásticos. Uma das peças deve ser transparente aos raios laser, e a outra absorvente. O raio é focado na superfície absorvente, atravessando a parte transparente que não é afetada pela radiação. O componente absorvente aquece e funde, e indiretamente funde o outro componente por condução de calor, consolidando a solda. A adaptação desta técnica para juntas híbridas metal-polímero foi demonstrada por Katayama e Kawahito [93]. Ligações em nível atômico ou molecular foram conseguidas em soldas de aço inox 304 e PET puro. Tal formação é possível pela geração de um filme de óxido de cromo na placa de aço, onde não só o ancoramento como também ligações secundárias são possíveis. Ho et al. [94] e Goldberg et al. [95] publicaram estudos baseados em espectroscopia (FT-IR, UV e XPS), trabalhando com combinações de metais puros e poliimidas. Foi evidenciado que cobre e alumínio formam ligações muito fracas com grupos funcionais do polímero, normalmente se difundindo em forma de segregados na matriz polimérica. Para o cromo, entretanto, há a formação de ligações organometálicas Cr-O, e a interface formada é uniforme. Segundo Katayama e Kawahito [93], a junção é possível com outras combinações polímero-metal.

3.4. Rebitagem por Injeção (*Injection Clinching Joining – ICJ*)

A técnica-tema deste estudo, utilizada para unir materiais dissimilares, é a rebitagem por injeção – ICJ (tradução livre do nome original: *Injection Clinching Joining*) [7]. O ICJ é um novo processo para unir estruturas híbridas compostas de termoplásticos e metais ou termofixos. A técnica é baseada em princípios de moldagem por injeção, rebitagem e ligação adesiva. As juntas são idealmente

produzidas através de aquecimento e deformação de um elemento termoplástico (como um pino cilíndrico) inserido em um furo passante (cavidade) de um componente metálico/termofixo, criando um rebite a partir da própria estrutura. Conseguem-se desse modo, juntas de melhor desempenho mecânico e de peso reduzido. O processo foi recentemente descrito em [96].

Juntas pontuais por ICJ se valem de ancoramento mecânico otimizado do rebite formado. Para isso o furo passante é projetado com cavidades funcionais como roscas ou combinações de estruturas internas. Além disso, o furo pode ser chanfrado na região em contato com a parte superior do rebite, para aumentar a área de ancoramento.

Para produzir as juntas, um protótipo desenvolvido no então GKSS Forschungszentrum (atual Helmholtz Zentrum Geesthacht – HZG) foi montado em uma prensa hidráulica. O protótipo consiste em uma unidade de controle de temperatura (aquecimento por resistência) com anéis cerâmicos envolvendo uma câmara quente. Um sistema de pistão montado coaxialmente à câmara quente é usado para fixar as peças antes do processamento (Figura 3.4).

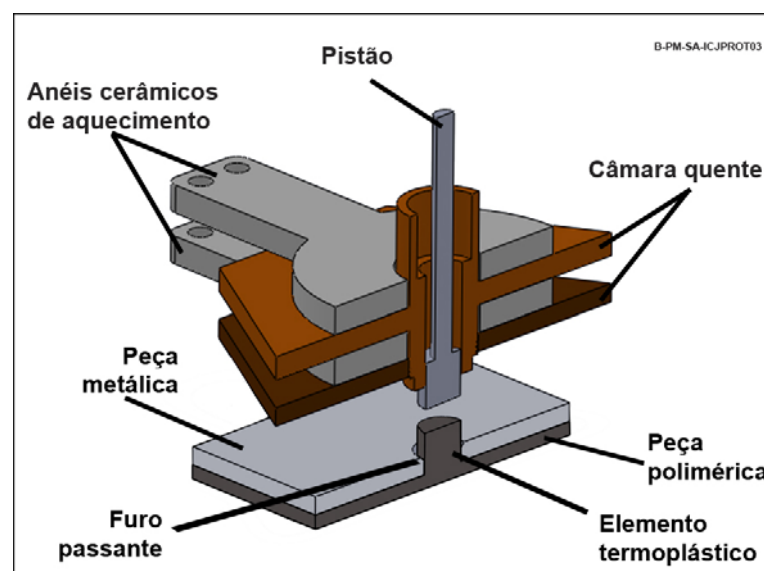


Figura 3.4 – Ilustração do protótipo para união ICJ. O pistão é montado coaxialmente com a câmara quente e elementos de aquecimento. A peça metálica é colocada sobre a peça polimérica.[96]

O processo é detalhado na Figura 3.5. As peças são sobrepostas, com o pino polimérico inserido no furo passante do metal (ou termofixo). A ferramenta se aproxima das peças (Figura 3.5a); a câmara quente envolve o pino polimérico, e o aquece até a temperatura de processamento desejada (Figura 3.5b). Ao fim do aquecimento, o pistão aplica uma pressão para deformar e injetar o polímero fundido/amolecido para dentro das cavidades do furo (Figura 3.5c). A pressão é mantida para diminuir a relaxação enquanto o sistema é resfriado a ar. Após o resfriamento a ferramenta retorna à posição inicial e a junta está consolidada (Figura 3.5d).

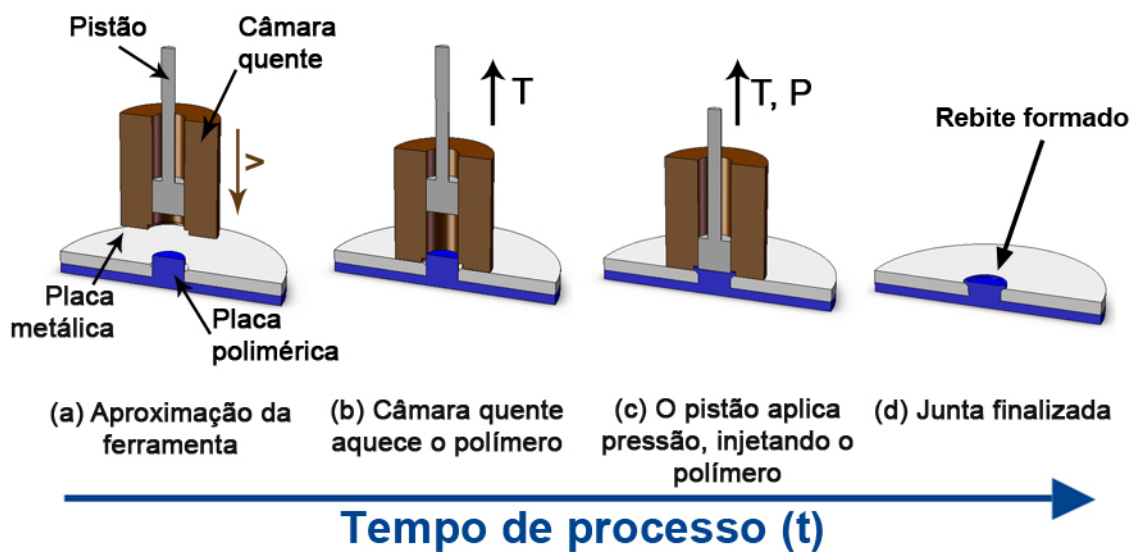


Figura 3.5 – Etapas do processo ICJ [96].

Um exemplo de uma junta ICJ pontual simples entre PA66-FV e AA2024-T351 pode ser observada na Figura 3.6a. Na Figura 3.6b há o exemplo de outra geometria de junta pontual sobreposta, neste caso para ensaios mecânicos de cisalhamento por tração. Um exemplo direcionado para aplicações reais com a presença de pontos múltiplos é apresentado na Figura 3.6c.

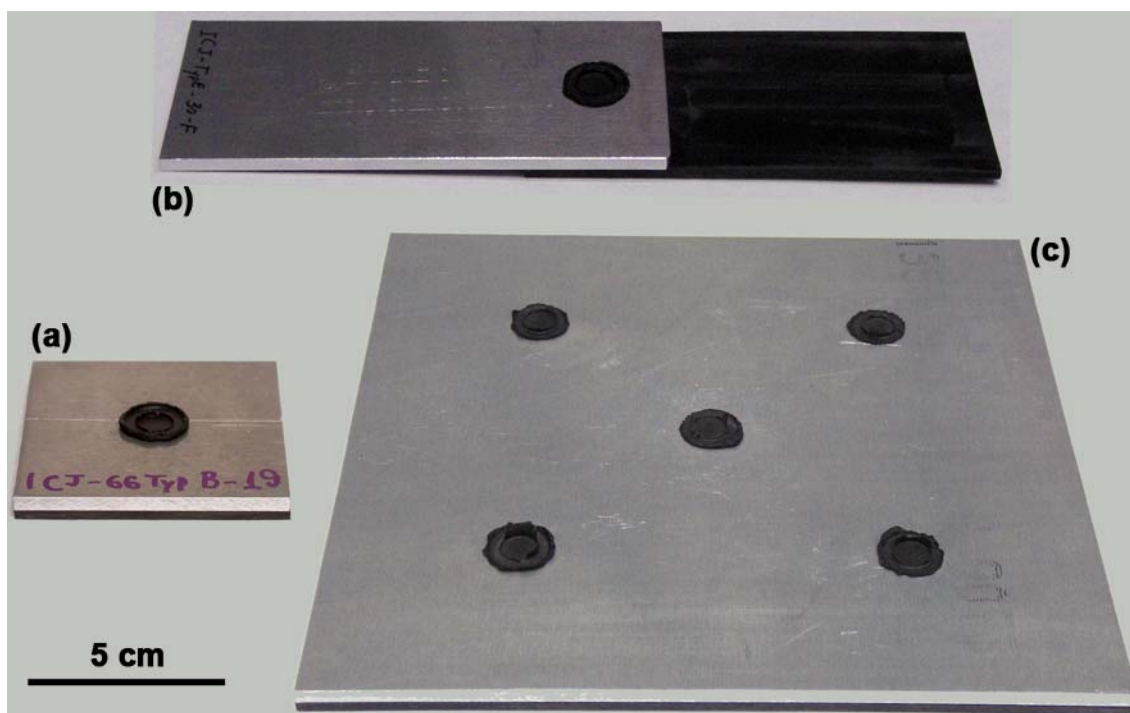


Figura 3.6 – Exemplos de juntas produzidas por ICJ: a) junta pontual simples; b) junta sobreposta para ensaio de cisalhamento por tração; e c) exemplo de junta com múltiplos pontos para aplicações reais.

No Apêndice 0 há mais informações sobre a montagem do equipamento e o sistema completo do protótipo de ICJ, bem como propostas para uso industrial.

3.4.1. ICJ – Parâmetros de Controle e Variáveis do Processo

Os principais parâmetros de controle do processo ICJ são *tempo de aquecimento*, *temperatura de processamento* e *taxa de injeção*. Também são importantes a geometria das cavidades, e propriedades do material, como água estrutural em poliamidas, viscosidade, temperaturas de transição, condutividade térmica, coeficiente de expansão térmica e calor específico. *Tempo de aquecimento* é o tempo que a câmara quente aquece o pino polimérico até a *temperatura de processamento*. Ambos estes parâmetros podem influenciar a quantidade de calor transferido ao pino polimérico, e mudar sua viscosidade, tornando-o mais fácil ou difícil de deformar. A *taxa de injeção*

é a taxa em que o pistão se move em direção ao pino amolecido/fundido, injetando-o nas cavidades do furo. Já que maiores taxas de deformação diminuem a viscosidade de um fluido pseudoplástico aumentando sua capacidade de fluir, isso vai influenciar a força necessária para formar o rebite [96].

As principais variáveis observadas durante o processo são *força de reação* e *preenchimento das cavidades*. A *força de reação* é relacionada à facilidade de deformação do pino polimérico. A carga transferida pelo pistão ao pino polimérico para injetá-lo nas cavidades do furo no componente metálico/termofixo gera uma força reativa à deformação do pino. A força é dependente da quantidade de calor transferido ao pino e, portanto de sua viscosidade no estado fundido inicial; e da taxa de deformação, associada com a *taxa de injeção*. Estes fatores vão afetar diretamente a viscosidade do polímero. O calor dá movimento às cadeias poliméricas, promovendo a transição de um estado vítreo para um líquido viscoso, e a maior taxa de deformação diminui a viscosidade, aumentando a fluidez do polímero [96]. O *preenchimento das cavidades* está associado ao volume preenchido pelo polímero amolecido/fundido, comparado ao volume total das cavidades, ou volume de projeto. A geometria do furo garante que cavidades preenchidas fornecerão um ancoramento mais eficiente, um fator de influência para um desempenho ótimo da junta. Esta variável também é influenciada pela reologia do material amolecido/fundido, pois quanto menos viscoso, mais facilidade o polímero possuirá de fluir para o interior das cavidades.

3.4.2. ICJ – Características Microestruturais

Durante o processamento, calor e deformação podem modificar a microestrutura dos materiais e suas propriedades. A Figura 3.7 ilustra as zonas microestruturais dos materiais de uma típica junta ICJ. A deformação modifica acentuadamente pelo menos uma porção do pino polimérico, criando uma Zona Termomecanicamente Afetada do Polímero (PZTMA). A maior concentração de detalhes macroestruturais e microestruturais, como

preenchimento das cavidades e formação hidrostática de linhas de fluxo e vazios, é encontrada neste volume da junta. O volume que envolve a PZTMA pode ser influenciado pela transmissão de calor e é identificado como Zona Termicamente Afetada do Polímero (PZTA). Embora os fenômenos que ocorrem na PZTA não sejam inteiramente compreendidos, parece que não há mudanças visuais em relação ao material de base (MB). O calor também pode gerar uma Zona Termicamente Afetada do Metal (MZTA). Dependendo da liga metálica usada e sua composição, altas temperaturas podem levar ao recozimento e outros processos metalúrgicos modificando as propriedades do material nesta zona. No caso do estudo de viabilidade proposto, os efeitos do calor e pressão sobre a PA66/FV30% e a liga AA2024-T351 são discutidos no capítulo 6.

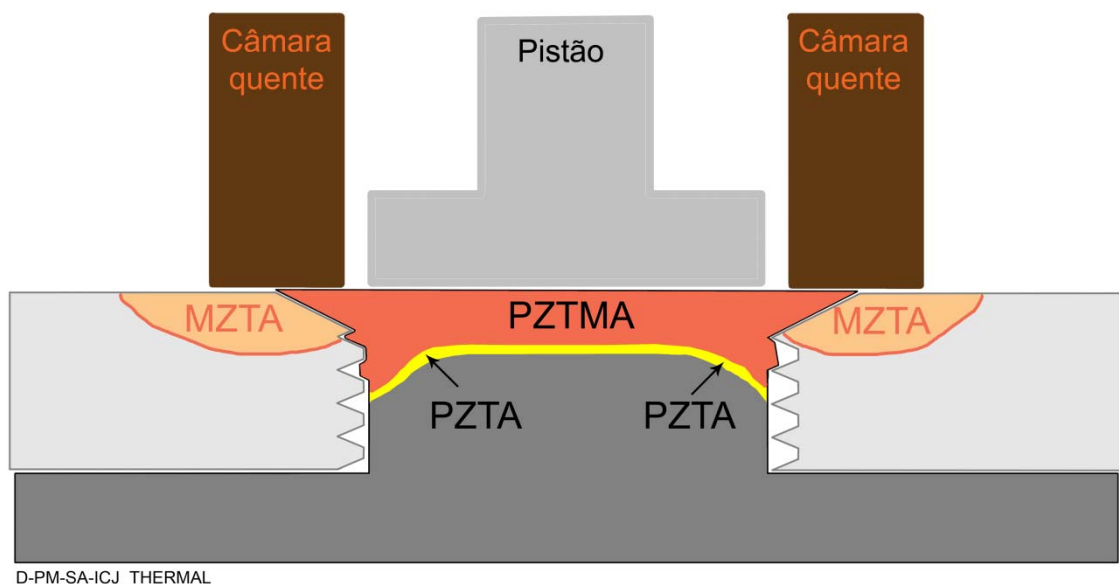


Figura 3.7 – Zonas microestruturais de uma junta ICJ, mostrando as MZTA (zona termicamente afetada do metal), PZTA (zona termicamente afetada do polímero) e PZTMA (zona termomecanicamente afetada do polímero). Como a extensão dos efeitos na PZTA é desconhecida, ela está indicada apenas como uma linha [96].

Uma união ideal por ICJ deve combinar parâmetros de processo que proporcionem uma geometria adequada de junta, com preenchimento satisfatório. O processamento também não pode afetar drasticamente a estrutura dos materiais, mantendo a integridade do material polimérico, sem afetar suas propriedades drasticamente, garantindo assim um bom desempenho mecânico global da junta.

4. PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

Este projeto de mestrado se iniciou com o desenvolvimento da técnica de ICJ, idealizado para estruturas multimateriais de automóveis e aeronaves. Foram então escolhidos materiais de base adequados para estas aplicações, e eles foram caracterizados através de microscopia, microdureza e ensaios de tração. O material polimérico ainda foi submetido à caracterização térmica por DSC e TG. Uma revisão de literatura detalhada sobre os materiais usados e sobre técnicas de união de estruturas multimateriais foi feita para melhor compreensão dos temas a serem tratados e da abordagem experimental.

A partir disso, um estudo de viabilidade foi iniciado com estes materiais como componentes de juntas ICJ. Inicialmente foram feitas juntas em uma larga distribuição de parâmetros, para melhor entendimento de como o processo funciona. Após essa etapa, as condições que produziram as melhores juntas foram selecionadas como base para o projeto de experimento usado nesta investigação. O projeto de experimento estudou as propriedades mecânicas localizadas das juntas através de microdureza Vickers; as características macro e microestruturais através de microscopia ótica, eletrônica de varredura e microtomografia computadorizada; o desempenho mecânico da junta em ensaios de cisalhamento por tração, análise de fratura e distribuição de esforços (mapas de deformação); as características de decomposição e degradação analisando curvas de DSC e TG das amostras; o fluxo de material usando microtomografia computadorizada, focando no preenchimento de cavidades. Além disso, o processo foi monitorado por uma câmera de medição térmica por radiação infravermelha e por uma mesa medidora de força, a fim de obter o histórico térmico e de força da união.

Os resultados obtidos nesta etapa experimental foram analisados, buscando entender a influência dos parâmetros de processo sobre as juntas produzidas, e procurando determinar as características de uma junta otimizada. Os resultados dos ensaios de cisalhamento por tração foram tratados usando análise de variância (ANOVA) para identificar quais parâmetros de processo

tem influência significativa na resistência mecânica global da junta. A compilação desta análise buscou completar os objetivos desta dissertação, mostrando o funcionamento da técnica e sua viabilidade, e comparando-a com outras técnicas de união de estruturas multimateriais. Um fluxograma explicando os pontos principais do projeto está mostrado na Figura 4.1.

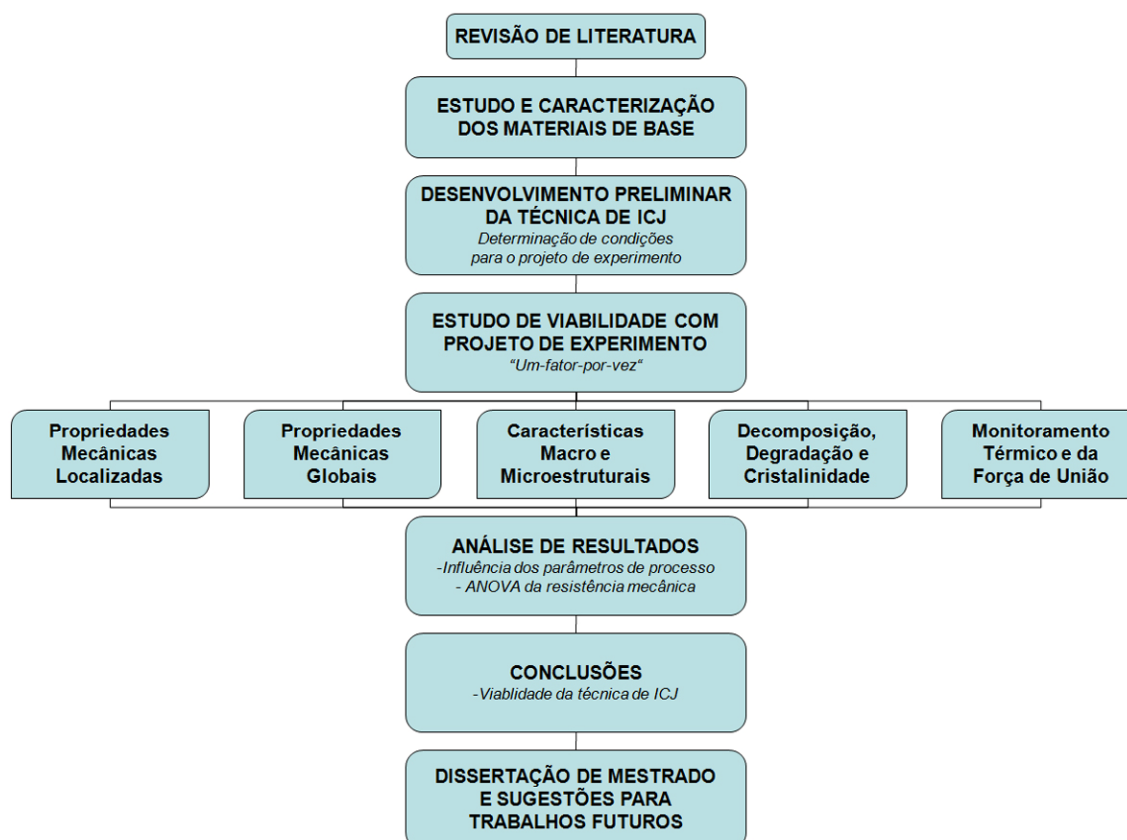


Figura 4.1 – Fluxograma resumindo as principais etapas do projeto de mestrado.

5. MATERIAIS E MÉTODOS

5.1. Materiais

Os materiais escolhidos para este estudo foram a poliamida 6,6 com 30% em peso de fibras de vidro (PA66/FV30%), e a liga de alumínio AA2024-T351. Estes materiais foram selecionados por se tratar do estudo de uma técnica destinada a estruturas de veículos de transporte, como automóveis e aviões, e estes materiais são tipicamente usados nestas aplicações. A PA66/FV30% usada foi o Ertalon 66-GF30, da Quadrant Plastics. Ela foi obtida em forma de placas extrudadas de 10 mm de espessura. A liga AA2024-T351 usada foi produzida pela Pechiney SA (atual Alcan Alumínio) e obtida em forma de chapas laminadas de 4 mm de espessura. A Tabela 5.1 mostra as propriedades da poliamida Ertalon 66-GF30. A Tabela 5.2 apresenta as propriedades típicas de uma liga AA2024-T351 conforme a ASM.

Tabela 5.1 – Características da poliamida Ertalon 66-GF30 [97].

Propriedade	Condição	Ertalon 66-GF30
<i>Densidade (g/cm³)</i>	---	1,29
<i>Limite de resistência à tração (MPa)</i>	+	100
	++	75
<i>Alongamento na ruptura (%)</i>	+	5
	++	12
<i>Módulo elástico (GPa)</i>	+	5,9
	++	3,2
<i>Dureza, Rockwell M</i>	+	76
<i>Carga em fluência 1000 h, para 1% de alongamento (MPa)</i>	+	26
	++	18
<i>Temperatura de deflexão térmica a 1,8 MPa (°C)</i>	+	150
<i>Condutividade térmica (W/m. °C)</i>	---	0,3
<i>Coefficiente de expansão térmica de 23 °C a 100 °C (µm/m-°C)</i>	---	60
	---	230-340

OBS: (+) se refere à amostra seca, e (++) à amostra condicionada a 23 °C e 50% UR.

Tabela 5.2 – Características da liga de alumínio 2024-T351 [44].

Propriedades Mecânicas		Propriedades Térmicas		Temperaturas de Processamento	
σ_{max} (MPa)	470	CET, linear de 20 a 100 °C ($\mu\text{m}/\text{m} \cdot ^\circ\text{C}$)	22,9	Temperatura de Recozimento (°C)	413
$\sigma_{0,2}$ (MPa)	325				
Alongamento (%)	20	Conductividade Térmica (W/m.K)	120	Temperatura para Tratamento Térmico (°C)	493
Dureza, Brinell B	120				

5.2. Métodos

5.2.1. Análise dos Materiais de Base

Tanto o PA66/30%FV quanto o AA2024-T351 passaram por análise microestrutural através de microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os materiais também foram testados mecanicamente em tração (de acordo com ASTM D638 [98] e ISO 6892 [99]) e através de microdureza (ASTM E384 [100]). O polímero também foi analisado por calorimetria diferencial exploratória (DSC) e análise termogravimétrica (TG), a fim de se estabelecer uma base para estudos de degradação termomecânica e fenomenologia do polímero durante o processo.

5.2.2. Geometria dos Materiais de Base para ICJ

Para o estudo de viabilidade da técnica, ambos os materiais foram usadas para as geometrias mostradas na Figura 5.1a. A placa polimérica tem um pino de 7 mm de altura e 9 mm de diâmetro no centro de sua geometria, que se encaixa no furo perfilado de 10 mm de diâmetro usinado na chapa metálica (Figura 5.1b). Amostras de juntas sobrepostas de geometrias similares foram produzidas para avaliar o desempenho mecânico das juntas através de ensaios de cisalhamento por tração (Figura 5.1c).

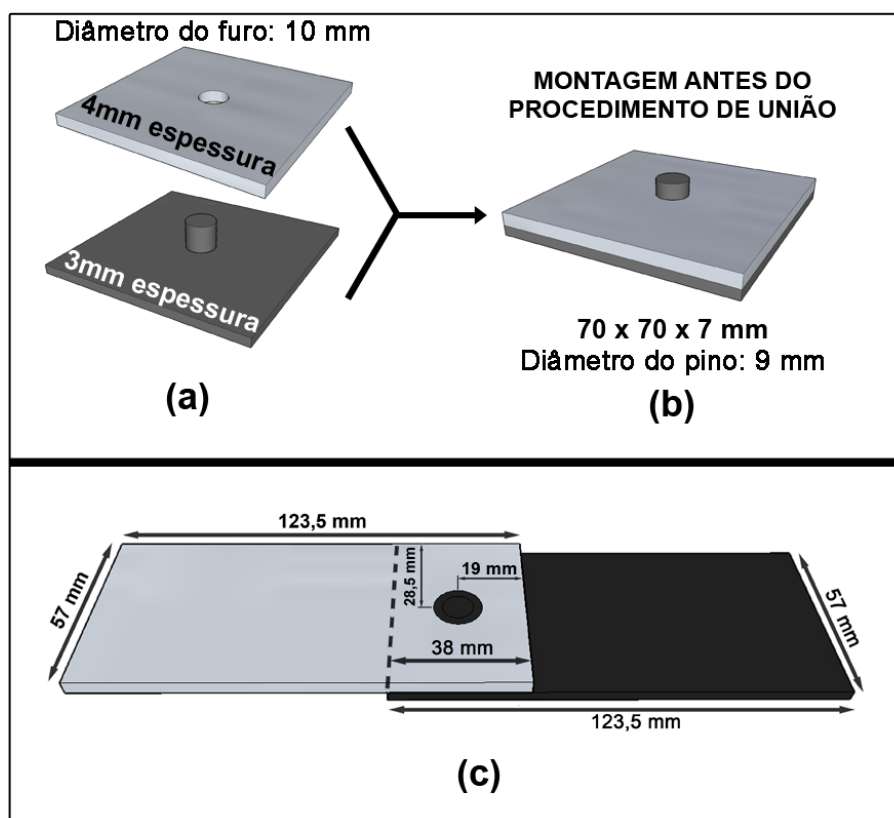


Figura 5.1 – Configuração das juntas pontuais de ICJ: a) peças separadas; b) peças posicionadas para união; e c) amostra de junta sobreposta para medição da resistência mecânica [96].

5.2.3. Montagem do Sistema de União

O sistema completo usado no trabalho foi composto de um protótipo construído no GKSS Forschungszentrum (Apêndice A), além de sistemas de monitoramento de temperatura (câmera infravermelha) e de força de reação (dinamômetro), e de uma prensa hidráulica para melhor controle da aplicação de carga. O esquema completo está descrito na Figura 5.2.

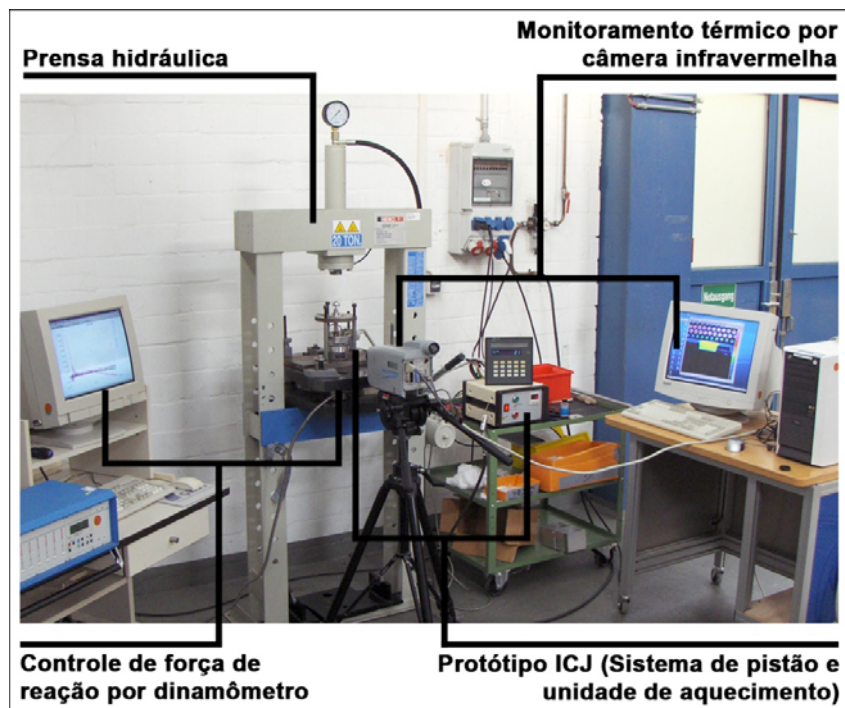


Figura 5.2 – Sistema completo de controle e monitoramento para união usado no trabalho.

O fluxograma mostrado na Figura 5.3 indica as funções de monitoramento e controle do processo.

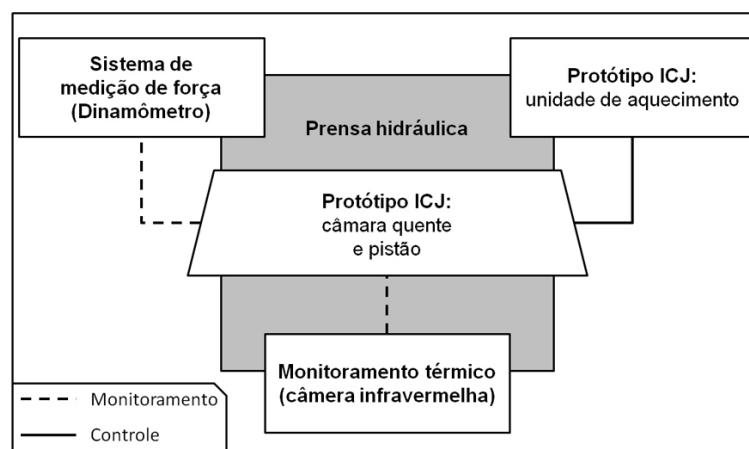


Figura 5.3 – Fluxograma de funções do sistema completo de ICJ.

5.2.4. Monitoramento do Processo

i. Histórico térmico

Durante o processo de união as variações de temperatura podem causar mudanças tanto nas ligas metálicas quanto no compósito polimérico. Uma câmera de medição térmica por radiação infravermelha Jenoptik VarioTHERM foi usada para monitorar as temperaturas durante o processamento. As temperaturas alcançadas irão mostrar como o processo pode afetar os materiais. Para o monitoramento, a câmera foi focada na câmara quente da máquina, como mostra o esquema da Figura 5.4a. A região focada pela câmera infravermelha é mostrada em um desenho esquemático na Figura 5.4b. Devido ao fato do sistema de união se tratar de um protótipo de fabricação própria, o processo de monitoramento térmico também serve para validar a configuração de temperatura da máquina.

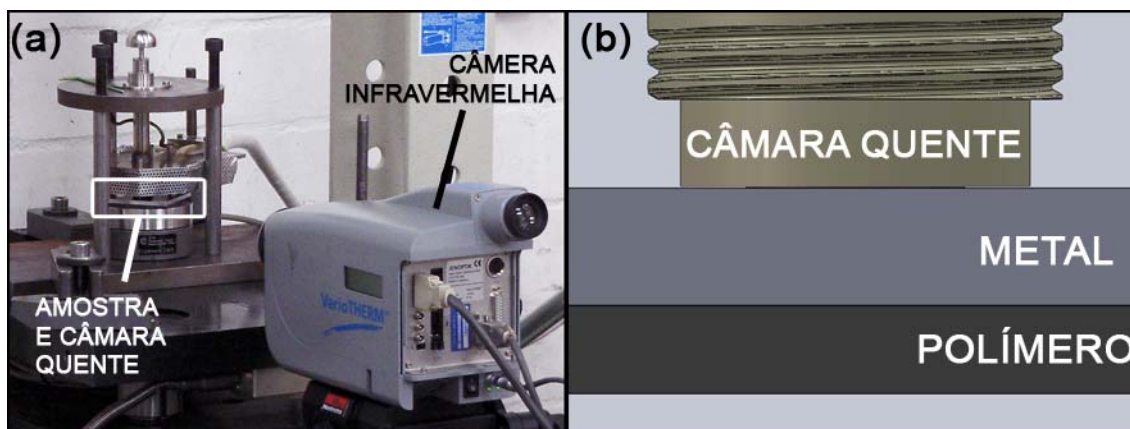


Figura 5.4 – Esquema de monitoramento térmico com câmera de medição térmica por radiação infravermelha: a) montagem do sistema, com a câmera focando na amostra e câmara quente; b) desenho esquemático da imagem obtida pela câmera.

ii. Força de reação

A fim de estudar a variação na força necessária para deformar o pino do componente polimérico, foi realizado um monitoramento desta força de reação necessária para a união. O protótipo para união por ICJ foi colocado sobre um sistema de medição de força (modelo número 9366AB, da Kistler Instrumenten AG), de modo que curvas de força em função do tempo eram registradas. Os dados foram tratados usando o *software* Dynoware (Kistler Instrumenten AG). Diferenças em viscosidade do polímero, variante com os parâmetros de processo escolhidos, podem ser avaliadas qualitativamente através deste monitoramento. A Figura 5.5a apresenta um desenho esquemático do sistema de medição da força de reação usado neste trabalho, e a Figura 5.5b mostra o sistema montado para medição junto do protótipo.

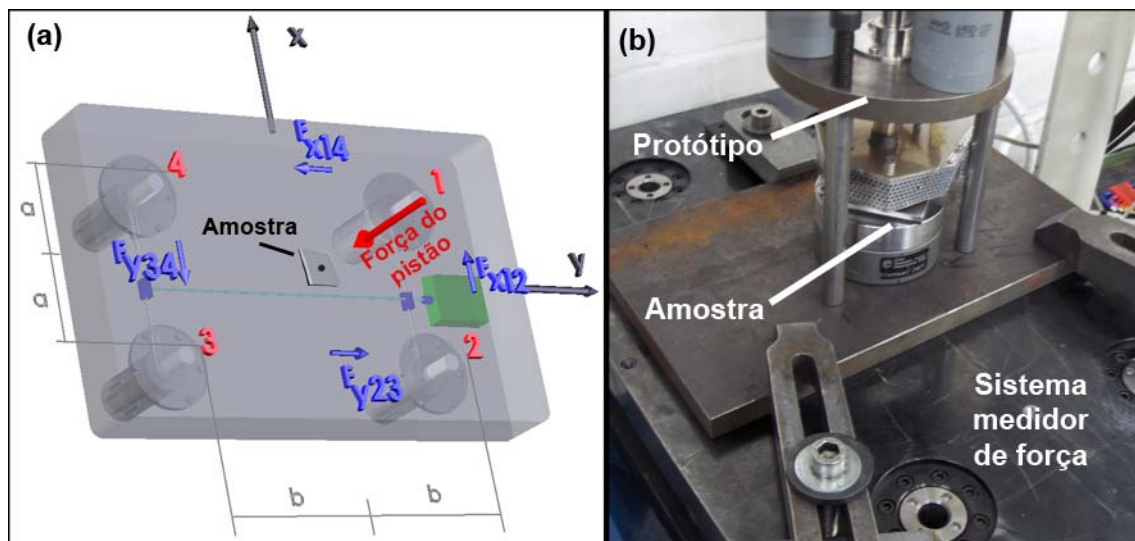


Figura 5.5 – Esquema de monitoramento da força de reação: a) esquema do sistema de medição de força, com a seta vermelha indicando a força exercida pelo pistão sobre o pino polimérico em um eixo Z; b) montagem do sistema juntamente com o protótipo.

5.2.5. Projeto de Experimento

Utilizando a técnica de ICJ, foram produzidas amostras seguindo um plano de experimento de “um fator por vez” (*one factor at a time*). Nesse tipo de projeto apenas um parâmetro de controle do processo é variado por vez, enquanto os outros são mantidos constantes [101]. Uma amostra otimizada com boa resistência mecânica foi escolhida como uma condição de referência, e a partir dos parâmetros de produção desta amostra (Ref), foram produzidas as outras juntas variando um parâmetro por vez. Os fatores de estudo no processo ICJ são *temperatura de processamento* (Temp), *tempo de aquecimento* (Time), *taxa de injeção* (Taxa Inj), *geometria da junta* (GeomR e GeomC) e *secagem do polímero* (60 °C e 120 °C). A Tabela 5.3 resume as amostras estudadas e as condições de processamento de cada uma.

Tabela 5.3 – Parâmetros de processo de cada condição de ensaio no projeto de experimento avaliado.

Parâmetros	Condições de Processamento							
	Ref	Temp	Time	Taxa Inj	GeomR	GeomC	60 °C	120 °C
Temperatura	300 °C	250 °C	300°C	300°C	300°C	300°C	300°C	300°C
Tempo	3 min	3 min	0.25 min	3 min	3 min	3 min	3 min	3 min
Taxa de inj.	Rápida	Rápida	Rápida	Lenta	Rápida	Rápida	Rápida	Rápida
Geometria junta	Rosca+Chanfro	Rosca+Chanfro	Rosca+Chanfro	Rosca+Chanfro	Rosca	Chanfro	Rosca+Chanfro	Rosca+Chanfro
Secagem	s/ secagem	s/ secagem	s/ secagem	s/ secagem	s/ secagem	s/ secagem	24h a 60 °C	24h a 120 °C

Em cada condição foi produzida uma junta para análises visual, microestrutural, térmica e de microdureza. As observações de cada uma destas técnicas foram correlacionadas com as variações induzidas na junta pela mudança dos parâmetros de processo em relação à amostra de referência. Também foram produzidas pelo menos três juntas em cada condição com geometria adequada para ensaios de cisalhamento por tração. Adicionalmente, um estudo de análise de variância (ANOVA) [101] foi feito para identificar os parâmetros que tem influência significativa na resistência mecânica da junta neste ensaio. Estas análises foram usadas como auxílio na determinação de parâmetros de processo ótimos.

5.2.6. Caracterização Microestrutural

i. Microscopia ótica e Microscopia Eletrônica de Varredura

Para se obter uma visão geral da qualidade das juntas e entender como os parâmetros de controle estão agindo sobre os materiais, é preciso analisar a microestrutura das juntas. Um microscópio óptico (Leica Q550IW) foi usado para obter imagens de microscopia óptica por luz refletida. Um microscópio eletrônico de varredura (Philips XL30-FEG) foi usado para obter imagens via elétrons secundários e fazer análises químicas por EDS (espectroscopia de energia dispersiva por raios-X) das juntas [102].

Amostras unidas e materiais de base foram cortados na seção transversal com uma serra de diamante de baixa velocidade, para minimizar os danos no material polimérico. Após lixamento e polimento, as amostras foram analisadas nos microscópios para identificar suas características, como preenchimento das cavidades, presença de poros e zonas microestruturais. Macrografias foram produzidas para uma visão ampla das juntas. Estas etapas de observação ajudam a determinar quais parâmetros proporcionam melhor aspecto estético, preenchimento das cavidades e presença de defeitos.

ii. Microtomografia computadorizada por raios-X em síncrotron (μ CT)

Esta técnica avançada de caracterização de materiais já se provou útil em vários âmbitos da engenharia [103] inclusive em técnicas híbridas de união [78; 104]. Ela usa um feixe de elétrons de alta energia e resolução para criar sucessivas seções transversais de um objeto, criando um arquivo digital destas camadas. Através do software myVGL 2.0 (Volume Graphics GmbH) é possível usar o arquivo digital para obter uma visão virtual tridimensional do objeto, sem destruí-lo. A radiação é capaz de detectar materiais diferentes pela sua densidade e, portanto é possível diferenciá-los em tonalidade na imagem, obtendo informações sobre as características interiores da junta em escala micro, como presença de defeitos e preenchimento das cavidades. O aparato usado encontra-se no laboratório HARWI-2, HASYLAB-DESY, Hamburgo e foi

descrito em [80]. O esquema de funcionamento do equipamento é apresentado na Figura 5.6a, enquanto a Figura 5.6b mostra um esquema de uma junta renderizada para a análise volumétrica qualitativa.

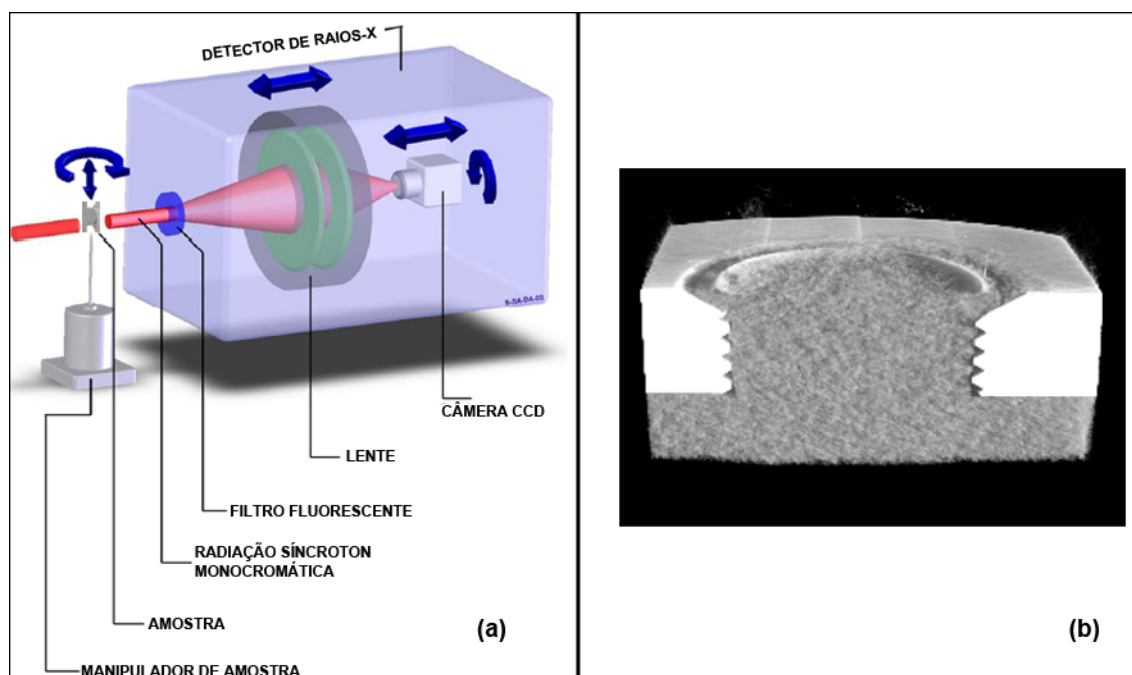


Figura 5.6 – a) Sistema de microtomografia computadorizada usada no trabalho (HARWI-2, HASYLAB-DESY, Hamburgo). Adaptado de [80]; b) volume de estudo de uma junta ICJ.

5.2.7. Propriedades Mecânicas Localizadas

Para caracterização mecânica localizada, as seções transversais das juntas e os materiais de base passaram por ensaios de microdureza em um microdurômetro Vickers (Zwick/Roell ZHV). Para ambos foram traçados perfis com indentações a cada 0,5 mm, usando carga de 0,05 kgf por 15 segundos em cada ponto. Tal abordagem visa à geração de indentações simétricas, aonde a componente elástica do polímero viscoelástico que geraria uma indentação deformada é eliminada, dando tempo do material em torno do indentedor de deformar plasticamente [105]. A distância usada de 0,5 mm entre indentações é maior que 2,5 vezes a diagonal impressa, como recomendado

pela norma ASTM E384 [100]. Os perfis de microdureza podem ser utilizados para identificar variações nas propriedades das zonas alteradas termomecanicamente em relação aos materiais de base. Usando um microdurômetro ultrassônico UT100, um gráfico de contorno de uma amostra de boa aparência foi produzido para melhor visualização do comportamento das juntas. Essa etapa tem como objetivo identificar alterações localizadas nos materiais após o processamento, e tentar definir a extensão das zonas térmicas características do processo. A Figura 5.7 mostra um esquema do esquema de medição de microdureza para o metal e o compósito.

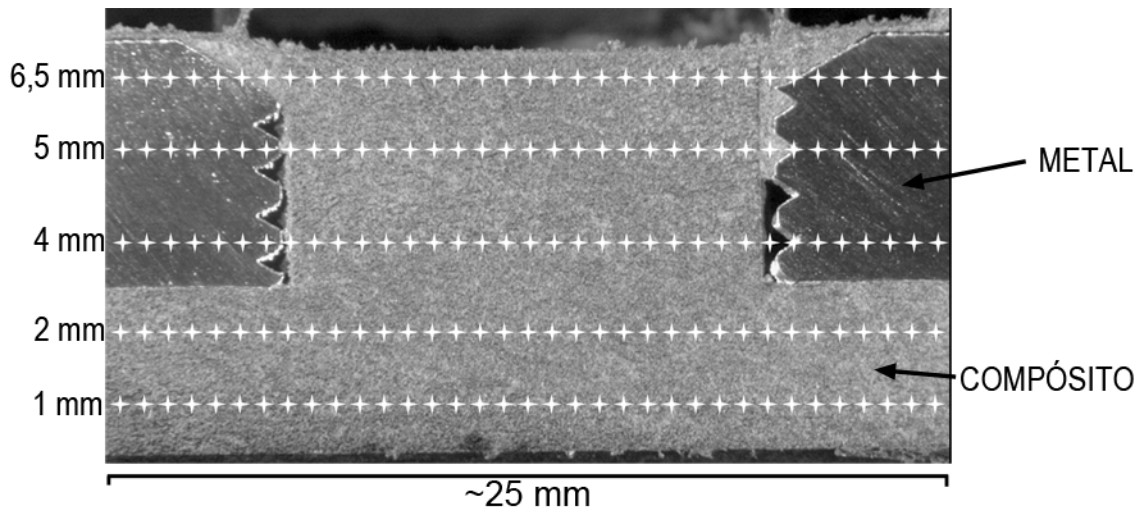


Figura 5.7 – Esquema de medição de microdureza dos materiais. Os perfis foram traçados nas marcações indicadas, com distância entre indentações de 0,5 mm.

5.2.8. Propriedades Mecânicas Globais e Análise Fractográfica

i. Cisalhamento por tração de juntas sobrepostas

O processo ICJ produz juntas pontuais de placas sobrepostas, portanto para testar suas propriedades mecânicas estáticas um ensaio de cisalhamento por tração baseado na norma ASTM D5961 [106] foi realizado com velocidades da travessa de 2 mm/min à temperatura ambiente. Este ensaio mede a tensão de

apoio entre as superfícies da chapa metálica e do rebite polimérico criado. A deformação nas juntas foi medida através da mudança em comprimento em respeito ao comprimento inicial usando um extensômetro mecânico. A geometria das amostras para este ensaio foi introduzida na Figura 5.1c (capítulo 5.1).

ii. Avaliação *in situ* do estado de deformação de juntas sobrepostas testadas mecanicamente

Através do sistema Aramis[®] (GOM mbH) a distribuição de deformações nas juntas foi monitorada durante os ensaios de cisalhamento por tração. Neste sistema, as placas (Figura 5.8a) são pintadas com um *spray* branco, e uma camada fina de tinta preta é borrifada sobre este fundo branco de modo a gerar um padrão de pontos escuros sobre um plano de fundo claro (Figura 5.8b). O software Aramis[®] consegue então durante o ensaio calcular níveis de deformação através do movimento relativo destes pontos em relação a um sistema de coordenadas virtual X-Y. Essa tarefa é efetuada por imagens obtidas pelas câmeras, como na Figura 5.8c. A Figura 5.8d mostra um exemplo de como a distribuição de deformação é medida. Com este método tentou-se evidenciar o comportamento mecânico das juntas quando solicitadas em cisalhamento por tração.

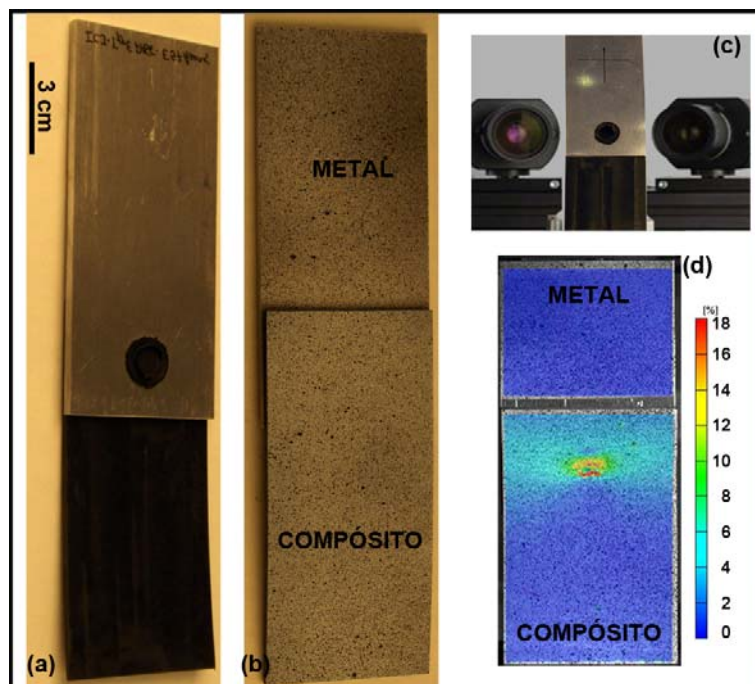


Figura 5.8 – a) Junta ICJ sobreposta para ensaio de cisalhamento por tração; b) parte posterior da junta, já com a pintura necessária para o Aramis®; c) câmeras do equipamento focando na parte posterior da junta; d) exemplo de imagem obtida, com os níveis de deformação em escala com diferentes cores.

iii. Análise fractográfica

Esta etapa permite melhor compreensão das relações entre propriedades dos materiais, presença de falhas e mecanismos de propagação da trinca. As amostras foram fotografadas para visão geral das fraturas, e os detalhes observados por microscopia eletrônica de varredura.

5.2.9. Mudanças Físico-químicas no Compósito Processado: Decomposição, Degradação e Cristalinidade

Como o processo se vale de aplicação de força para deformação e de transmissão de calor para o polímero, é necessário avaliar as condições do material polimérico após o processamento. Através de variações nas

temperaturas de transição do PA66/30%FV procurou-se estudar uma possível degradação termomecânica durante o processo.

Através das curvas de DSC foram estudadas as temperaturas de transição, as energias necessárias para fusão cristalina durante o aquecimento, e cristalização durante o resfriamento. O programa de ensaio é descrito na Tabela 5.4. Os ensaios foram realizados em amostras de aproximadamente 10 mg extraídas com um bisturi da porção superior do rebite consolidado (ver esquema na Figura 5.9). A região foi escolhida por ser a mais intensamente afetada pelo processo de união. Foi usada uma máquina DSC Q100 da TA Instruments, em atmosfera de nitrogênio (50 mL/min) conforme recomendado na literatura [107].

Tabela 5.4 – Sequência usada nos ensaios de DSC.

	Programa	Investigação
<i>Etapa 1</i>	Equilíbrio a 30 °C	
<i>Etapa 2</i>	Rampa de 20 °C/min até 320 °C	Fusão cristalina
<i>Etapa 3</i>	Rampa de 20 °C/min até 30 °C	Cristalização
<i>Etapa 4</i>	Rampa de 20 °C/min até 320 °C	Rampa com histórico térmico eliminado

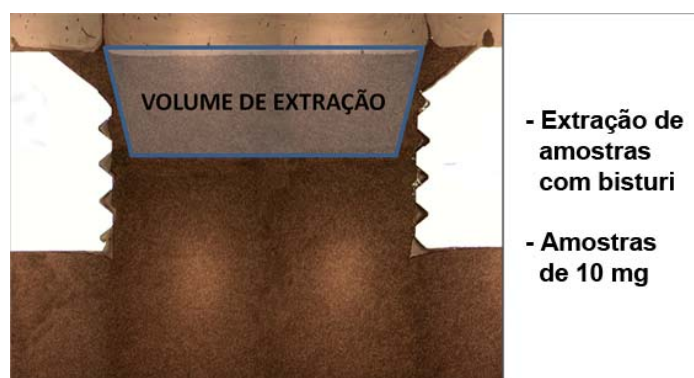


Figura 5.9 – Esquema de extração de amostras para as análises térmicas. O volume de estudo é a zona superior do pino, mais afetada pelo processo de união.

Nos ensaios de TG foi estudada a faixa de temperatura na qual há decomposição da poliamida 6,6. As temperaturas de início, final e picos de decomposição foram obtidas através da curva de termogravimetria e sua derivada (DTG), e comparadas com o material de base para evidenciar possíveis fenômenos que tenham ocorrido com as cadeias poliméricas. Os ensaios foram feitos em uma máquina TG Q50 da TA Instruments, usando atmosfera de nitrogênio (60 mL/min), amostras de aproximadamente 10 mg, e taxa de aquecimento de 20 °C/min até estabilização da massa, como recomendado na literatura [107].

6. RESULTADOS E DISCUSSÃO

6.1. Análise dos Materiais de Base

6.1.1. Microestrutura

Os materiais de base foram caracterizados em termos de sua microestrutura, propriedades mecânicas localizadas e globais, e análises térmicas no compósito. A Figura 6.1a mostra a placa do compósito após o processo de usinagem, com o pino em destaque, e na Figura 6.1b a macrografia do pino. A Figura 6.1c mostra o aspecto da microestrutura do material.

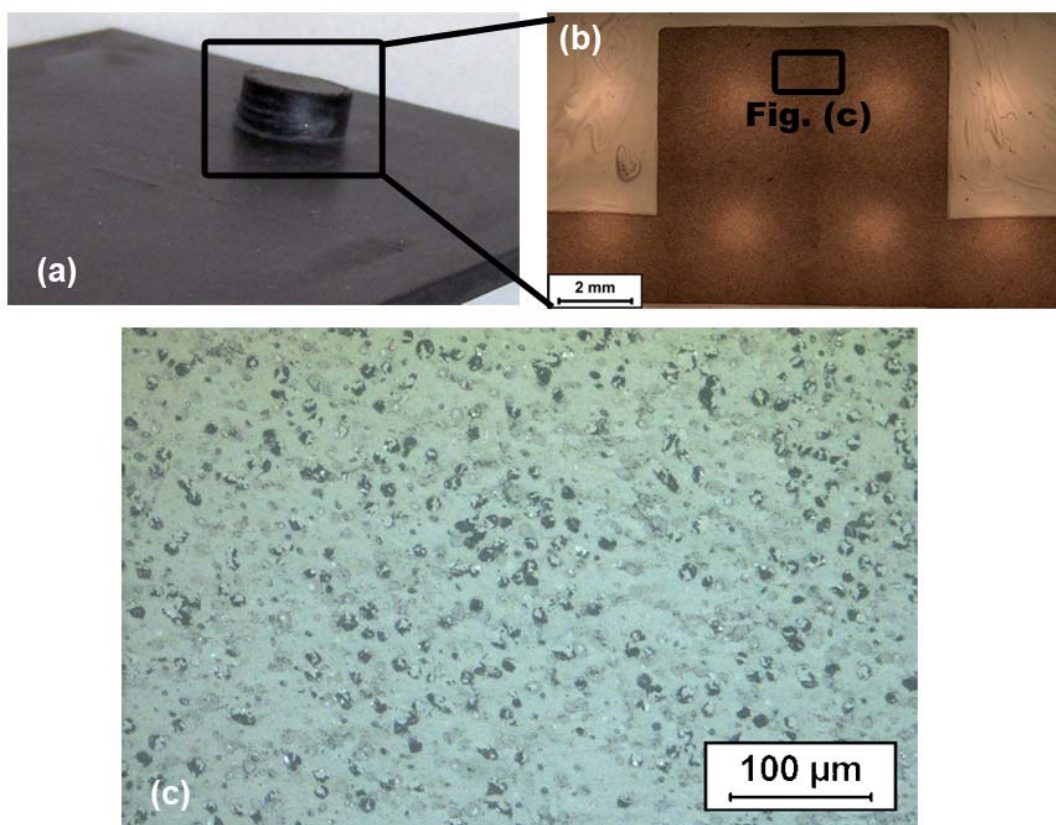


Figura 6.1 – a) peça de PA66/FV30% após usinagem; b) macrografia do pino; c) microestrutura do material, em vista transversal à extrusão.

Através de observações por microscopia ótica e eletrônica de varredura foi constatado que há uma segunda fase polimérica dispersa na matriz de poliamida 6,6. A Figura 6.2a mostra uma foto do material com as setas pretas indicando fibras de vidro, ocasionalmente quebradas durante o processo de lixamento/polimento, e setas brancas mostrando essa segunda fase, um pouco mais escura nas fotos que a matriz. A Figura 6.2b mostra o comportamento dela após o processamento via ICJ, evidenciando que ela se deformou como a matriz de poliamida, se alongando conforme pressionada. A Figura 6.2c mostra em uma amostra fraturada da PA66/FV30% essa segunda fase como tendo formato esférico, e em grande fração do material. Além disso, ela parece não ter bom acoplamento com a matriz, como mostrado na Figura 6.2d. Nas observações feitas as partículas esféricas se soltaram da matriz deixando marcas de baixo relevo. As setas brancas indicam os sítios onde haviam antes partículas que se desacoplaram. Análises químicas por espectroscopia de dispersão de energia por raios-X (EDS) não foram capazes de determinar a composição desta segunda fase (ver Apêndice B). As leituras captadas indicaram apenas carbono em sua composição, o que pode ser um indicativo de um composto termoplástico ou elastomérico para tenacificação da matriz do compósito.

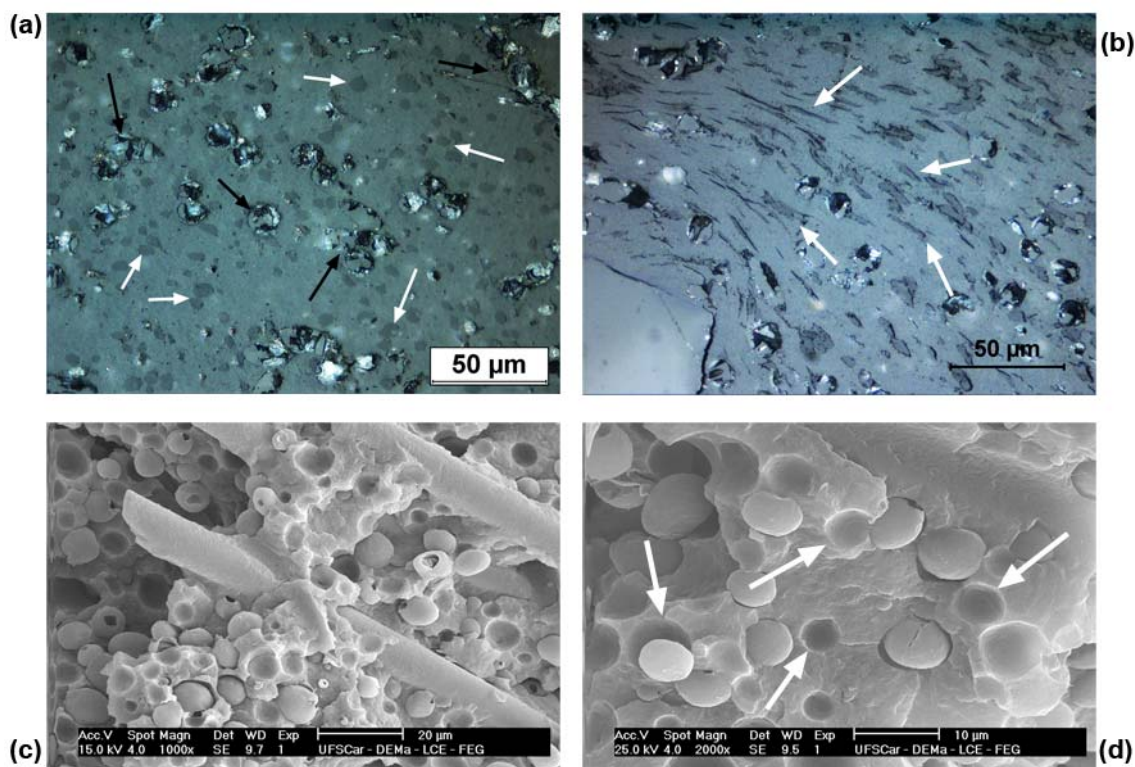


Figura 6.2 – Observações sobre possível segunda fase na PA66/FV30%: a) material de base indicando a segunda fase (setas brancas) e fibras de vidro (setas pretas); b) material processado via ICJ mostrando comportamento das partículas similar ao da matriz deformada PA66; c) Partículas da segunda fase do material em uma amostra fraturada em torno de uma fibras de vidro; d) desacoplamento das partículas em relação à matriz.

Poliâmidas podem formar blendas comerciais com elastômeros visando a tenacificação do polímero [108; 109]. Alguns materiais usados comumente são a borracha de etileno-propileno-monômero dieno (EPDM) e a borracha termoplástica estireno-etileno-butileno-estireno (SEBS). Na literatura foi evidenciado que além de tenacificar a matriz, ela melhora a estabilidade térmica do sistema [110].

As chapas de AA2024-T351 foram usinadas com uma cavidade própria para a união por ICJ. Na Figura 6.3a é mostrada uma placa já com a cavidade usinada. A Figura 6.3b mostra a microestrutura da liga. Para efeito de estudo

do processo foram idealizados três tipos de cavidades a serem usinados na chapa metálica: rosca com chanfro (Figura 6.3c), apenas chanfro (Figura 6.3d), e apenas rosca (Figura 6.3e). A microestrutura observada é característica de uma chapa laminada, com granulação mais fina na superfície e mais grosseira na região central, com grãos alongados no sentido da laminação.

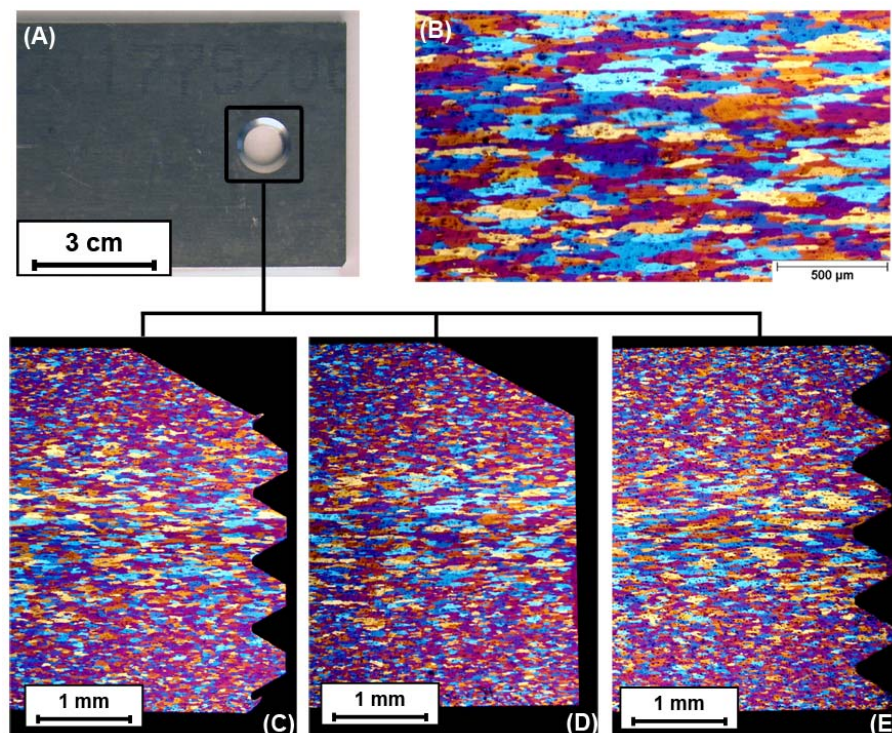


Figura 6.3 – a) Chapa laminada de AA2024-T351 com uma cavidade usinada; b) microestrutura do material; c) cavidade com rosca e chanfro; d) cavidade apenas com chanfro; e) cavidade apenas com rosca.

6.1.2. Propriedades Térmicas

Curvas de termogravimetria (TG) e de calorimetria exploratória diferencial (DSC) da PA66/FV30% são apresentadas na Figura 6.4. A análise termogravimétrica (Figura 6.4a) revelou a faixa de temperatura de decomposição do material, como se iniciando a aproximadamente 370 °C e

terminando em torno de 500 °C, valores similares aos observados por [11; 12; 14]. O resíduo encontrado esteve muito próximo do valor nominal em peso de fibras de vidro (30%). Este valor de resíduo indica apenas o reforço de fibra de vidro ao final do ensaio, reforçando a hipótese de que a segunda fase observada seja um material polimérico para tenacificação da matriz polimérica.

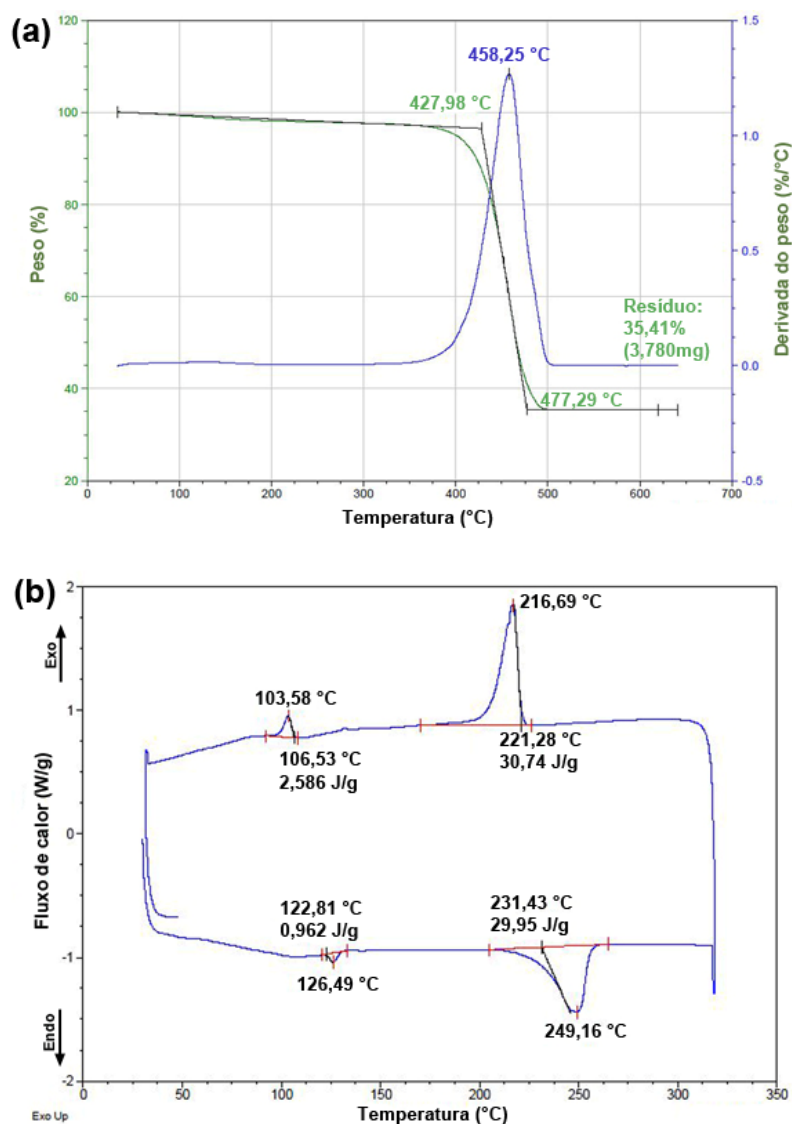


Figura 6.4 – Caracterização térmica da PA66/FV30%: a) curva obtida em análise termogravimétrica; b) curva obtida por calorimetria diferencial exploratória.

O termograma de DSC (Figura 6.4b) mostra quatro picos característicos. O pico endotérmico a aproximadamente 249,16 °C corresponde à fusão cristalina do material, e o pico exotérmico a 216,69 °C é ligado à cristalização do polímero durante o resfriamento. Na literatura, a cristalização de poliamidas 6,6 ocorre entre 228 °C e 236 °C [111-114]. A faixa de fusão normalmente tem dois picos, e vai de 250 °C a 260 °C [114]. Este *grade* de poliamida 6,6 possui, portanto, características térmicas diferentes de outras poliamidas comumente usadas, mesmo porque tem a presença de outra fase desconhecida que pode influenciar em suas propriedades térmicas. Os picos menores observados no aquecimento a 126,49 °C, e no resfriamento a 103,58 °C não são usuais de poliamidas 6,6 e não foi encontrada nenhuma informação na literatura sobre reações que ocorram nestas temperaturas. Em um segundo aquecimento do material, os dois picos endotérmicos permanecerem presentes aproximadamente nas mesmas temperaturas e com os mesmos valores de energia. Estes picos estão relacionados com a segunda fase polimérica, indicando que este componente possa sofrer cristalização no resfriamento.

Ela possui uma faixa de decomposição compatível com a da PA66, o que explicaria a ausência de uma queda adicional nas curvas de TG. Porém, como este não é um trabalho de estudo do material de base, que é um *grade* comercial, este assunto não faz parte do escopo e não será tratado a fundo, tendo sido citado apenas pela característica peculiar da morfologia do material.

6.1.3. Propriedades Mecânicas

A resistência mecânica local dos materiais foi determinada usando ensaios de microdureza, de acordo com o esquema de medição da Figura 5.7. Os valores médios de todas as indentações obtidos para os materiais de base em HV 0,05 para a PA66/FV30% foram de $14 \pm 4,6$ HV e para a liga de alumínio de $136 \pm 7,2$ HV. Os valores de dureza da AA2024-T351 estão de acordo com o da literatura (de 127 a 137 HV [44; 115]). Para a poliamida, raramente microdureza Vickers é usada, sendo mais comum o uso de durezas Rockwell e

Shore. Como não há conversão direta entre estes métodos, não é possível estabelecer se os valores estão dentro do esperado.

Os materiais foram submetidos a ensaios de tração para determinar sua resistência mecânica global. Trata-se de dois materiais com propriedades mecânicas muito diferentes. O valor médio de tensão máxima para a PA66/FV30% foi de $58 \pm 1,2$ MPa (no sentido da extrusão), e para a AA2024-T351 foi de 478 ± 1 MPa (no sentido transversal à laminação). Os valores médios de alongamento na ruptura foram de $3 \pm 0,1$ % para a PA66/FV30% e de 19 ± 2 % para a AA2024-T351. Para a poliamida os valores se encontram diferentes do esperado ($\sigma = 75$ MPa e $\varepsilon = 12$ %, para amostras não secas, condicionadas a 23 °C e 50% UR [97]), provavelmente devido a uma maior absorção de umidade, ou efeitos de envelhecimento devido a longos tempos de prateleira. Já a liga de alumínio encontrou valores próximos aos apresentados na literatura ($\sigma = 470$ MPa e $\varepsilon = 20$ % [44]). A Figura 6.5 apresenta um gráfico com as curvas de tensão em função da deformação obtidas da média de cinco corpos de prova ensaiados para a liga AA2024-T351 e para a PA66/FV30%.

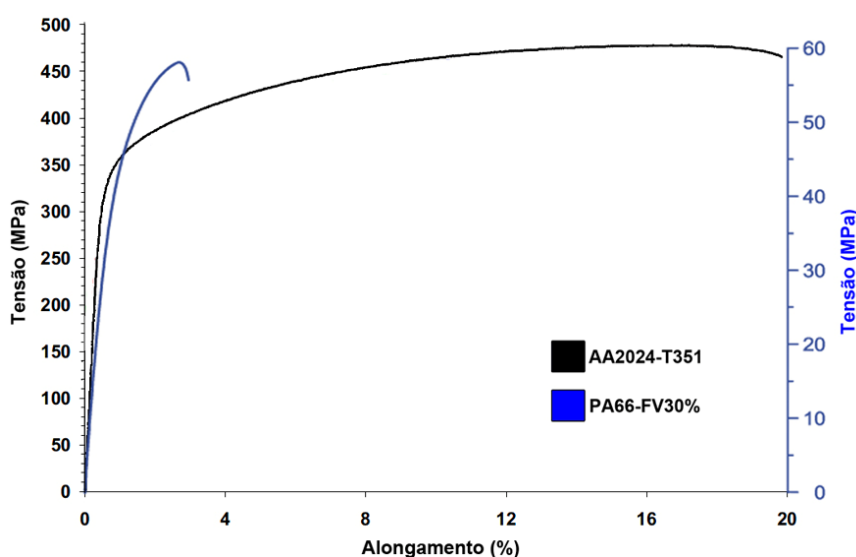


Figura 6.5 – Curvas médias de tensão em função do alongamento para os materiais de base (média de cinco corpos de prova testados).

6.2. Estudo de Viabilidade do ICJ com AA2024-T351 e PA66/FV30%

Os resultados de cada um dos métodos descritos foram avaliados de acordo com o projeto de experimento descrito no capítulo 5.2.5. A Figura 6.6 mostra o aspecto visual da superfície de uma junta produzida para cada condição de processamento avaliada.

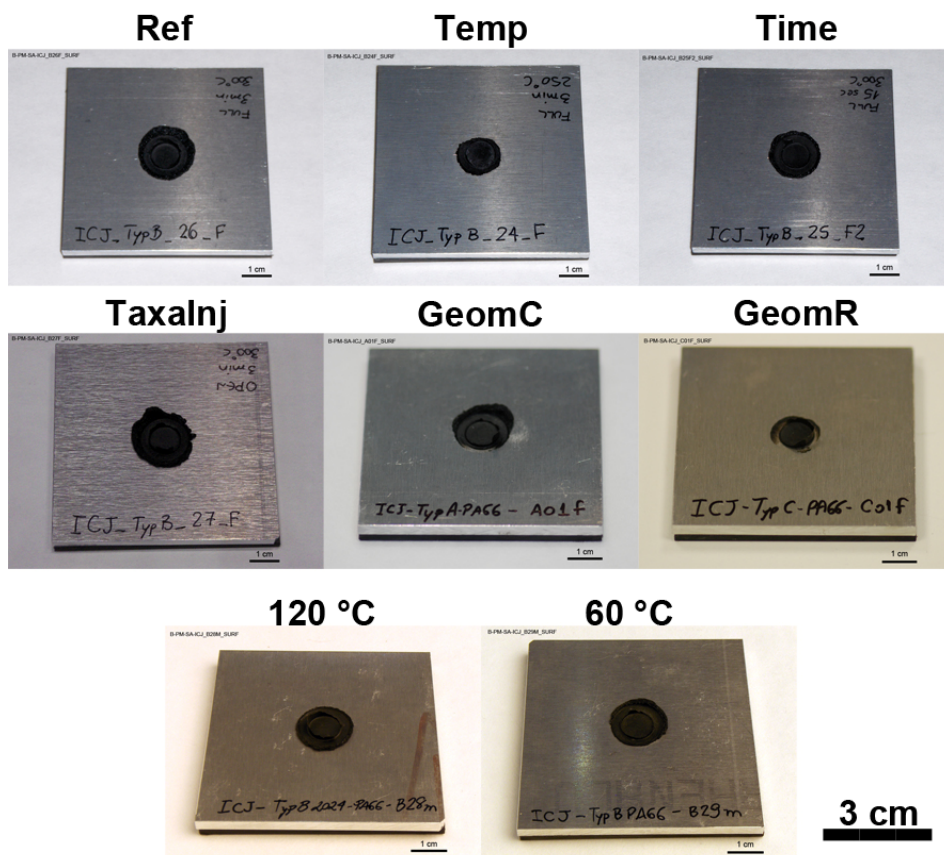


Figura 6.6 – Aspecto visual da superfície de juntas entre AA2024-T351 e PA66/FV30%, produzidas por ICJ. As condições de processamento são a de referência “Ref”, a de estudo da temperatura de processamento “Temp”, do tempo de aquecimento “Time”, da taxa de injeção “Taxalnj”, da geometria de cavidades “GeomC” e “GeomR”, e da secagem da poliamida “120 °C” e “60 °C”.

6.2.1. Monitoramento Térmico

O processo de união foi monitorado por uma câmera de radiação por infravermelho, a fim de validar a temperatura configurada no protótipo de união. Para cada junta criada a união foi monitorada por 8 segundos durante o tempo de aquecimento.

A Figura 6.7 exemplifica como é feita a medida, e um exemplo de monitoramento de um ciclo completo de união, para uma amostra com 15 segundos de tempo de aquecimento. Na Figura 6.7a, o desenho demonstra a região onde a câmera infravermelha é focada, com destaque para a câmara quente. A Figura 6.7b mostra a imagem gerada pela câmera, medições de temperatura, e uma linha de medição (“L02”) para a curva da Figura 6.7c. A Figura 6.7c apresenta o gráfico gerado pela linha “L02” para um ciclo completo, com as temperaturas máxima, mínima e média medidas nesta linha.

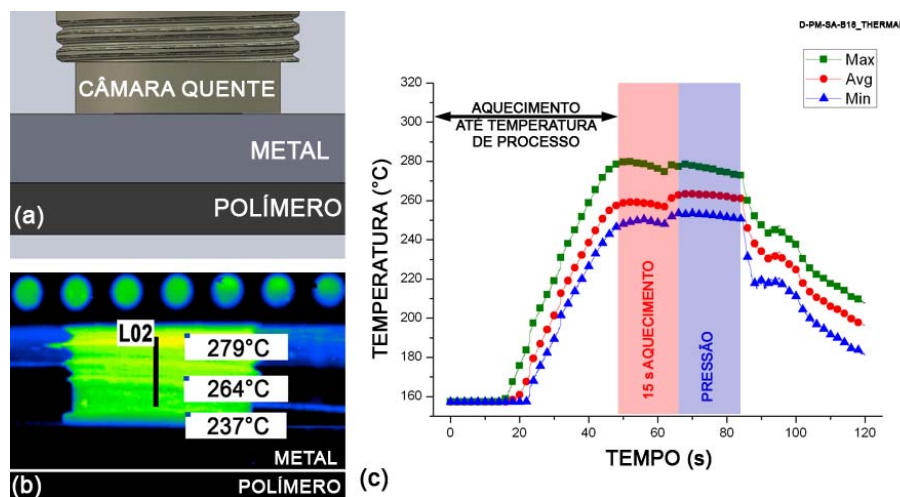


Figura 6.7 – Monitoramento térmico do processo. Adaptado de [96].

O gráfico na Figura 6.7c mostra o ciclo completo de união. Há um estágio de aquecimento da máquina até a temperatura de processamento. Ao atingir esta temperatura, marca-se o tempo de aquecimento designado (faixa vermelha; 15

segundos neste caso) e aplica-se a pressão (faixa azul). Depois há o resfriamento do sistema sob pressão (queda de temperatura no gráfico).

O ciclo de temperatura observado indica que pode haver fusão parcial do polímero durante o processamento, já que as temperaturas reais medidas são acima da temperatura de fusão cristalina da PA6,6 (~ 250 °C, em Figura 6.4b). Através de curvas obtidas por termogravimetria (Figura 6.4a), foi identificada uma faixa de decomposição para a PA6,6. As temperaturas em que este fenômeno toma início são de 370-400 °C. A caracterização térmica do material após o processo será discutida no capítulo 6.2.7.

A Figura 6.8 apresenta exemplos de resultados descrevendo gráficos de monitoramento para duas temperaturas, que confirmam a temperatura de configuração da máquina. Nos gráficos são mostradas as leituras das temperaturas observadas na câmara quente (descrição na Figura 5.4, capítulo 5.2.4), registradas em três curvas correspondentes ao máximo, mínimo e média de temperaturas.

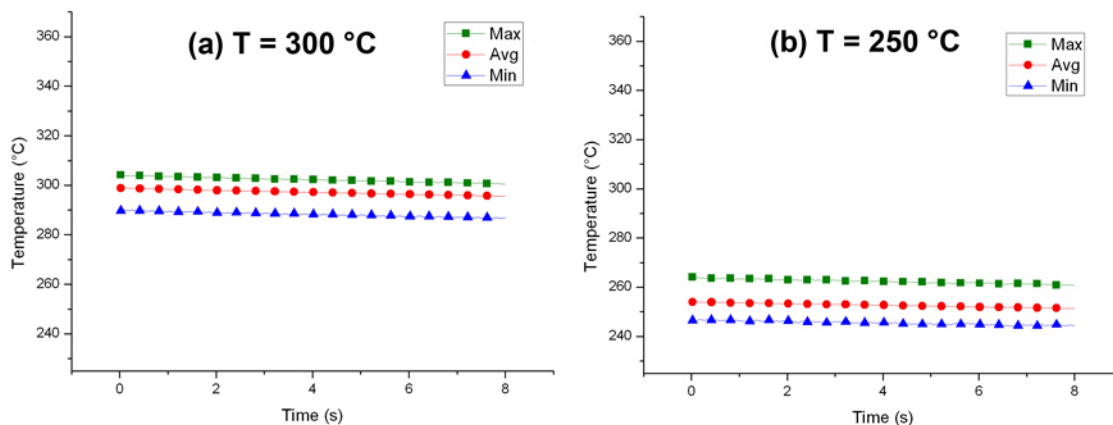


Figura 6.8 – Validação da temperatura de configuração do protótipo: a) amostra configurada para 300 °C; e b) amostra configurada para 250 °C. Os gráficos mostram a temperatura mínima (Min), máxima (Max) e média (Avg) detectadas pela câmera.

Como discutido, as juntas da figura anterior foram processadas a 250 °C e 300°C. A liga AA2024 com tratamento térmico T351 pode sofrer transformações de fases nestas temperaturas, como mostrado na Figura 6.9.

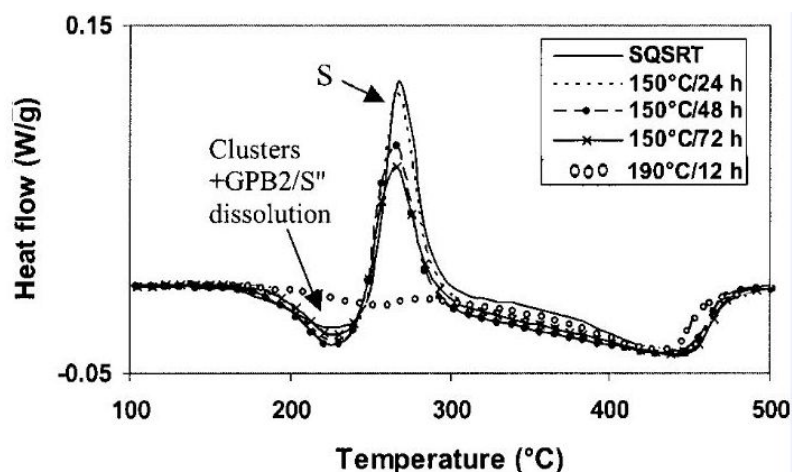


Figura 6.9 – Curvas de DSC de ligas AA2024 na região das temperaturas de processamento do ICJ. O gráfico adaptado de [48] mostra curvas para diferentes envelhecimentos. A curva sólida é do material com o tratamento T351.

A microestrutura da liga é uma matriz α com zonas GPB. Curvas de DSC de ligas de alumínio T351 mostram que na faixa de 100-230 °C há dissolução das zonas GPB, e na faixa de 230-320 °C há precipitação de fase S (Al_2MgCu), com um pico em 270 °C [46; 47; 116]. Portanto pelo menos uma região próxima à câmara quente poderia sofrer tais transformações tendo variações de propriedades na região. Neste volume em que há possível evolução e crescimento de fase S em equilíbrio – a qual é incoerente com a matriz – deveria ocorrer uma menor resistência mecânica, já que as zonas GPB originais coerentes com a matriz são solubilizadas. A presença da fase S incoerente ao invés das zonas GPB prejudica as propriedades mecânicas localizadas.

6.2.2. Monitoramento da Força de Reação

Com a ajuda de uma mesa de medição de força equipada com dinamômetros (ver Figura 5.5, capítulo 5.2.4), a força reativa do pino polimérico foi medida. Essa força diz respeito à resistência que o pino exerce contra a deformação imposta pelo pino, e é diretamente relacionada à viscosidade do compósito no momento da união. Um exemplo de um gráfico de medição de força em função do tempo é apresentado na Figura 6.10. A curva plotada é uma média das curvas obtidas para cada réplica dos corpos de prova de cisalhamento por tração da condição "Ref". A obtenção do valor de força máxima é feita através do pico do gráfico, detectado com a assistência do *software* OriginPro 8 (OriginLab). As curvas médias de força de reação para todas as condições do projeto de experimento são apresentadas no Apêndice C.

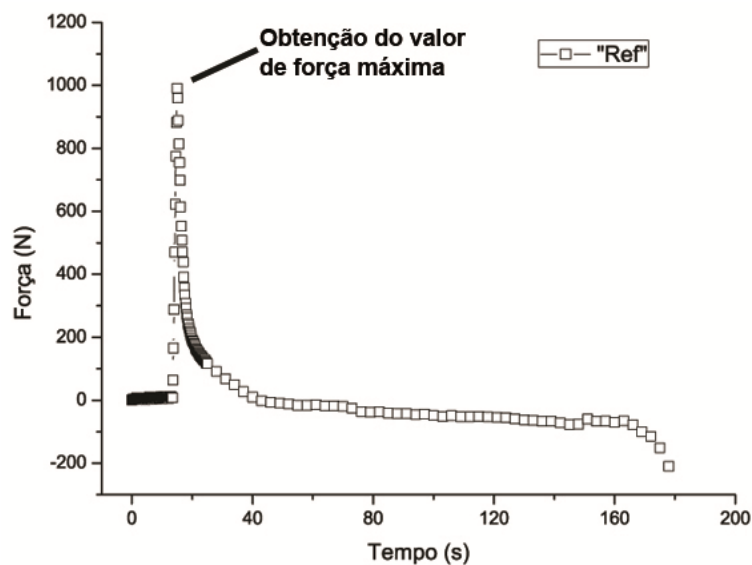


Figura 6.10 – Exemplo de monitoramento da força de reação durante o processo, destacando o ponto máximo da curva.

Os valores de força de reação ajudam na interpretação de como os parâmetros de processo afetaram a viscosidade do compósito polimérico e, portanto, sua

capacidade de fluir para dentro das cavidades. Um maior valor de força de reação indica um estado de menor fluidez do compósito fundido (maior viscosidade), portando menos polímero fundido fluindo para a cavidade, e vice-versa. Sabe-se que maiores fornecimentos de calor – maior temperatura ou maior tempo de processamento – diminuem a viscosidade do polímero fundido. A viscosidade do fundido também é dependente da taxa de cisalhamento aplicada, sendo que maiores taxas de cisalhamento induzem diminuição da viscosidade do fundido [117]. Sendo assim, menores taxas de injeção no ICJ, resultam em maiores viscosidades do fundido. Os aspectos geométricos variáveis do furo passante – apenas rosca ou apenas chanfro ou ambos – facilitam ou dificultam o movimento do polímero, atuando assim na força de reação. A eliminação de água por secagem cria volumes livres na matriz piorando sua integridade estrutural e facilitando o fluxo de material. Além disso, a exposição prolongada a altas temperaturas pode causar degradação hidrolítica, reduzindo a massa molar do compósito, e, portanto, sua viscosidade. A Tabela 6.1 resume as observações anotadas para o monitoramento do valor média da força de reação máxima das amostras, usando a amostra “Ref” como base.

Tabela 6.1 – Monitoramento dos valores médios de forças de reação durante o processo em comparação com a amostra “Ref”.

Condição	Varição de parâmetros	Efeito sobre a fluidez no processo	Força de reação (N)	Varição na força de reação
<i>Ref</i>	---	---	991 ± 354	---
<i>Temp</i>	↓ Temperatura	Diminui	5076 ± 125	↑
<i>Time</i>	↓ Tempo	Diminui	957 ± 158	↓
<i>Taxalnj</i>	↓ Taxa de injeção	Diminui	1087 ± 49	↑
<i>GeomC</i>	↓ Impedimento	Facilita	602 ± 353	↓
<i>GeomR</i>	↑ Impedimento	Dificulta	1038 ± 137	↑
60 °C	↓ Comprimento de cadeia	Aumenta	568 ± 141	↓
120 °C	↓ Comprimento de cadeia	Aumenta	568 ± 223	↓

Todos os monitoramentos feitos foram condizentes com o que os fundamentos teóricos deste trabalho previam. Menores temperaturas (amostra “Temp”) e taxa de injeção (amostra “TaxaInj”) aumentaram a força de reação, assim como o maior impedimento imposto pela geometria sem chanfro, apenas rosca, da amostra “GeomR” (ver Figura 6.3e). A amostra “GeomC”, com chanfro e sem rosca (ver Figura 6.3d) resultou em uma força de reação bem mais baixa, devido ao menor impedimento geométrico no perfil projetado. As amostras que passaram por secagem tiveram a maior redução de força reativa, provavelmente devido à hidrólise durante o tratamento de secagem (24 horas a 60 °C e a 120 °C). A literatura mostra que tratamentos térmicos em poliamidas criam irregularidades nas cadeias poliméricas e alargamento da distribuição de peso molecular, causados pela degradação térmica [18; 118]. Tais efeitos afetam as propriedades mecânicas e estruturais, como a viscosidade no fundido que decresce com o alargamento da distribuição do peso molecular.

A única contradição encontrada foi para a amostra “Time”, que processada em um tempo mais curto do que o da amostra “Ref” deveria ter uma força de reação maior, por ter aquecido menos o rebite polimérico. Seria esperado que a viscosidade do fundido fosse maior do que a amostra de referência e, portanto aumentando a força de reação. Ela teve, no entanto, uma pequena redução em relação à amostra de referência (3,45%), que está, porém, dentro dos desvios padrão de ambas (354 N para a “Ref” e 158 N para a “Time”). Isso indica que a redução do tempo (3 min da “Ref” para 0,25 min da “Time”) parece não ter sido significativa para alterar a viscosidade do compósito nas condições de união estudadas no projeto de experimentos. Estudos futuros mais aprofundados através de métodos estatísticos de projeto de experimento, como por exemplo, a análise fatorial completa (2^k -full factorial), poderiam ajudar no entendimento dessa fenomenologia.

6.2.3. Análise Microestrutural das Juntas Sobrepostas

As juntas híbridas formadas por ICJ podem ser bem descritas usando a técnica de microtomografia computadorizada via luz síncrotron (μ CT). Um volume da junta ICJ como o mostrado na parte não hachurada da Figura 6.11a foi usado para obtenção das imagens 3D renderizadas por μ CT. A Figura 6.11b apresenta uma vista 3D renderizada obtida via μ CT da seção transversal de junta ICJ produzida a 300 °C por 3 minutos, sem controle de outros parâmetros. O compósito de poliamida 6,6 é representado em azul, e a liga AA2024-T351 em amarelo. A seleção de volumes de estudo é feita através de um histograma cujos picos podem ser relacionados às densidades dos materiais, sendo então possível isolar os componentes uns dos outros e fazer a segmentação de volumes individuais. O histograma mostrado na Figura 6.11c corresponde à imagem da Figura 6.11b. Ele está dividido em seis intervalos, sendo que apenas três estão habilitados para melhor visualização dos componentes de interesse. A imagem mostrada na Figura 6.11d é correspondente apenas ao pico marcado como “nylon”, mostrando portanto apenas o volume de poliamida 6,6. Na Figura 6.11e é mostrado o volume das partículas de segunda fase observada na matriz de poliamida, correspondente ao pico à esquerda do pico “nylon”. Por fim, é mostrado o volume da chapa metálica na Figura 6.11f, em uma imagem obtida isolando o pico “metal” do histograma. Aparentemente, a resolução do sistema de microtomografia usado não foi suficiente para identificar picos correspondentes às fibras de vidro. A densidade das fibras é de aproximadamente 2,60 g/cm³, valor próximo ao da liga AA2024-T351 (2,78 g/cm³). Deste modo, deveria haver um pico correspondente às fibras próximo ao pico “metal” do histograma, pico este que não foi observado.

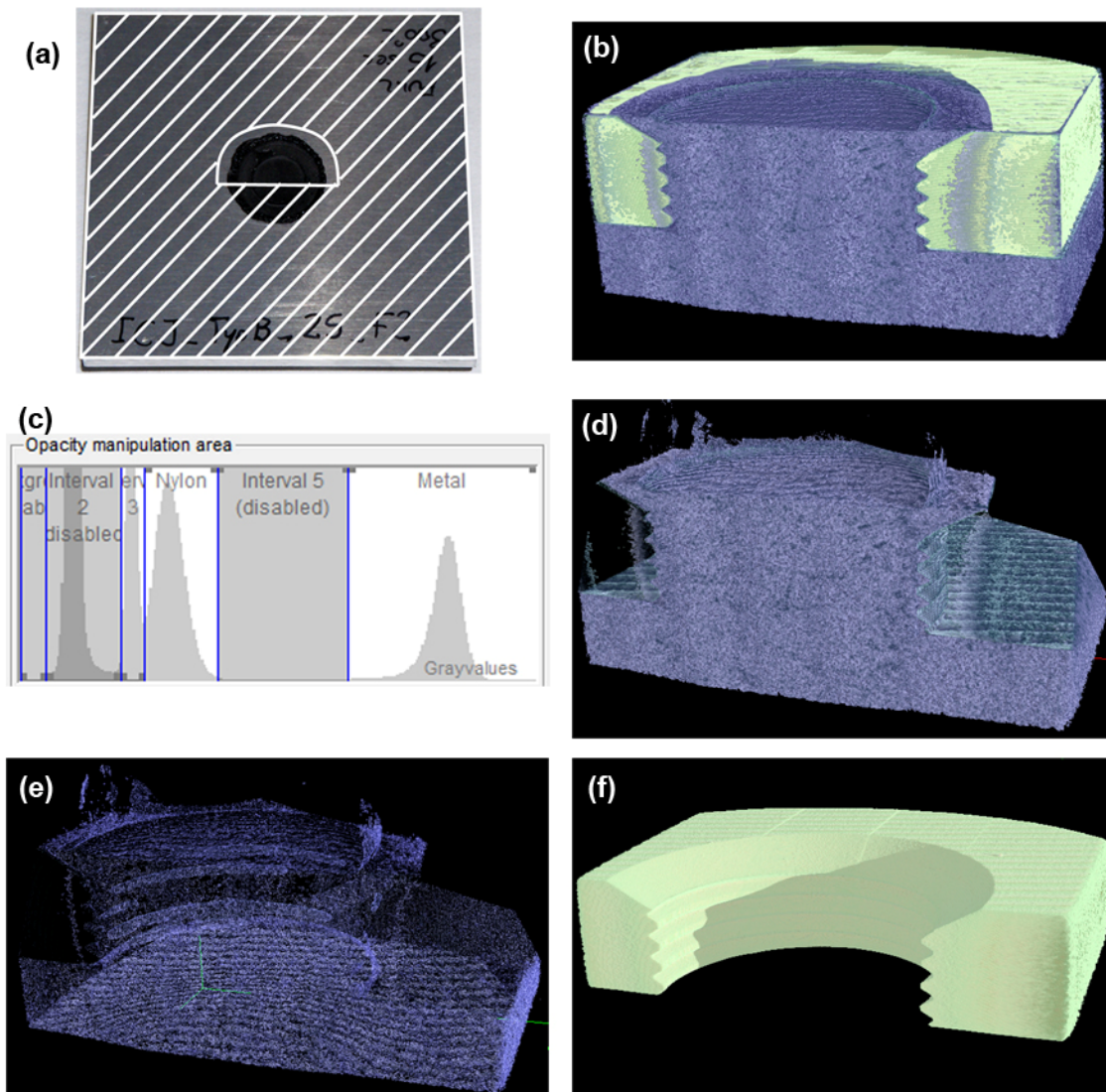


Figura 6.11 – Estrutura das juntas ICJ, através de μ CT: a) a área não hachurada corresponde ao volume de estudo; b) imagem de uma junta ICJ; c) histograma com os picos correspondentes a cada componente; d) poliamida 6,6 isolada; e) segunda fase polimérica isolada; f) AA2024-T351 isolada.

As juntas produzidas foram observadas no microscópio óptico a fim de se ter um conhecimento geral da microestrutura da junta e suas características. As observações foram fundamentais para entender os mecanismos de ancoramento do pino de compósito polimérico na cavidade do metal, os mecanismos de adesão na interface polímero-metal, além de ajudar na

delimitação das zonas microestruturais. A extensão dos efeitos termomecânicos no polímero fundido pode ser observada pela presença de vazios e linhas de fluxo ao longo da altura do pino polimérico. As macrografias das seções transversais das juntas em cada condição são mostradas na Figura 6.12. A partir da observação das macrografias, foi investigada a influência dos parâmetros de processo sobre os materiais e sobre a junta. Foram também estudadas características como preenchimento de cavidades, presença de defeitos e fluxo do compósito polimérico.

Microscopia ótica de amostras atacadas (ataque eletrolítico Barker) foi usada para observar a microestrutura da liga AA2024-T351. A Figura 6.13 mostra a região de contato da chapa metálica com a câmara quente da máquina, sendo que na Figura 6.13a é mostrado o material de base, e na Figura 6.13b uma chapa de um material processado por 10 minutos a 350 °C. Devido ao processamento térmico sobre a liga de alumínio 2024-T351 estar dentro da faixa de transformações metalúrgicas (ver Figura 6.9, capítulo 6.2.1), estima-se haver possível dissolução das zonas GPB e precipitação da fase estável S. Como esperado, não foi possível observar variações na microestrutura em relação ao material de base, usando apenas microscopia ótica. Portanto não foi possível definir limites para a MZTA. Entretanto, considerando os gráficos da Figura 6.9 e a fenomenologia metalúrgica desta liga descrita na literatura [46; 47; 116], acredita-se que pelo menos em um volume próximo à região diretamente em contato e aquecida pela câmara quente, haja a dissolução das zonas GPB semicoerentes originais e a formação da fase estável e coerente S. Para tal investigação necessita-se utilizar técnicas mais avançadas de caracterização microestrutural como a microscopia eletrônica de transmissão, cuja aplicação foge do escopo desse trabalho.

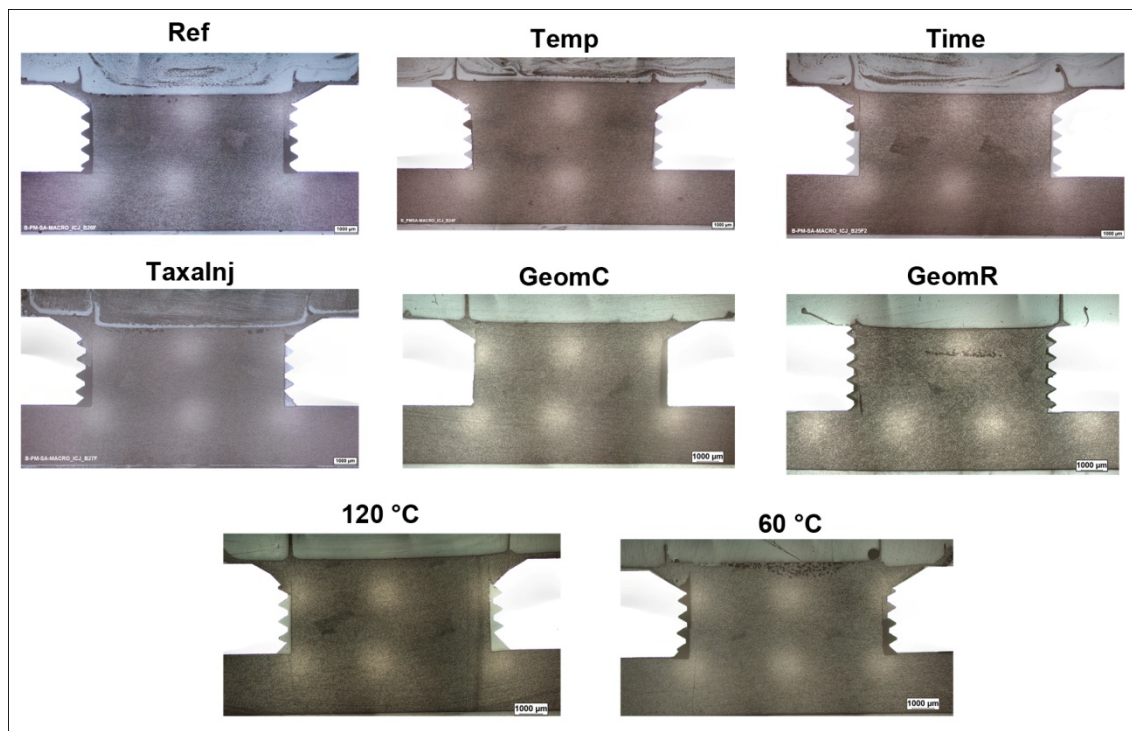


Figura 6.12 – Macrografias das seções transversais das juntas produzidas.

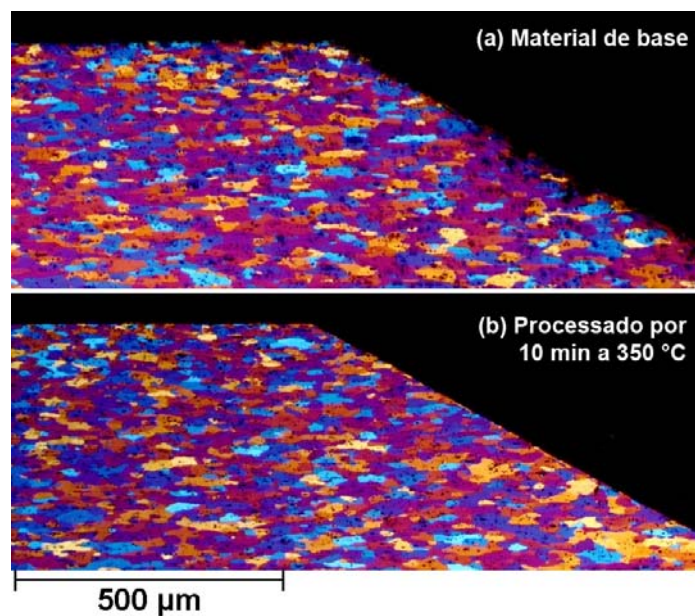


Figura 6.13 – Microestrutura da região de contato do material de base AA2024-T351 em uma chapa com a cavidade no lado direito da figura: a) material de base; b) material processado (10 min a 350 °C) em contato com a câmara quente.

Nas observações do componente poliamida 6,6 com fibras de vidro tentou-se estabelecer os limites entre as zonas térmicas características do processo ICJ (ver Figura 3.7, capítulo 3.4.2). Os limites entre a PZTMA e a PZTA foram facilmente detectados pela presença de linhas de pressão hidrostáticas e linhas de fluxo do material fundido. Entretanto, a delimitação dos limites entre a PZTA e o MB mostrou-se difícil, pois através de microscopia ótica não se observaram diferenças significativas do fim da PZTMA/início da MB. Através de estudos de diferenças de propriedades mecânicas localizadas (micro- ou nanodureza) e/ou estruturais (cristalinidade, massas molares) espera-se que esse limite seja mais bem definido.

Os efeitos sobre o compósito polimérico são mais pronunciados no processo de ICJ. Dependendo do aporte térmico resultante dos parâmetros do processo, diferentes formações microestruturais podem ocorrer na junta. A Figura 6.14 descreve exemplos de tais formações através do corte da seção transversal A-A (Figura 6.14a e Figura 6.14b). Na Figura 6.14b ainda estão indicadas as posições de onde foram tiradas as micrografias c-f. A força exercida pelo pistão no material aquecido criou linhas de pressão hidrostáticas perpendiculares ao sentido de aplicação de pressão pelo pistão (Figura 6.14c). Essas linhas representam as deformações impostas ao material, evidenciadas pela quebra de fibras, deformação das partículas de segunda fase e formação de microtrincas (Figura 6.14d). As microtrincas são possivelmente causadas por deformação a frio de volumes não suficientemente amolecidos do pino, e também tensões internas devido à heterogeneidade de propriedades das fases do compósito. Estes efeitos caracterizam o volume determinado como a PZTMA.

Um fenômeno esperado e confirmado foi o aparecimento de vãos na interface polímero-metal (Figura 6.14e) na região na qual durante o processamento, o material polimérico fundido/amolecido fluiu em torno e dentro das cavidades, como indicado pelas setas escuras. Acredita-se que devido à retração assimétrica durante a fase de resfriamento, associada com a diferença de coeficiente de expansão térmica entre os materiais, haja um encolhimento da

poliamida maior que o da liga de alumínio, levando à separação da interface e formando essa falha. Outra interface identificada ocorre entre as PZTMA e PZTA (interface do tipo polímero-polímero entre o volume fundido e não-amolecido). Com o atual conhecimento dos fenômenos do ICJ, assume-se que essa interface apresenta mecanismos de união similares aos de uma linha de solda, presentes em peças plásticas injetadas [119]. Como em linhas de solda, esta região pode enfraquecer a junta se não houver uma otimização do processo. A Figura 6.14f destaca uma região de interface entre estas zonas, mostrando a PZTA/MB como aparentemente inalterada, e a PZTMA com formações estruturais características. Em um aumento maior na Figura 6.14g, observa-se melhor esta diferença. O sentido do fluxo na PZTMA fica claro devido ao alongamento das esferas de segunda fase e formação de microtrincas no compósito. Além disso, pode ocorrer a presença de um pequeno vão na interface polímero-polímero, indicando a ausência de uma ligação íntima nestas interfaces. Apesar desses microdefeitos (microtrincas e vãos) não alterarem significativamente a resistência estática global (ver discussão no capítulo 6.2.5), estes podem reduzir a resistência à fadiga das juntas.

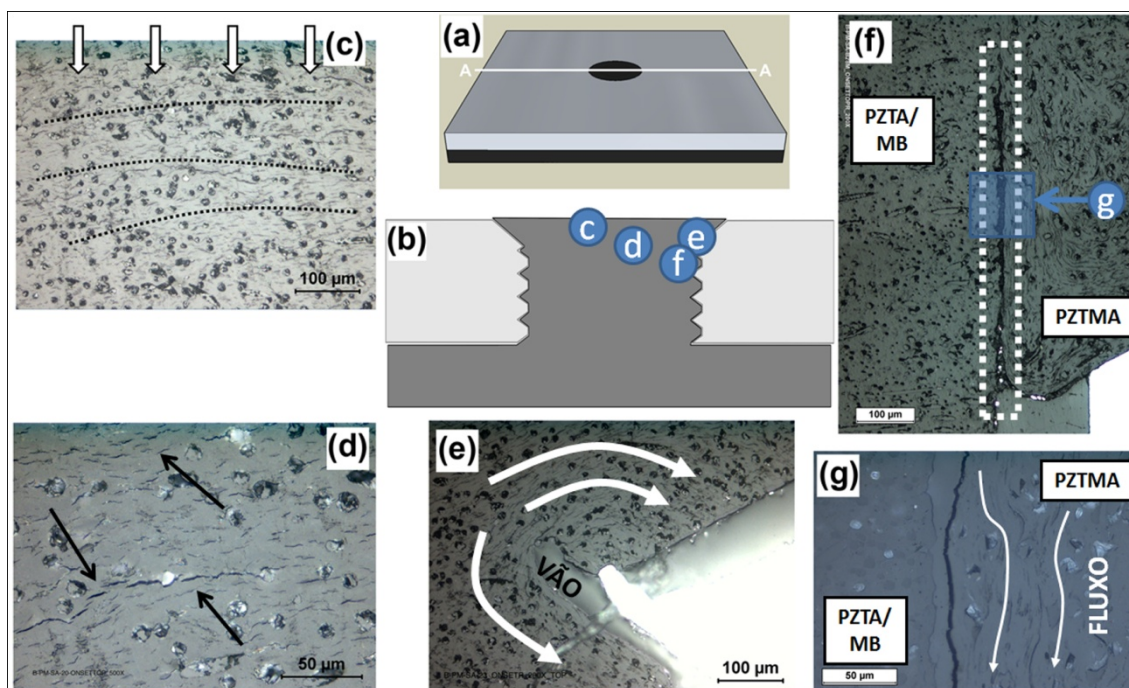


Figura 6.14 – Exemplos de possíveis formações microestruturais criados no compósito PA66/FV30% devido ao tratamento termomecânico no processo de ICJ. (amostras: c-e) amostras preliminares; f) “120 °C”; g) “Time”).

Devido à intensidade observada dos efeitos na interface polímero-metal, foi feita uma análise química por EDS para verificação de contaminação da PA66/FV30% por partículas de liga de alumínio. Os resultados não mostraram contaminação, e estão apresentados no Apêndice D.

O preenchimento de cavidades característico do processo foi avaliado usando microscopia ótica e μ CT. Como descrito anteriormente, o material deve idealmente fluir para o interior das cavidades, de modo que o pino polimérico assuma os contornos da cavidade, otimizando o ancoramento mecânico da junta. A imagem de μ CT na Figura 6.15a mostra o compósito de PA66/FV30% de uma junta com geometria de rosca e chanfro após o processamento, com a chapa metálica intencionalmente retirada. Essa vista consegue mostrar que o polímero conseguiu fluir durante o processo, obtendo um preenchimento satisfatório das cavidades da rosca e chanfro. A fotografia na Figura 6.15b mostra uma junta produzida com geometria sem chanfro, apenas rosca (Figura

6.12 – amostra “GeomR”), apresentando preenchimento completo das cavidades.

O nível de preenchimento das cavidades é um dos fatores de maior contribuição para a resistência mecânica de juntas ICJ, como será explicado no capítulo 6.2.5. O mecanismo de falha observado na sollicitação de cisalhamento por tração se mostra muito dependente do ancoramento mecânico do polímero na cavidade metálica; mesmo um preenchimento parcial pode ser muito significativo para um melhor desempenho mecânico da junta.

É válido ressaltar que neste estudo de viabilidade do processo, a maioria das amostras apresentou apenas preenchimentos de cavidade semicompletos, já que o processo ainda está em fase de desenvolvimento. Dentre as sete condições estudadas que possuem roscas na geometria das cavidades, somente uma apresentou preenchimento completo das cavidades (“GeomR”), e quatro delas apresentaram um preenchimento parcial das cavidades como mostrado na Figura 6.15c, com pelo menos dois filetes de rosca preenchidos. Duas amostras (“Temp” e “120 °C”) não apresentaram preenchimento nas cavidades.

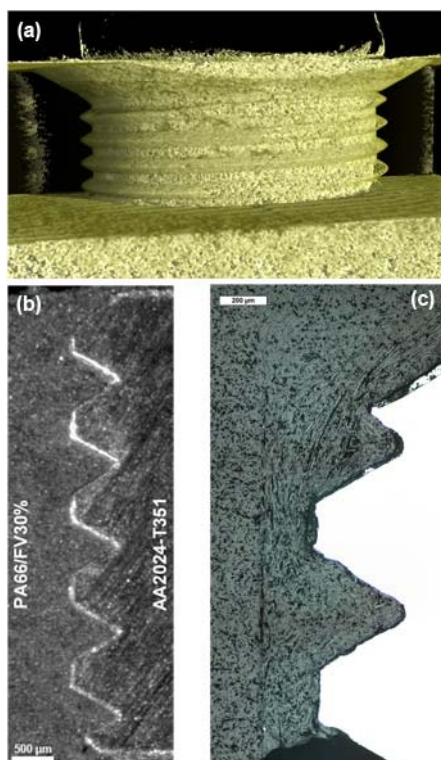


Figura 6.15 – Exemplos do estado de preenchimento de cavidades metálicas pelo polímero fundido: a) vista isolada do pino polimérico por μ CT; b) fotografia da seção transversal de uma amostra com cavidades em forma de rosca (amostra “GeomR”) mostrando preenchimento completo; c) micrografia mostrando preenchimento parcial das cavidades (amostra “60 °C”).

Os estudos da interface polímero-metal foram realizados em detalhe usando microscopia eletrônica de varredura. A maior resolução desta técnica fez possível determinar o grau e qualidade das forças adesivas entre o polímero consolidado e a superfície metálica no interior das juntas. A Figura 6.16a mostra um filete da rosca interna no alumínio, preenchido com compósito. Dois volumes diferentes puderam ser identificados: a região 1 mostra parte do compósito que não foi suficientemente amolecida para fluir com facilidade, enquanto a região 2 consiste de parte da massa do compósito amolecida o suficiente para fluir com facilidade, acomodando-se no filete de rosca. A região 2 é provavelmente compósito do topo do pino, que sofreu maior aporte térmico e fluiu através do vão entre a região 1 (pouco deformada) e as cavidades do

furo metálico. Além disso, o projeto de cavidades pode gerar diferentes perfis de taxa de cisalhamento, afetando de maneira variada diferentes volumes de material. A Figura 6.16b mostra em um aumento de 4000x a interface polímero-metal nesta mesma região. Mesmo para temperaturas maiores, quando o polímero flui mais facilmente, o que em teoria promoveria melhor adesão, nota-se que apenas pequenas regiões parecem ter desenvolvido uma ligação íntima entre os materiais, como indicado pelas setas nesta foto. O processo nas condições de união estudadas parece promover apenas uma adesão parcial do polímero, que no seu estado fundido preenche os poros da rugosidade superficial do alumínio, criando um microancoramento local.

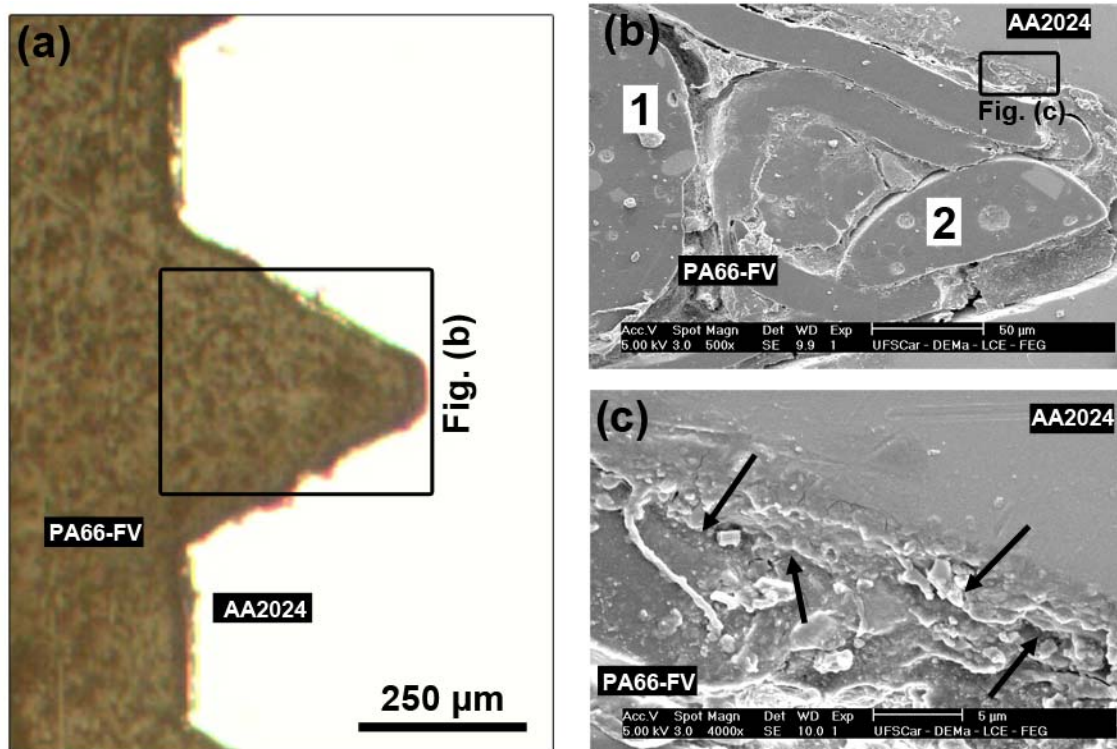


Figura 6.16 – Interface polímero-metal em um filete de rosca: a) aumento de 500x. A região 1 mostra um volume polimérico de baixa fluidez, sem característica de fluxo, e a região 2 é um volume que fluiu com facilidade preenchendo o filete de rosca; e b) aumento de 4000x.

Em caso de um aporte térmico excessivo ocasionado por temperaturas e/ou tempos muito altos, defeitos volumétricos podem ser formados, como observados em uma junta ICJ na Figura 6.17. Estes defeitos são típicos de juntas não otimizadas e foram observados com frequências nas fases iniciais deste trabalho. As condições escolhidas para o estudo de viabilidade não apresentaram estes defeitos em sua maioria: apenas as amostras “60 °C” e “GeomR” tiveram formação de poros na região superior do pino polimérico.

As juntas podem por vezes apresentar bom aspecto externo, porém sua seção transversal pode esconder defeitos volumétricos. A Figura 6.17 mostra uma série de defeitos observados em uma junta produzida com grande aporte térmico (10 minutos a 350 °C) e excesso de pressão. Na Figura 6.17a há uma foto da superfície desta junta, mostrando que as condições de processo causaram escape de material para as extremidades das placas. A macrografia na Figura 6.17b mostra que a região do pino do compósito também teve má formação, tendo a maioria do seu volume sem material. A Figura 6.17c apresenta uma região do pino próxima aos filetes de rosca, mostrando uma série de defeitos volumétricos. Esses vazios presentes no componente polimérico podem atuar como agentes concentradores de tensão, e pontos preferenciais para início de trincas durante uma solicitação mecânica, reduzindo a resistência da junta. Qualquer descontinuidade no volume é, portanto prejudicial para a junta. Em uma imagem de MEV na Figura 6.17d, um filete de rosca parcialmente preenchido com poliamida pode ser visto. Parte do material ancorou-se na cavidade da peça metálica, porém um grande volume vazio, provavelmente advindo da degradação ou evolução de água estrutural, faz com que o ancoramento seja ineficiente.

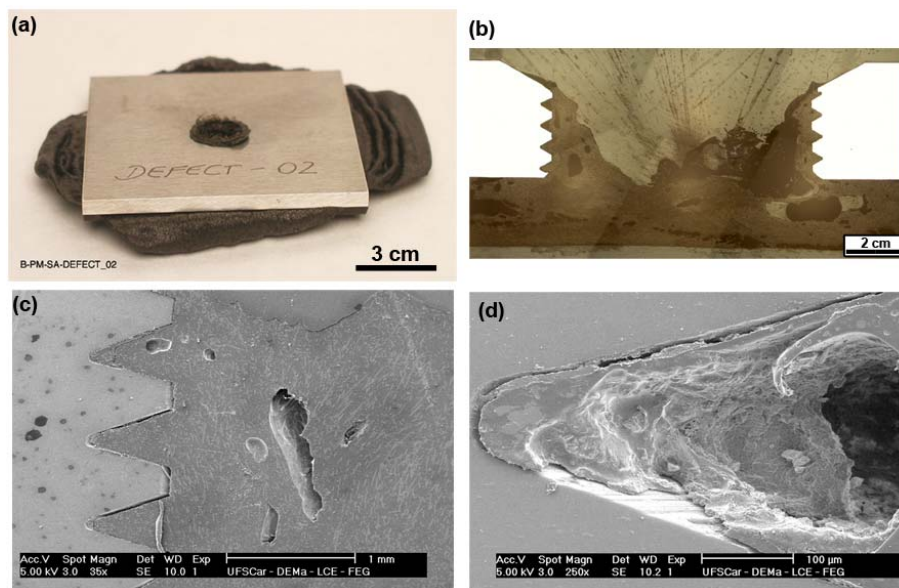


Figura 6.17 – Exemplos de defeitos volumétricos em uma junta ICJ não otimizada: a) junta produzida com excesso de pressão e aporte térmico; b) macrografia da junta em (a); c) série de vazios no interior do pino; d) preenchimento incompleto de cavidade.

6.2.4. Propriedades Mecânicas Localizadas

As propriedades mecânicas localizadas, avaliadas através de ensaios de microdureza, são um objeto de estudo importante em tecnologias de união, para análise qualitativa dos efeitos do processo sobre o material, contribuindo na determinação da extensão das zonas microestruturais criadas pelo processamento termomecânico. Através da microdureza pode-se conseguir uma correlação entre os parâmetros de processo e como eles afetam as propriedades mecânicas localizadas do material. A Figura 6.18 mostra através de gráficos de contorno os mapas de microdureza obtidos em cada condição de união, além de um mapa com a dureza da peça polimérica do material de base PA66/FV30%.

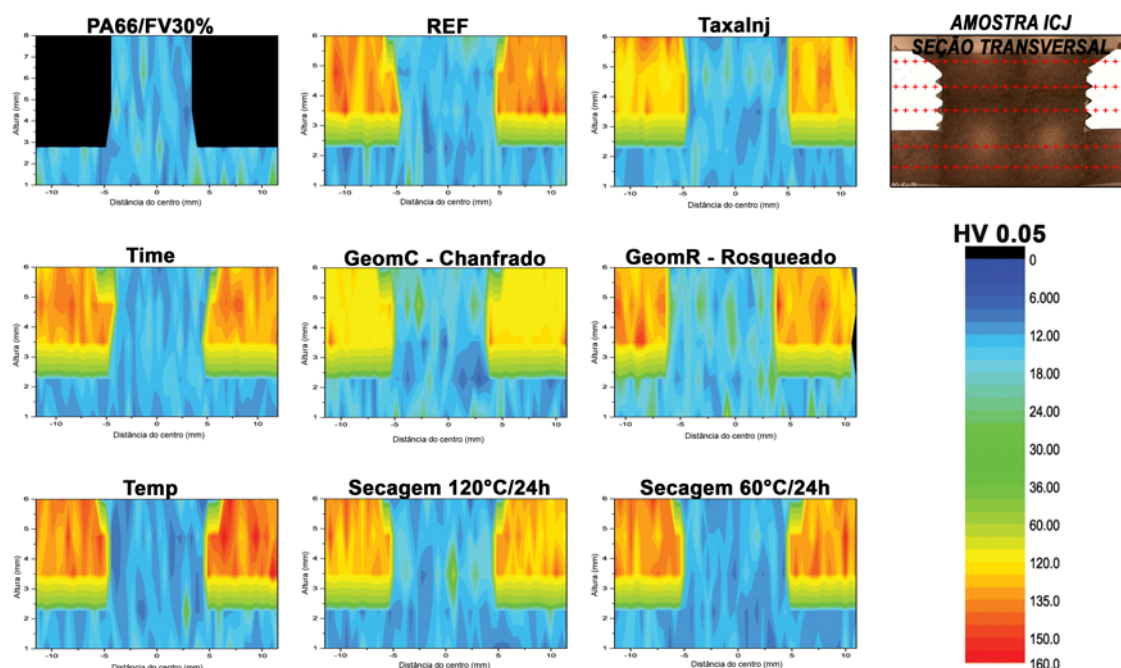


Figura 6.18 – Mapas de microdureza da peça polimérica do material de base e das seções transversais das amostras unidas em cada condição. Os mapas podem ser associados à macrografia de uma seção transversal da junta, aonde as regiões azuis são relativas ao compósito e as amarelas/avermelhadas ao metal.

Durante o processamento os materiais são submetidos a calor e pressão. O compósito de PA66 com fibras de vidro pode ser afetado por ambos em termos de sua microestrutura, quebra de fibras, degradação termomecânica, orientação induzida, formação de vazios e recristalização localizada. Cada um destes efeitos pode afetar as propriedades localizadas do compósito. A análise feita por microdureza, entretanto, não conseguiu identificar regiões com características diferenciadas. Os valores encontrados não apresentaram mudança em relação à média experimental para o material de base ($14 \pm 4,6$ HV).

A interpretação dos resultados de microdureza nas PZTMA e PZTA (correspondente às linhas a 5 mm e a 6,5 mm da base da placa polimérica) ajuda a evidenciar o efeito do aporte térmico e pressão do processo sobre as

propriedades mecânicas localizadas. Os perfis nesta região foram feitos como demonstrado na Figura 5.7, com distância de 0,5 mm entre indentações. A Tabela 6.2 indica as médias dos valores de microdureza obtidos dos perfis de indentações para cada condição, nas regiões prováveis da PZTA e PZTMA. Embora alguns valores sejam razoavelmente mais altos que os do material de base, não se observaram mudanças significativas do compósito processado em comparação ao material de base. A elevação da microdureza de algumas amostras é considerado como um efeito artificial, oriundo de indentações realizadas inteiramente ou parcialmente sobre fibras de vidro do compósito, que são muito mais duras que a matriz polimérica.

Tabela 6.2 – Médias dos valores de microdureza do compósito nas PZTMA e PZTA.

	Condição							
	Ref	Temp	Time	TaxInj	GeomC	GeomR	120 °C	60 °C
5 mm	13 ± 2,0	12 ± 2,6	13 ± 2,6	17 ± 4,1	19 ± 7,6	18 ± 6,2	14 ± 2,6	13 ± 2,7
6,5 mm	16 ± 3,8	12 ± 3,5	15 ± 6,4	13 ± 2,4	16 ± 4,7	14 ± 3,8	12 ± 2,7	12 ± 2,5

A liga de alumínio 2024-T351, por ser uma liga endurecida por precipitação, pode ter alterações em suas propriedades de acordo com o tempo e temperatura de aquecimento. O material de base possui uma microestrutura composta de uma matriz de alumínio α , com zonas GPB coerentes e precipitados S'' semicoerentes [45-50]. A presença das zonas GPB aumenta a resistência do material por campos de deformação de longo alcance. Os precipitados S'' causam tensões na rede devido à estrutura cristalina diferente da matriz, dificultando também o movimento de discordâncias e aumentando a resistência mecânica. Quando a liga é submetida a altas temperaturas, duas situações podem acontecer: crescimento das zonas GPB e dos precipitados S'' (reduzindo suas capacidades de reforço mecânico, por perda de coerência); ou com mais calor fornecido essas partículas podem se dissolver na matriz e formar os precipitados S' (semicoerente) e a fase S (estável e incoerente). Assim, em condições de maior fornecimento de calor pode haver uma redução

nos valores de dureza na zona termicamente afetada da liga AA2024-T351 (MZTA). A Figura 6.19 mostra os perfis de dureza de duas chapas como as do desenho da Figura 5.1: uma em estado idêntico à recebida (antes do processamento) e outra que foi processada a 300 °C por 3 minutos. O perfil foi obtido a 0,5 mm da superfície superior da chapa, que esteve em contato com a ferramenta de aquecimento do processo.

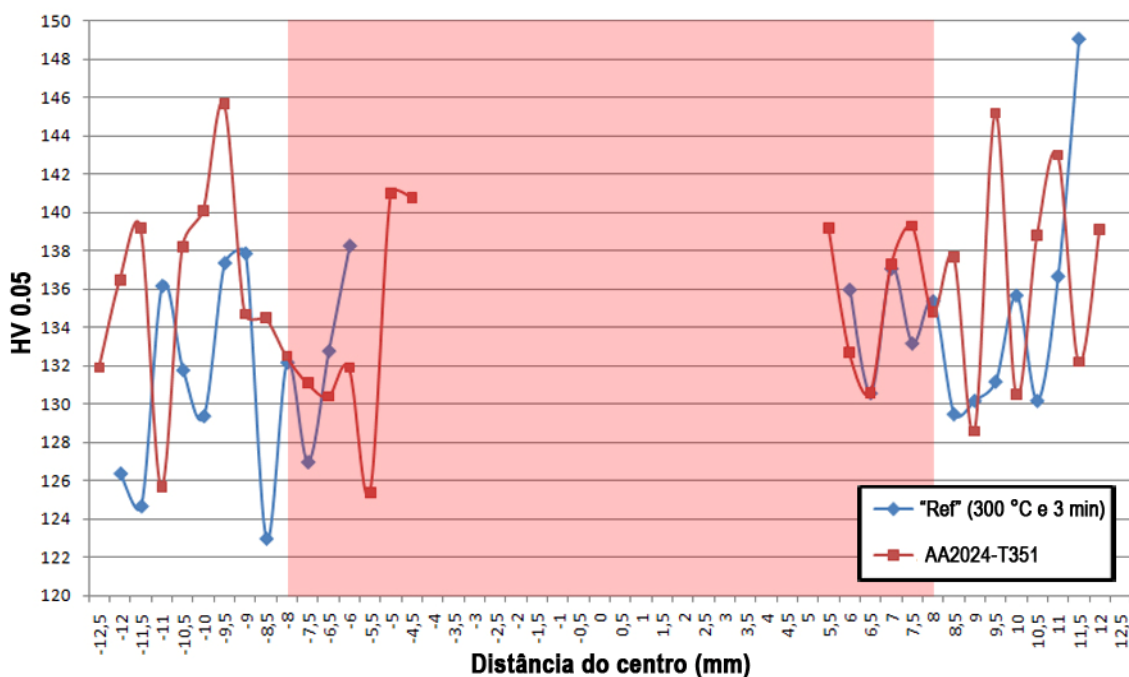


Figura 6.19 – Perfis de microdureza do AA2024-T351 como recebido (curva com quadrados vermelhos) e processado a 300 °C por 3 minutos (curva com losangos azuis). A região rosada do gráfico indica a área de contato da ferramenta de aquecimento com o material (relativa à MZTA).

Na região investigada o material metálico não processado tem uma média de $134 \pm 4,8$ HV, enquanto o material processado apresenta HV $134 \pm 3,5$. Os valores encontrados não indicaram variação perceptível das propriedades mecânicas localizadas, assim como no caso do compósito. Tal resultado indica que o tempo de exposição do material à alta temperatura não foi suficiente para

exercer as transformações de fase descritas anteriormente. Porém uma argumentação conclusiva em relação à mudança na subestrutura da liga poderia ser somente atingida com a ajuda de análises mais profundas, como por microscopia eletrônica de transmissão e difração de raios-X, que estão fora do escopo do trabalho.

A partir dos valores de microdureza de uma condição de processo que rendeu uma junta de boa aparência estética e razoável preenchimento das cavidades, foi produzido um mapa detalhado de microdureza dos materiais (Figura 6.20). Este mapa foi feito com menor distância entre indentações, usando 0,25 mm. O valor ainda é maior que o recomendado pela ASTM E384, pois as indentações tem em média 0,068 mm de diâmetro, que limitaria em 0,17 mm como distância mínima. A única informação adicional observada, foi que as regiões adjacentes aos filetes da rosca apresentaram uma dureza um pouco mais elevada, o que pode ser associado ao processo de usinagem para a fabricação da cavidade.

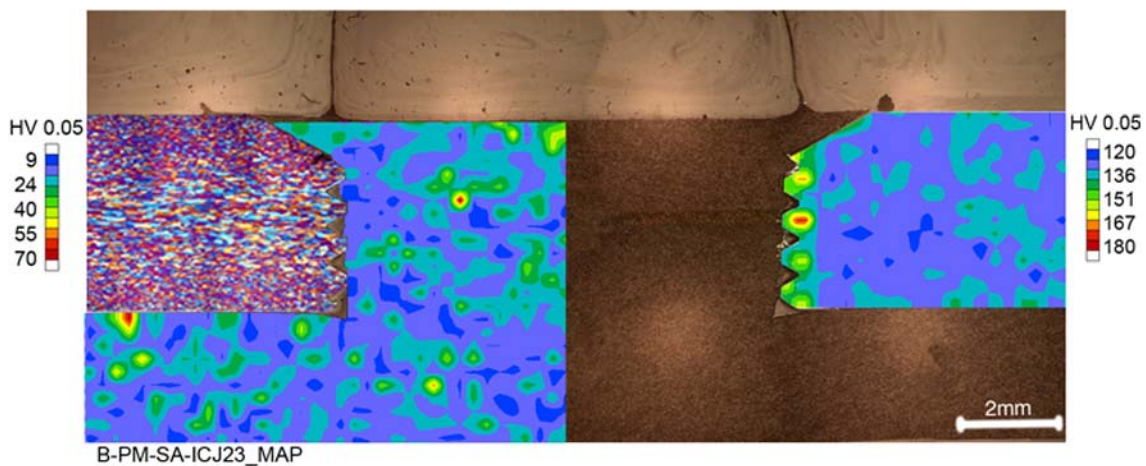


Figura 6.20 – Mapa de microdureza de uma amostra otimizada. A figura mostra uma sobreposição dos mapas de microdureza com fotos da microestrutura dos materiais.

Portanto, mesmo com um refinamento da resolução das propriedades de dureza, nenhuma conclusão significativa sobre a extensão das zonas térmicas

e variação das propriedades dos materiais foi encontrada, mantendo a característica de uma análise qualitativa. Acredita-se que a realização de perfis obtidos usando técnicas de menores cargas (como por exemplo, nanoindentação), geraria uma melhor resolução, possibilitando a varredura de áreas mais próximas, conduzindo a resultados mais refinados e talvez a definição mais precisa da extensão das zonas microestruturais.

6.2.5. Propriedades Mecânicas Globais

As propriedades mecânicas globais foram avaliadas pelo ensaio de cisalhamento por tração. Pelo menos três réplicas foram produzidas para cada condição para a análise da influência dos parâmetros de união sobre a tensão de apoio máxima. A tensão de apoio calculada pelas juntas foi feita de acordo com a norma ASTM D5961 [106; 106], para juntas rebitadas e calculada conforme a Equação 6.1.

$$\sigma_a = \frac{P_a}{(k \times D \times h)} \quad (6.1)$$

Onde σ_a é a tensão de apoio em MPa; P_a é a carga em N suportada pela junta; k é um fator geométrico ($k=1$ em juntas com apenas um ponto de união, $k=2$ em juntas com dois pontos de união); D é o diâmetro do furo em milímetros; e h é a espessura da chapa em milímetros.

Para realizar a estimativa da resistência ao cisalhamento da junta em relação ao material de base mais fraco (o compósito), local da falha final na junta, escolheu-se comparar a resistência mecânica das juntas com a resistência à tração de engenharia dos materiais de base, calculada de acordo com a ASTM D638 [98], pela Equação 6.2.

$$\sigma = \frac{P}{A_0} \quad (6.2)$$

Onde σ é a tensão em tração em MPa; P é a carga em N suportada pelo corpo de prova; e A_0 é a área da seção transversal do corpo de prova em milímetros quadrados.

Com o objetivo de exemplificar o comportamento das juntas sobrepostas durante o ensaio de cisalhamento por tração, uma curva típica de tensão em função da deformação para uma junta ICJ é apresentada na Figura 6.21. É possível identificar típicos estágios de comportamento da junta com o decorrer do ensaio. Fotos de (a) até (e) correspondem aos pontos indicados no gráfico. O início linear da curva (ponto a) é característico de um comportamento elástico. Conforme a junta é tracionada, inicia-se um movimento de rotação do rebite formado, no sentido que a seta indica na foto (b). A queda de tensão observada neste ponto corresponde à perda do material excedente (*flash* do compósito) na superfície superior da placa metálica, devido ao movimento de rotação. Posteriormente, a solicitação é suportada pelo próprio rebite como mostrado em (c). Ele se engasta na parede do furo, e vai perdendo capacidade de sustentação conforme as placas vão se separando (d) até perder toda a resistência mecânica (e). Neste ponto, a solicitação no rebite foi grande o suficiente para rasgar sua base; em alguns casos tal esforço pode até arrancá-lo por completo da placa do compósito.

É possível observar que a tendência do pino é rotacionar como mostrado na Figura 6.21b. Além do ancoramento dentro das cavidades na placa metálica, um bom volume de contato formado no chanfro da parte superior da cavidade é essencial para reduzir este movimento, que é indesejado, pois cria tensões de flexão secundária, os quais diminuem a resistência da junta.

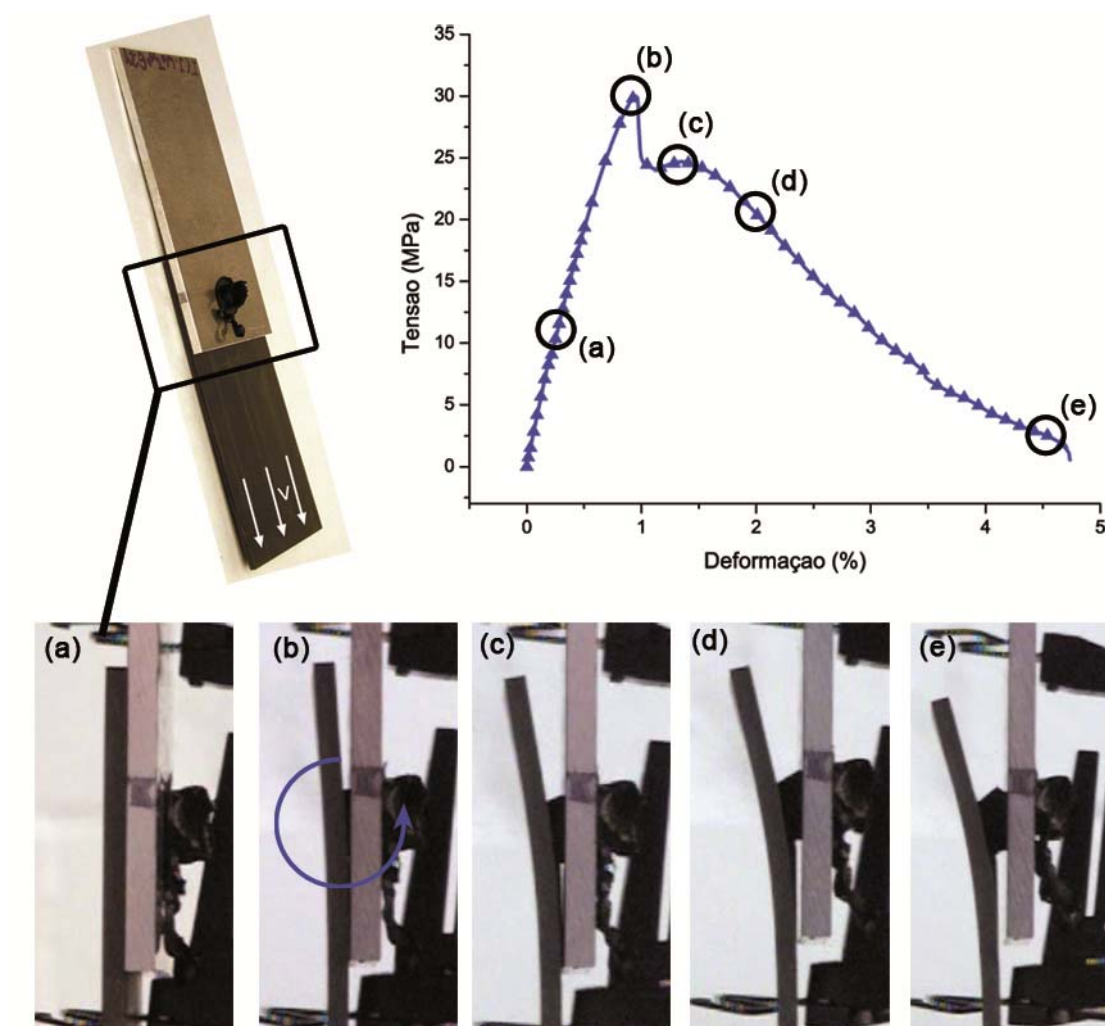


Figura 6.21 – Comportamento típico de uma junta ICJ quando solicitada em cisalhamento por tração: a-e) estágios observados durante o ensaio.

Esse comportamento é reforçado por imagens de μ CT de uma amostra ensaiada em cisalhamento por tração, mostradas na Figura 6.22. O engaste formado pelo metal, juntamente com a tração na placa inferior do compósito dão origem à fratura. A rotação indicada é mais ou menos impedida, conforme o nível de preenchimento das cavidades (quanto maior este nível, menos rotação) e volume de contato na parte superior do pino. A resistência oferecida por um maior volume de contato é observada na Figura 6.22b, que mostra o material se apoiando no chanfro e nas cavidades da peça metálica. A região da amostra fraturada é mostrada em detalhe na Figura 6.22c (as cores dos

volumes poliméricos e metálicas foram modificadas para melhor contraste). Nesta figura é possível se observar o arrancamento do pino de compósito da cavidade (região 1), o sítio de nucleação da trinca final (região 2), bem como a sua direção de propagação. É possível concluir que a nucleação dessa trinca aconteceu principalmente pelo efeito geométrico concentrador de tensões originalmente criado pelo processo de usinagem, entre o corpo e a base do pino polimérico. Esse efeito pode ser diminuído através da suavização do ângulo reto ali presente, que poderia ser alcançada através da seleção da injeção como técnica de produção das peças de compósitos poliméricos.

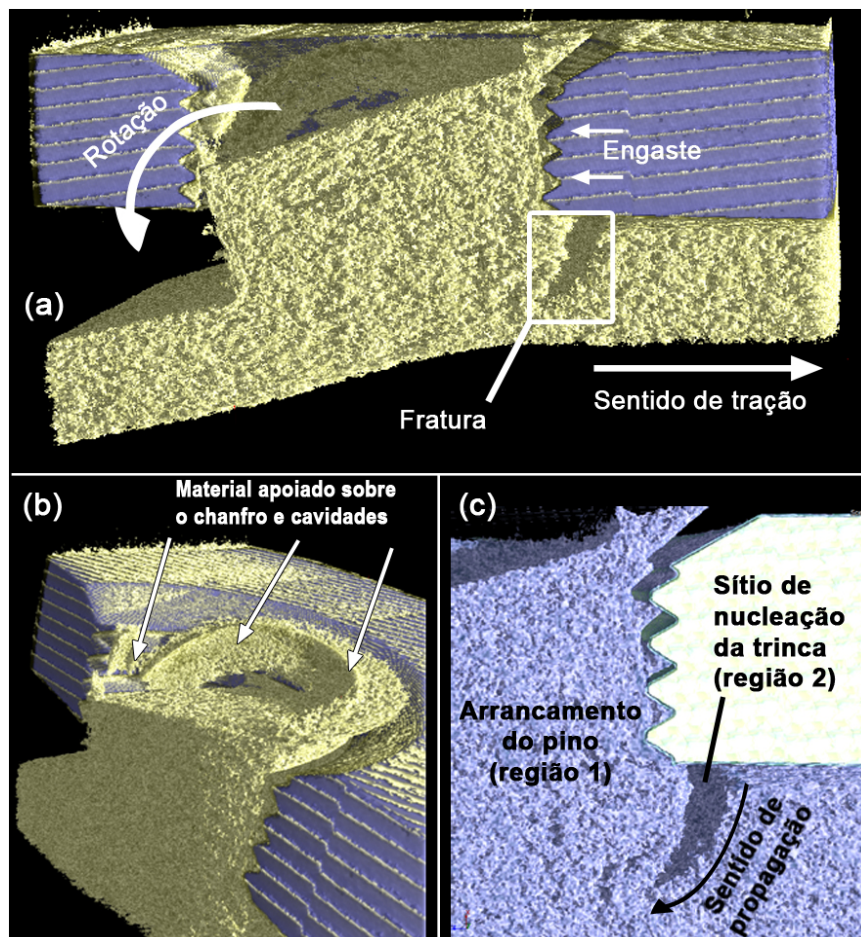


Figura 6.22 – Mecanismo de falha observado por μ CT em uma junta ICJ testada por cisalhamento por tração: a) seção transversal da junta; b) vista superior, mostrando o volume de material sobre a junta; c) detalhe da fratura e do preenchimento das cavidades.

Para avaliar a significância da influência de cada parâmetro sobre as propriedades mecânicas globais da junta, foi aplicada a análise de variância (ANOVA) baseada no projeto de experimento montado e descrito na Tabela 5.3, capítulo 5.2.5. Em relação às propriedades de alongamento na ruptura e deformação na ruptura, não houveram fatores estatisticamente significantes. Além disso, a região que o extensômetro compreende leva em conta o polímero (que deforma plasticamente) e o metal (que não sofre deformação), portanto o estudo das propriedades de deformação não é representativo. Os gráficos de força máxima, e os gráficos e tabelas de ANOVA de deformação na ruptura e alongamento na ruptura para todas as amostras investigadas se encontram no Apêndice E. A ANOVA foi realizada através do cálculo do fator F e usando o teste-F para verificar se havia rejeição da hipótese nula de que os fatores não tinham influência significativa no resultado. Os cálculos foram feitos usando o *software* OriginPro 8, da OriginLab para um intervalo de 95% de confiabilidade. Os dados obtidos estão resumidos na Tabela 6.3.

Tabela 6.3 – Resultados da ANOVA para a resposta “força máxima”.

Fator	Níveis	Média±DesvPad (N)	F	Prob (F)	Teste-F
<i>Tempo</i>	180 s (3 min)	942 ± 77	7,9932	0,0255	Significante
	15 s (0,25 min)	1112 ± 102			
<i>Temperatura</i>	300 °C	942 ± 77	186,7823	2,64E-06	Significante
	250 °C	1807 ± 114			
<i>Taxa de Injeção</i>	Rápida	942 ± 77	4,2635	0,0778	Não significativa
	Lenta	1047 ± 56			
<i>Geometria</i>	Rosca+Chanfro	942 ± 77	6,7649	0,0161	Significante
	Rosca	998 ± 69			
	Chanfro	1181 ± 137			
<i>Secagem</i>	Como recebido	942 ± 77	16,714	0,000255	Significante
	24h a 60 °C	1114 ± 79			
	24h a 120 °C	1208 ± 77			

A coluna Prob(F) indica a probabilidade de se obter estes resultados se a hipótese nula for verdadeira. Como a ANOVA foi feita usando um valor de

significância α de 5% (relativo a 95% de confiabilidade), observa-se que a maioria das condições tem influência significativa na resistência mecânica da junta, já que $\text{Prob}(F) < 0,05$ ($\text{Prob}(F) < 5\%$). A única condição que não apresentou esse comportamento foi a de variação na taxa de injeção, que obteve um valor de $\text{Prob}(F)$ de 0,078 ($\text{Prob}(F) > 5\%$). Os efeitos de cada parâmetro sobre a resistência podem ser listados então como:

- **Tempo:** o menor aporte térmico resultante de menores tempos de aquecimento dificulta o amolecimento e fluxo do material polimérico. Assim, menos material é transferido para as cavidades, mas há um maior volume de contato sobre o chanfro que contribui para a resistência mecânica.
- **Temperatura:** a ideia é a mesma do parâmetro “Tempo”. Entretanto, como observado nas macrografias (Figura 6.12), o processamento a 250 °C cria um grande volume de contato sobre o chanfro, que contribuiu fortemente para a sustentação de forças.
- **Taxa de injeção:** aparentemente, os diferentes níveis de taxa de injeção usados não causaram diferenças significativas na viscosidade do compósito. Esperava-se que a maiores taxas, o material fluísse mais e preenchesse melhor as cavidades, aumentando a resistência mecânica, mas isso não ocorreu.
- **Geometria de cavidades:** os efeitos aqui podem ser interpretados pelo tipo de ancoramento de cada geometria. As amostras “GeomR” (apenas rosca) e “GeomC” (apenas chanfro) tiveram maior resistência mecânica que a “Ref”. Entre as “GeomR” e “GeomC”, a condição que usa apenas chanfro tem melhor desempenho, indicando que entre estas duas características, o chanfro contribui mais para a resistência mecânica que a rosca. O menor desempenho observado na “Ref” (que contém chanfro e rosca), se deve provavelmente a uma distribuição não otimizada do material compósito entre o chanfro e a rosca.

- **Secagem:** a secagem da poliamida 6,6 se mostrou significativa para a resistência mecânica das juntas. As juntas produzidas com material seco a 120 °C tiveram o melhor desempenho, seguidas pelas que passaram por secagem a 60 °C. O material “como recebido” (“Ref”) teve o pior desempenho. A poliamida 6,6 quando seca tem melhor resistência mecânica que a condicionada (Tabela 5.1), e essa propriedade afeta diretamente força suportada pela junta.

A comparação do desempenho mecânico das juntas ICJ com a resistência mecânica do material de base mais fraco (PA66/FV30%) é resumida na Tabela 6.4. Nesta tabela podem-se comparar as médias de tensão de apoio máxima obtidas em cada condição com a média de limite de resistência a tração máxima das amostras de material de base.

Tabela 6.4 – Comparação dos valores de desempenho mecânico das juntas com o material de base (PA66/FV30%).

Amostra	Média±DesvPad (MPa)		Comparação da junta com o material de base (%)
	Tensão máxima de apoio das juntas em cisalhamento por tração (D5961)	Tensão máxima do material de base em tração (D638)	
<i>Ref</i>	24 ± 1,9		40
<i>Temp</i>	45 ± 2,9		78
<i>Time</i>	28 ± 2,6		48
<i>Taxalnj</i>	26 ± 1,4	58 ± 1,2	45
<i>GeomR</i>	25 ± 1,7		43
<i>GeomC</i>	30 ± 3,4		51
60 °C	29 ± 2,0		48
120 °C	30 ± 1,9		52

Nas condições descritas a resistência da junta varia de 40% a 78% da resistência do material de base. Considerando também os resultados da fase preliminar de estudo do processo, foram obtidas forças desde 836 N até 2059 N (que correspondem a tensões de apoio de 21 MPa até 51 MPa). O melhor

resultado de uma junta individual foi de 88,5%, valor obtido para uma junta produzida com condição de 300 °C e 3 minutos, em amostra adicional ao do estudo de projeto de experimento. A junta com menor desempenho mecânico (35,9%) foi observada na condição “Ref”. O gráfico da Figura 6.23 compara estas juntas com o material de base.

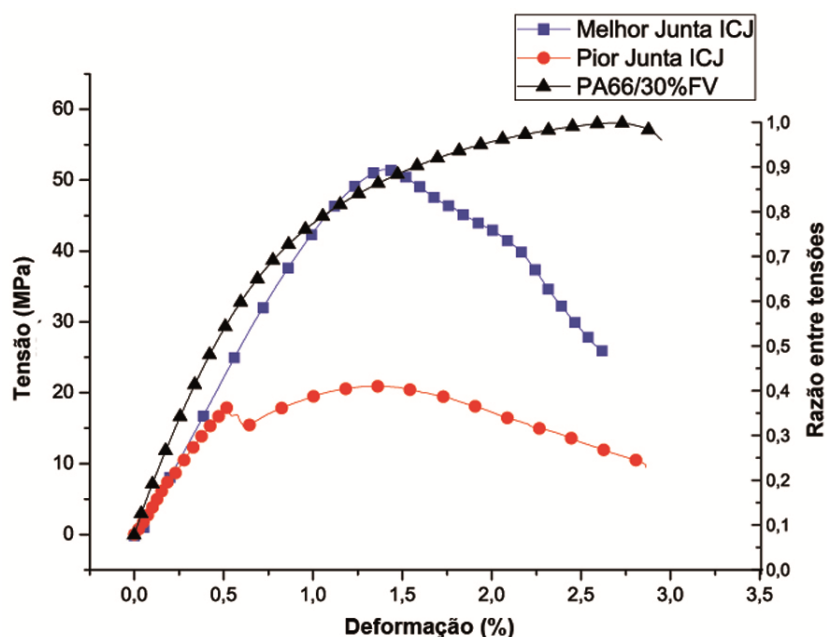


Figura 6.23 – Desempenho mecânico do material de base PA66/FV30% e das juntas ICJ híbridas AA 2024-T351 / PA66/FV30% de melhor e pior desempenho.

Embora ambas as amostras tenham sido processadas a 300 °C e 3 minutos, os parâmetros de processo da amostra “Ref” não pode ser comparado com os da outra amostra, produzida em um estágio preliminar do estudo, onde não havia controle dos outros parâmetros, e era usado um sistema de união diferente do mostrado na Figura 5.2. O excelente desempenho desta amostra pode ser atribuído ao preenchimento completo de cavidades alcançado, que pode ser observado na Figura 6.24c, no capítulo 6.2.6.

6.2.6. Mecanismos e Tipos de Fratura em Juntas Sobrepostas ICJ

Como discutido anteriormente neste capítulo, a resistência ao cisalhamento por tração é dependente do nível de preenchimento da cavidade metálica, do volume de compósito conformado na parte superior do pino polimérico, bem como a integridade microestrutural do pino de compósito após o processamento (presença de defeitos volumétricos e qualidade das ligações adesivas na interface polímero-metal). Outro ponto importante que pode influenciar os mecanismos de falha de juntas ICJ híbridas de compósitos reforçados com fibras curtas / metal é o estado inicial (microestrutura) resultante do processo de fabricação. É plausível considerar que dependendo do processo usado na fabricação do compósito polimérico, o comportamento mecânico das juntas venha a ser diferente.

A orientação adquirida pelas fibras de vidro durante a extrusão é diferente da orientação proveniente da moldagem por injeção. Um projeto de molde para injeção otimizado para as peças poliméricas em ICJ poderia intencionalmente promover orientações que contribuíssem para o aumento da resistência das juntas. Por exemplo, seria desejável que o pino de compósito apresentasse uma distribuição de fibras com orientação que dificultasse a propagação de trincas nucleadas (fibras orientadas paralelamente à direção de sollicitação mecânica), caso esse não observado para as peças de compósitos poliméricos usinadas usadas nesse trabalho. Além disso, o processo de usinagem das placas pode criar tensões e defeitos superficiais (arrancamento e quebra de fibras) que contribuam para uma falha prematura, prejudicando o desempenho mecânico.

A geometria da parte superior conformada do pino de compósito pode influenciar os mecanismos de fratura. Uma avaliação da geometria conformada após a união e sua correlação com os mecanismos de fratura podem ser comparados na Figura 6.24.

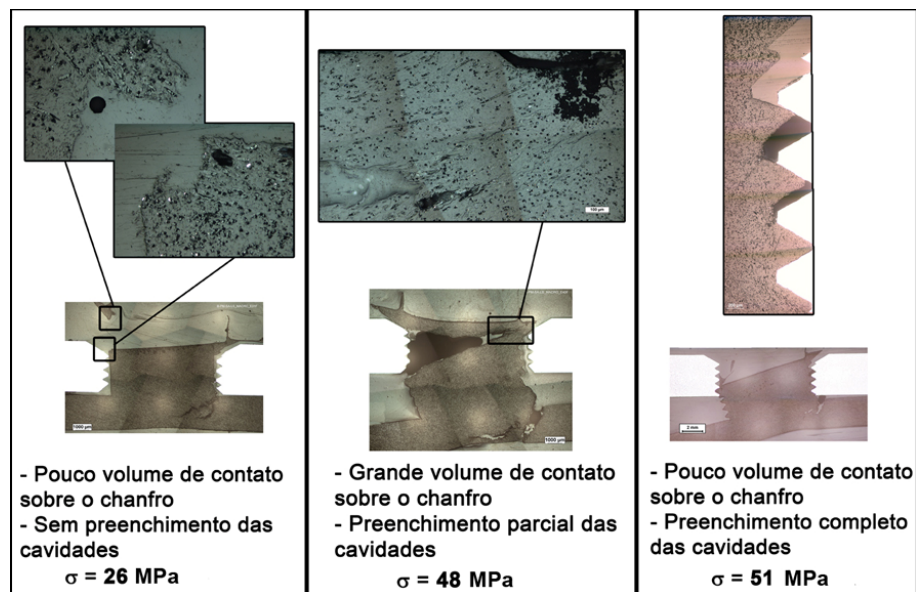


Figura 6.24 – Efeitos observados em amostras ensaiadas em cisalhamento por tração com: a) amostras com resistência reduzida; b) amostras com boa resistência, mas com pouco preenchimento das cavidades; e c) amostra com boa resistência, porém com pouco volume de material sobre o chanfro.

A Figura 6.24 mostra três juntas ICJ de mesma geometria de cavidades fabricadas em diferentes condições, após o ensaio mecânico. Os efeitos da conformação que o material polimérico assume afetam o aspecto da falha observada, e os efeitos sobre a resistência mecânica são evidenciados. Na Figura 6.24a o material no chanfro se desprende do resto do pino; as fotos em detalhe mostram a pequena área de contato que rompeu, devido ao volume insuficiente de material sobre o chanfro projetado. Além disso, essa junta não apresentou um preenchimento satisfatório das cavidades, reduzindo a resistência mecânica.

A Figura 6.24b mostra uma junta com grande volume de material sobre o chanfro e preenchimento parcial da cavidade. É possível observar que a fratura ocorreu por arrancamento de um “tampo” com o formato do chanfro, separando o pino por uma região preferencial perpendicular ao comprimento do pino. Tal direção de propagação de trinca pode ser um indício de uma região com

mudanças bruscas de propriedades, como a interface entre as PZTMA e PZTA. Embora o preenchimento não seja completo, a junta chegou a quase o dobro de resistência mecânica da junta da Figura 6.24a, mostrando que é essencial ter certo volume de material sobre o chanfro para suportar as solicitações.

Na Figura 6.24c observa-se uma junta que não tem muito volume de material sobre o chanfro, porém há um preenchimento excelente das cavidades, rendendo a ela um desempenho mecânico alto, um pouco maior do que o da junta da Figura 6.24b. Dessas observações preliminares conclui-se que, a geometria ideal para o pino polimérico conformado é resultado da combinação de preenchimento otimizado das cavidades, e bom volume de material no topo do pino, de preferência sobre uma superfície chanfrada na cavidade metálica, para suportar a massa de compósito.

Para se obter a geometria conformada final desejada do pino de compósito, deve haver uma seleção otimizada de parâmetros de união que promovam o aporte térmico e a taxa de cisalhamento adequados. O controle destes parâmetros é essencial para alcançar a viscosidade ideal do compósito, para que haja fluidez suficiente para induzir preenchimento das cavidades e ao mesmo tempo para induzir a formação de um bom volume de compósito polimérico para ancoramento mecânico no topo da placa metálica.

O fornecimento de calor (aporte térmico) é controlado pela temperatura de processamento e o tempo de aquecimento do material. Quanto mais calor, menor a viscosidade do polímero. Outro fator que afeta a viscosidade no ICJ é a taxa de injeção usada. Em uma analogia com a taxa de cisalhamento, maiores taxas reduzem a viscosidade do polímero (ver capítulo 6.2.2 – Monitoramento da Força de Reação). Controlando esses parâmetros corretamente é possível obter uma geometria com bom preenchimento das cavidades, e sem desperdício de material para o exterior da câmara quente. A Figura 6.25 mostra como a temperatura de processamento e tempo de aquecimento influenciam a formação da junta.

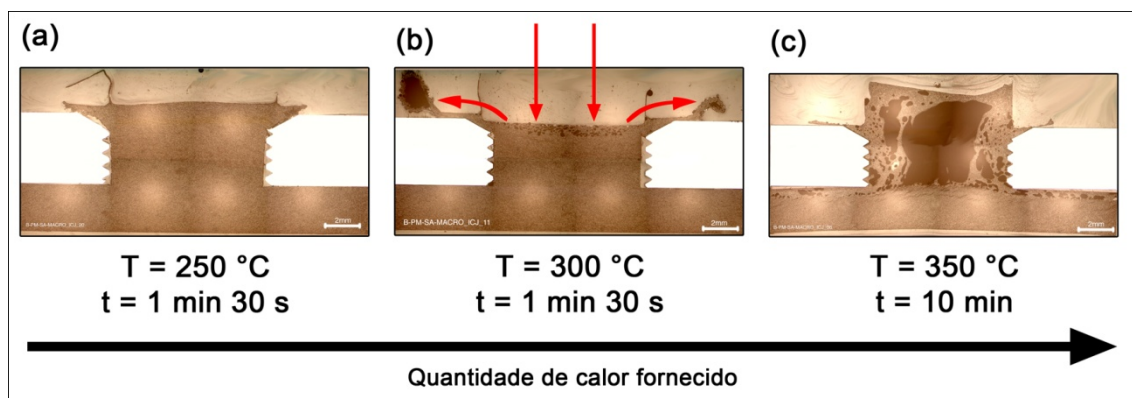


Figura 6.25 – Efeito do aumento no aporte térmico (quantidade de calor fornecida) sobre a geometria do pino polimérico processado: a) calor reduzido diminuindo a fluidez do polímero; b) aumento do calor levando a maior fluidez do compósito que é conformado com maior facilidade, sendo deslocado da parte central do pino polimérico; c) calor excessivo levando a diminuição acentuada da viscosidade, com bom preenchimento da cavidade mas com geração de defeitos volumétricos.

Na Figura 6.25a a junta processada a 250 °C por um minuto e meio apresenta grande volume de material em seu topo, sem preenchimento da cavidade. A combinação de parâmetros não foi suficiente para gerar o estado viscoso que permitisse fluxo. Na Figura 6.25b, em uma união a 300 °C por um minuto e meio o polímero já teve maior facilidade para fluir, porém foi empurrado para o exterior da câmara quente como mostram as setas, prejudicando o preenchimento das cavidades. Um exemplo mais extremo é mostrado na Figura 6.25c, em uma amostra processada a 350 °C, bem acima da temperatura de fusão cristalina, por 10 minutos. O efeito é um bom preenchimento de cavidades, porém com grande volume de defeitos volumétricos no pino provavelmente oriundas de degradação térmica e evolução de água estrutural, o que compromete a integridade do rebite formado.

A Figura 6.26 mostra as seções longitudinais (paralelas à direção de solicação mecânica) das juntas ICJ sobrepostas que foram ensaiadas em cisalhamento

por tração. A sequência descrita nas Figura 6.21 e Figura 6.22 é predominante em juntas ICJ. A rotação do pino proporciona a nucleação de uma trinca em sua base, que se propaga em direção à superfície inferior da placa de compósito. Este movimento rotativo tem a tendência de arrancar o pino da placa, resultando na nucleação de uma trinca radial secundária no topo do pino de compósito como claramente observado para a amostra “Time”. Um esquema dos mecanismos de nucleação e propagação de trincas discutidos é apresentado na Figura 6.27. Na Figura 6.27a é mostrado sítio de nucleação da trinca secundária radial, e na Figura 6.27b são mostrados os sítios de nucleação da trinca principal. Uma seção longitudinal de uma amostra ensaiada é apresentada na Figura 6.27c, mostrando os sítios de nucleação descritos.

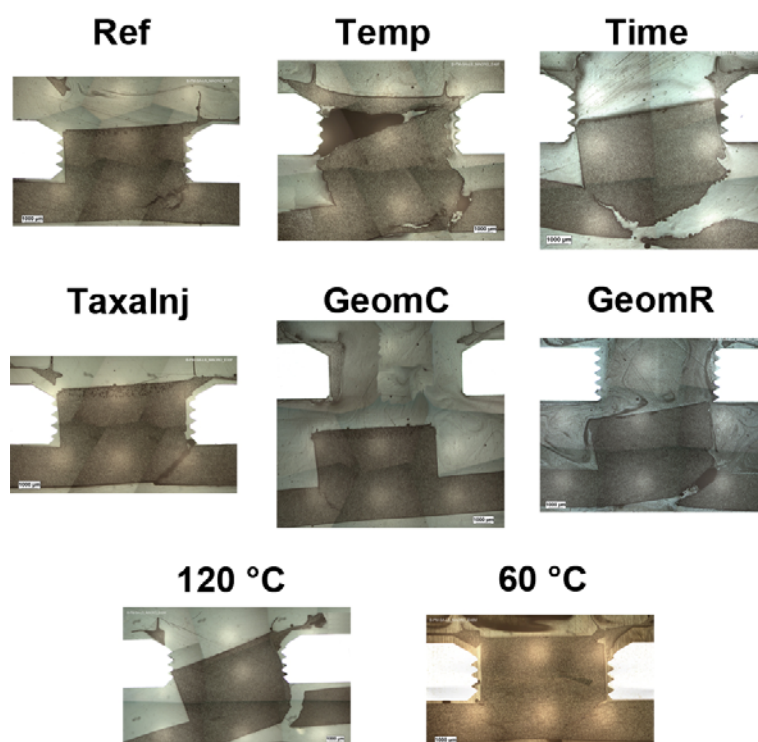


Figura 6.26 – Macrografias das seções transversais de juntas sobrepostas ensaiadas em cisalhamento por tração.

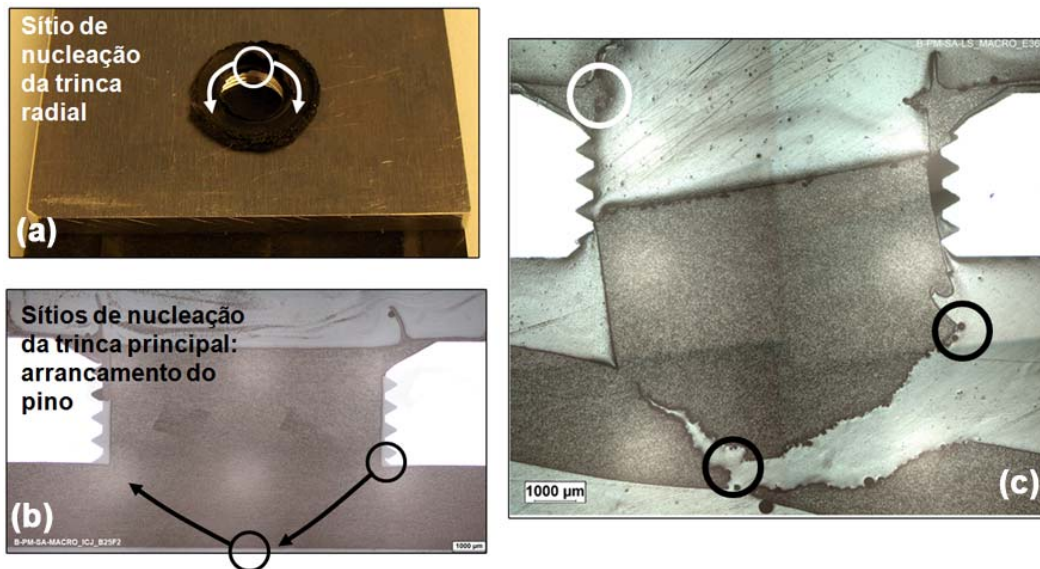


Figura 6.27 – Nucleação das trincas em uma junta ICJ solicitada em cisalhamento por tração: a) trinca secundária radial no topo do pino, com seu sentido de propagação; b) trinca principal que causa o arrancamento do pino; c) seção longitudinal de uma junta ensaiada, destacando os sítios de nucleação descritos em (a) e (b).

Entretanto, este tipo de fratura não é o único em juntas de ICJ de compósito de poliamida/alumínio. Foram identificados dois tipos de fraturas relacionadas ao nível de umidade no polímero. O primeiro é do tipo dúctil (Figura 6.28a), consistindo em arrancamento total do pino. Há nucleação da trinca nos círculos pretos da Figura 6.27 se propagando radialmente através da base do pino; esse tipo de fratura é característica de um material que não sofreu secagem, portanto é mais dúctil devido ao efeito plastificante da água em poliamidas [22]. O segundo é do tipo frágil (Figura 6.28b) apresentando uma falha catastrófica (do tipo *net-tension* [120]). Neste caso a trinca se inicia na base do pino de compósito, e se propaga ao longo da largura da placa de compósito. Este efeito foi observado nas juntas produzidas com placas submetidas à secagem por 24 horas a 120 °C. A secagem por 24 horas a 60 °C não foi suficiente para induzir a amostra à falha do tipo *net-tension* (Figura 6.28b).

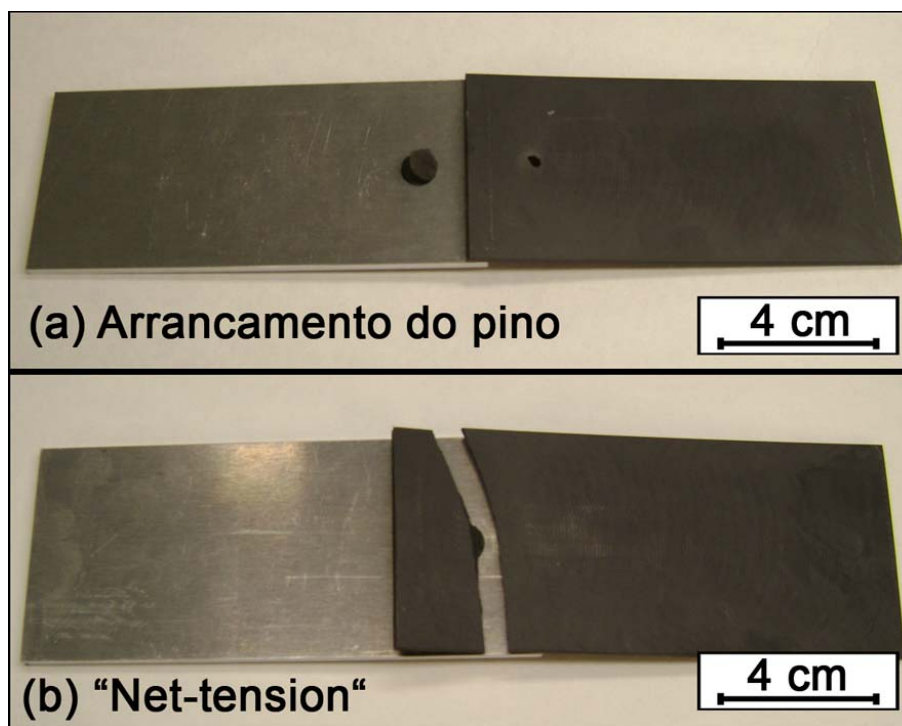


Figura 6.28 – Tipos de fratura associadas a níveis diferentes de umidade nas juntas ICJ estudadas: a) falha por arrancamento do pino; e b) falha por quebra da placa (*net-tension*) [96].

Ao realizar-se a secagem das placas de poliamida antes da união, a perda de umidade faz com que o material se torne mais frágil, pela redução do efeito plastificante da água no polímero. Nas amostras tratadas a 60 °C por 24 horas a perda média em massa (eliminação de água estrutural) foi de 0,71%, e nas amostras tratadas a 120 °C por 24 horas a perda foi de 1,65%. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (Figura 6.29) mostram detalhes da diferença da superfície de fratura nos dois casos apresentados na Figura 6.28. A amostra seca a 60 °C (Figura 6.29a) mostrou a presença de fibrilas alongadas perpendicularmente à direção de propagação de trincas; essas estruturas são características de deformação plástica local tipicamente encontrada em fratura não-catastrófica [121; 122]. Esse caso foi observado nas amostras que falharam de modo dúctil, por arrancamento do pino. Na fratura frágil da Figura 6.29b, a matriz de compósito se deforma pouco, e sua

superfície de fratura é lisa, característica de fraturas de rápida propagação (catastróficas). Também é possível ver nesta foto o arrancamento de algumas esferas de segunda fase presente na matriz, caracterizando um fenômeno de *pull-out* ocorrendo durante a solitação. Resultados adicionais da investigação entre diferença das superfícies de fratura é mostrada também no Apêndice F.

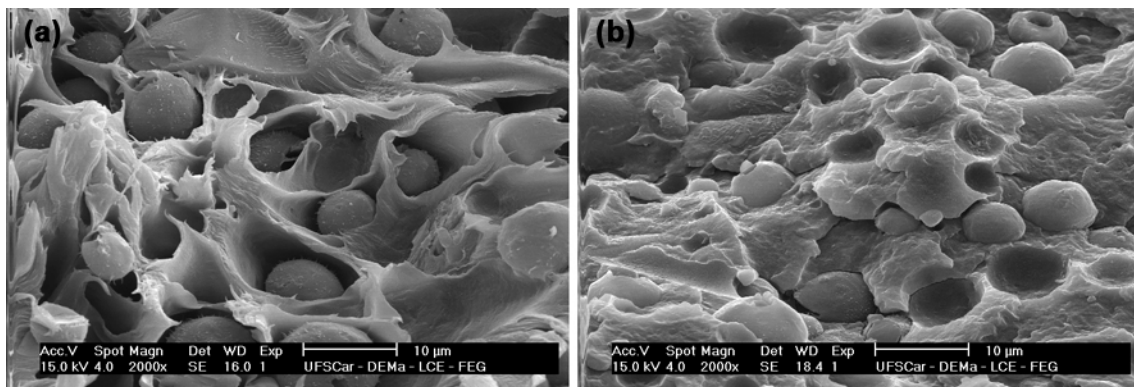


Figura 6.29 – Detalhes da superfície de fratura da placa de PA66/30%FV: a) arrancamento do pino, fratura dúctil (amostra seca por 24 horas a 60 °C); b) *net-tension*, fratura frágil (amostra seca por 24 horas a 120 °C).

O surgimento dos dois tipos de fratura relacionados à umidade estrutural do compósito durante o ensaio de cisalhamento por tração foi estudado usando a técnica Aramis® para visualizar a evolução da deformação *in situ* sobre a superfície da placa de compósito. A Figura 6.30a mostra a parte inferior da junta sobreposta com a placa de compósito preparada (pintada com um padrão de pontos pretos em fundo branco) no início do ensaio ($t=0$). A sequência de fotos mostra a distribuição de tensões, enquanto monitorando o ensaio ($t_3 > t_2 > t_1$). A sequência da amostra seca a 60 °C aponta uma concentração de tensões em volta da base do pino de compósito, enquanto na Figura 6.30b há o detalhe da fratura vista pela lateral e uma macrografia da seção longitudinal de uma amostra que sofreu esse tipo de falha, mostrando o arrancamento do pino.

A amostra seca a 120 °C apresentou uma distribuição de tensões inicialmente se concentrando ao redor da base do pino de compósito, e finalmente se distribuindo no sentido da largura da placa, culminando em uma fratura catastrófica com a quebra da placa (falha por *net-tension* [120]), como observado na Figura 6.30c.

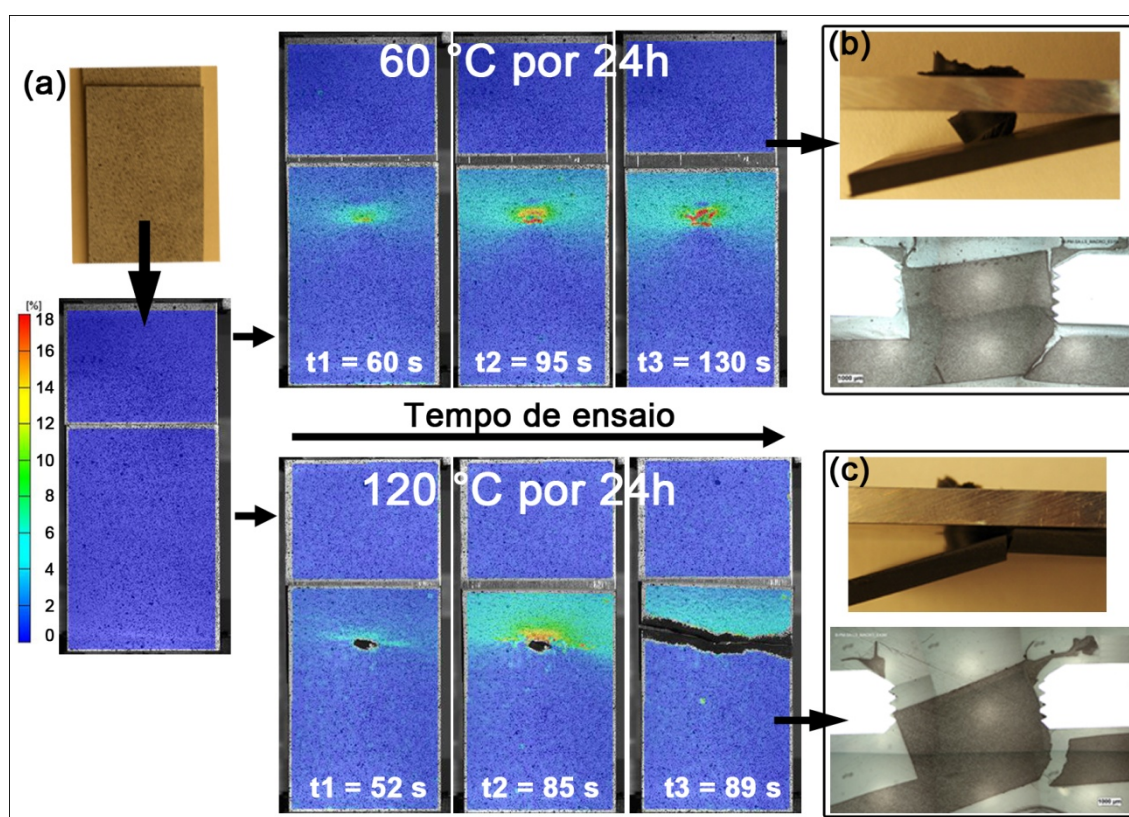


Figura 6.30 – Distribuição da deformação e tipo de falha observado em juntas ICJ secas em diferentes temperaturas antes do processo de união: (a) amostra preparada no início do ensaio ($t=0$), e evolução da distribuição de deformação na superfície inferior da placa, durante três estágios do ensaio até a falha; (b) detalhes da falha por arrancamento do pino; e (c) detalhes da falha por *net-tension*.

O uso do sistema Aramis[®] mostrou a distribuição de tensões em cada tipo de falha, ajudando a compreender como o material se comporta quando sob

solicitação. Como descrito na Figura 6.21, durante o ensaio de cisalhamento por tração a solicitação é concentrada na região do pino. Em amostras unidas sem eliminação prévia da umidade estrutural (“como recebido”) e as amostras previamente secas a 60 °C por 24 horas, a tensão aplicada arranca o pino gradualmente. Em uma amostra seca a 120°C por 24 horas, com menos umidade e maior rigidez, o pino não é arrancado da placa, e a tensão de solicitação é redistribuída para a placa perpendicularmente à direção de solicitação até a ocorrência da falha catastrófica. É sabido que a cristalinidade do compósito pode influenciar diretamente a resistência mecânica [9]. Deste modo, essa propriedade foi investigada por calorimetria diferencial exploratória (DSC) para as peças plásticas no estado “como recebido” e das que passaram por secagem prévia ao processo de união, visando descobrir se a causa da fratura frágil poderia ser atribuída a diferenças na cristalinidade após o processamento. Porém os resultados não indicaram alterações significativas nesta propriedade. Estes resultados são discutidos com mais detalhes no capítulo 6.2.7.

Destes tipos de falha identificados, é preferível para as aplicações idealizadas a falha não catastrófica por arrancamento do pino. Falhas catastróficas como por *net-tension* são imprevisíveis, dificultando o trabalho de inspeção e prevenção de falhas em uma estrutura. Faz-se necessária também uma melhoria de projeto na geometria das placas poliméricas, evitando usar cantos vivos na região do pino, para diminuir o efeito de concentração de tensões. Espera-se que uma seção arredondada aumente a tenacidade da junta e sua resistência às solicitações em regime dinâmico.

6.2.7. Mudanças Físico-químicas no Compósito Processado: Decomposição, Degradação e Cristalinidade

A investigação da decomposição da PA66/FV30% após o processamento por ICJ foi feita através do estudo das curvas de TG e de sua derivada em função do tempo (DTG). Nestas curvas foi identificada uma faixa de decomposição

(FD) do material. Através do programa “TA Universal Analysis 2000”, foram determinados os pontos de início e final da inflexão da curva de TG, o resíduo em massa, e o ponto máximo da curva de DTG. A Figura 6.31 mostra um exemplo do esquema da determinação dos pontos de importância da faixa de decomposição (FD) nas curvas de TG e DTG. Na Figura 6.32 estão as curvas de TG de todas as amostras. Nestes ensaios foi incluída para fins de comparação uma junta “Defeituosa” produzida com excessivo aporte térmico (350 °C por 10 minutos).

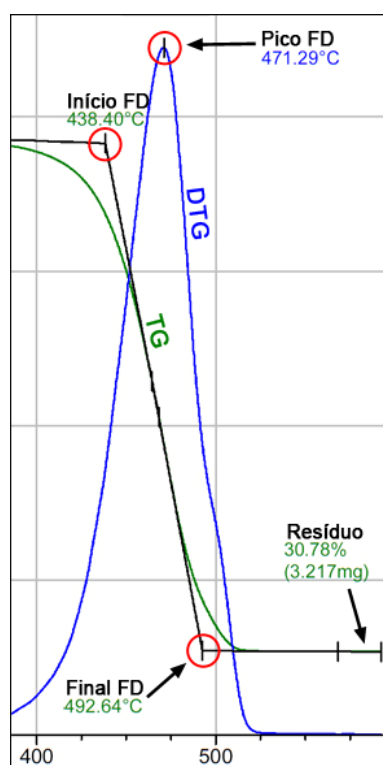


Figura 6.31 – Determinação da faixa de decomposição do material através das curvas obtidas por termogravimetria. A curva de TG está em cor verde, e a de DTG em cor azul.

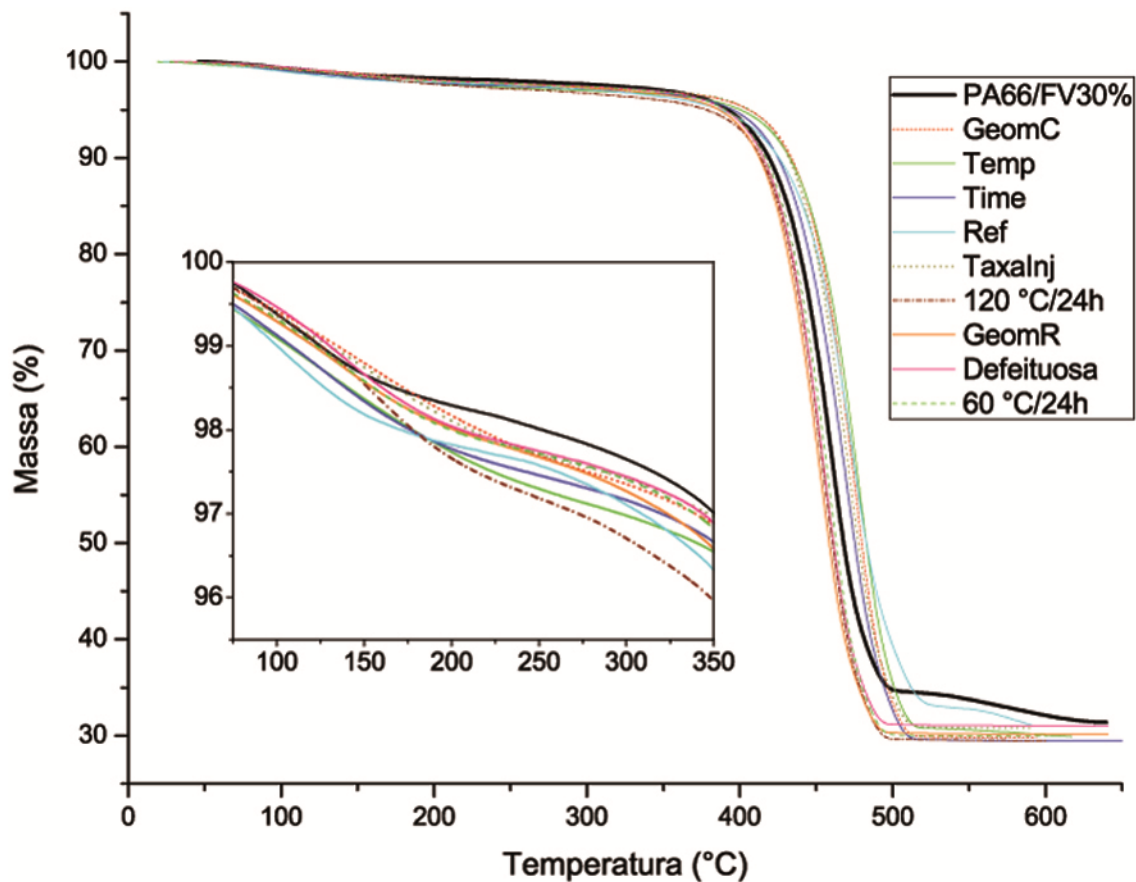


Figura 6.32 – Curvas de termogravimetria (TG) para as amostras do planejamento experimental, do material de base e de uma amostra “Defeituosa” produzida com alto aporte térmico (350 °C por 10 minutos).

O gráfico da Figura 6.32 mostra a faixa de decomposição do compósito de poliamida (curva PA66/FV30%) entre as temperaturas de 380 °C e 520 °C, aproximadamente. Antes disso, porém, na faixa entre 100 °C e 300 °C há uma perda de massa de 2% a 3%, devido à eliminação de água absorvida e evolução de voláteis mais leves. Tais observações encontram-se de acordo com os dados de literatura [12; 14] A perda de peso na curva de TG relativa à FD da poliamida representa reações que levam à evolução dos voláteis H₂O, CO, CO₂, NH₃, fragmentos de hidrocarbonetos, e cisão das cadeias conforme descrito no capítulo 3.1. Além da decomposição da PA66 é provável que a

decomposição da segunda fase polimérica ocorra na mesma faixa de temperatura, já que não há outra perda de massa representativa.

É sabido que a difusão de oxigênio pode afetar a taxa de degradação de componentes poliméricos. Por este processo ser feito em ambiente natural, com presença de oxigênio, pode ocorrer degradação termooxidativa [12; 123]. Estudos de quimioluminescência mostram estágios iniciais de oxidação do carbono α ligado ao nitrogênio na cadeia principal em temperaturas de 120 °C a 160 °C [124]. O esquema de degradação termooxidativa continua até a formação de imidas e amidas hidroxiladas, resultando em cisão de cadeias no final [16]. A ocorrência deste fenômeno durante o processo de ICJ é possível devido aos diferentes aportes térmicos para cada condição de processamento usada, e poderiam-se esperar diferentes curvas de TG, dependendo do nível de oxidação ou degradação induzido. Entretanto os ensaios de TG não possibilitaram a quantificação da degradação, sendo necessária uma técnica adicional de espectroscopia para monitorar o sistema.

Em TG, as perdas de massa registradas no ensaio são referentes à decomposição do material. Como o processo de oxidação da PA66 deixa-a mais propensa à degradação, o processo de decomposição de um material mais oxidado por processamento térmico (o caso do ICJ) pode começar antes do material de base “como-recebido”. Esse início é referenciado pela temperatura de início da FD. O pico da FD é o ponto de maior taxa de decomposição do material, indicado pelo pico máximo da curva de DTG. O final da FD define também a amplitude desta faixa, mostrando quanto tempo cada material leva até a decomposição completa. A presença de inflexões adicionais nas curvas de DTG indica o início de decomposição de grupos adicionais, porém estas não foram observadas na maioria das condições de processamento. As curvas de DTG das amostras são apresentadas no gráfico da Figura 6.33. O gráfico inserido mostra o detalhe dos pontos máximos das curvas. Nota-se no gráfico de DTG que há um pequeno ombro formado na base do pico de ponto máximo, provavelmente relacionado à decomposição da segunda fase polimérica.

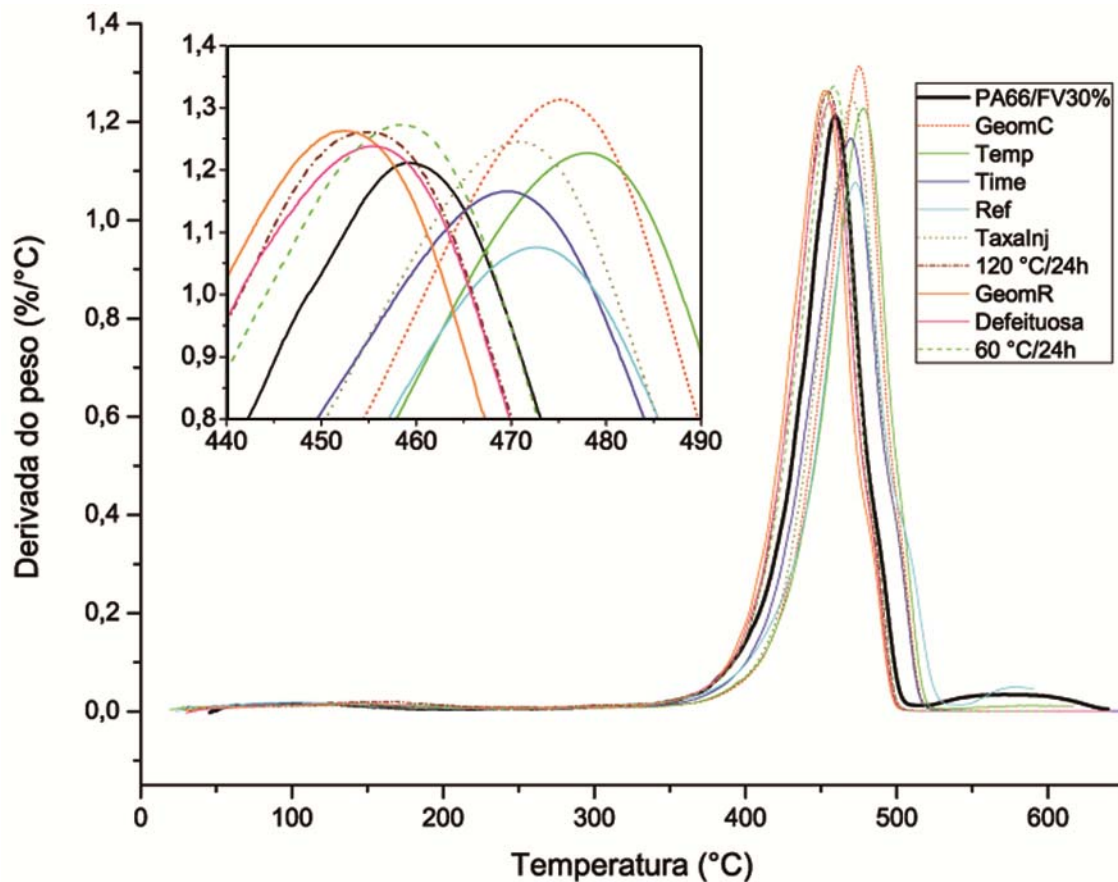


Figura 6.33 – Curvas de DTG das amostras, mostrando o pico da faixa de decomposição da PA66/FV30% para cada condição de processamento, do material de base e de uma amostra “Defeituosa” produzida com alto aporte térmico (350 °C por 10 minutos).

Os valores de início, pico e final da faixa de decomposição, a amplitude dos picos de FD e a porcentagem em peso dos resíduos estão listados na Tabela 6.5. Os valores de resíduo para as amostras foram muito próximos do valor nominal de 30% de reforço em peso de fibra de vidro. A proximidade destes valores indica que o material é homogêneo no que tange à porcentagem em peso de fibras de vidro. A tabela está ordenada do valor de início da FD mais baixo para o mais alto, sobressaltando as amostras na qual a decomposição se iniciou antes. Observando as outras colunas de pico e final da FD nota-se que

há a mesma tendência de aumento de temperatura. Em relação à amplitude da FD não há uma regularidade, sendo a diferença entre a maior amplitude e a menor é de apenas 7,5 °C.

Tabela 6.5 – Temperaturas relativas à faixa de decomposição da PA66/FV30% processada por ICJ em variadas condições.

Amostras	Faixa de Decomposição (°C)				
	Início	Pico	Fim	Amplitude	Resíduo (%)
<i>GeomR</i>	422	452	474	52	31,4
<i>Defeituosa</i>	422	455	477	54	31,1
<i>120 °C/24h</i>	423	455	477	54	30,0
<i>60 °C/24h</i>	426	458	479	53	29,5
<i>PA66/FV30%</i>	430	459	480	50	30,8
<i>Taxa Injeção</i>	438	471	493	54	29,5
<i>Tempo</i>	439	470	493	54	30,0
<i>Ref</i>	440	473	497	57	29,8
<i>GeomC</i>	444	475	495	51	30,1
<i>Temperatura</i>	445	478	498	53	31,0

As variações na FD das amostras não são representativas de níveis de degradação sofridos no processamento em relação ao material “como recebido” (ver Figura 6.4). Por ser um compósito de três componentes, com o desconhecimento da natureza na segunda fase polimérica, é difícil determinar os níveis de degradação. Caracterização por GPC e por TG acoplado a FT-IR seriam técnicas adequadas visando alcançar com precisão o efeito do processo sobre o material. Porém, algumas suposições podem ser feitas. Em relação à amostra “Defeituosa”, é natural que o maior aporte térmico usado no processamento tenha causado uma parcela maior de oxidação ou cisão termooxidativa das cadeias poliméricas, justificando o início prévio da FD (em 422,46 °C). As amostras que passaram por secagem durante 24 horas a 120 °C e 60 °C sofreram provavelmente uma porcentagem de degradação hidrolítica durante o processo de secagem. Thomason [118] estudou os efeitos da hidrólise sobre as propriedades mecânicas e de estabilidade dimensional da

PA6,6 no compósito. Condicionamento das amostras a 120 °C mostrou que em 24 horas o material já perde 50% de seu módulo elástico e resistência à tração. Gonçalves et al. [16] estudaram mecanismos de degradação hidrolítica e concluíram que, quando exposta à água, uma energia de ativação de apenas 15 ± 2 kJ/mol é necessária para permitir movimentação das cadeias e segmentos da PA66 de modo a facilitar as reações necessárias para a degradação.

As curvas de DSC foram analisadas usando o programa “TA Universal Analysis 2000”. Foram determinados os picos de fusão cristalina ($T_{\text{fusão}}$) e de cristalização (T_{crist}), além das energias de fusão ($E_{\text{fusão}}$) e cristalização (E_{crist}), de acordo com a Figura 6.34. A cristalinidade do material foi calculada usando a Equação 6.3 [125] dos termogramas de DSC (apresentados no Apêndice G). A Tabela 6.6 contém os dados obtidos e calculados das curvas de DSC.

$$X_c = \frac{\Delta H_f}{(1 - \Phi)\Delta H_f^0} \times 100\% \quad (6.3)$$

Onde X_c é a cristalinidade da amostra em porcentagem; ΔH_f é a energia de fusão cristalina da amostra (J/g); Φ é a fração em massa de reforço na amostra; e ΔH_f^0 é a energia necessária para fundir uma amostra 100% cristalina de PA66 (196 J/g [113]). É importante notar, porém, que devido à impureza do material, com a presença de uma segunda fase polimérica desconhecida, o valor não é completamente representativo da cristalinidade do material.

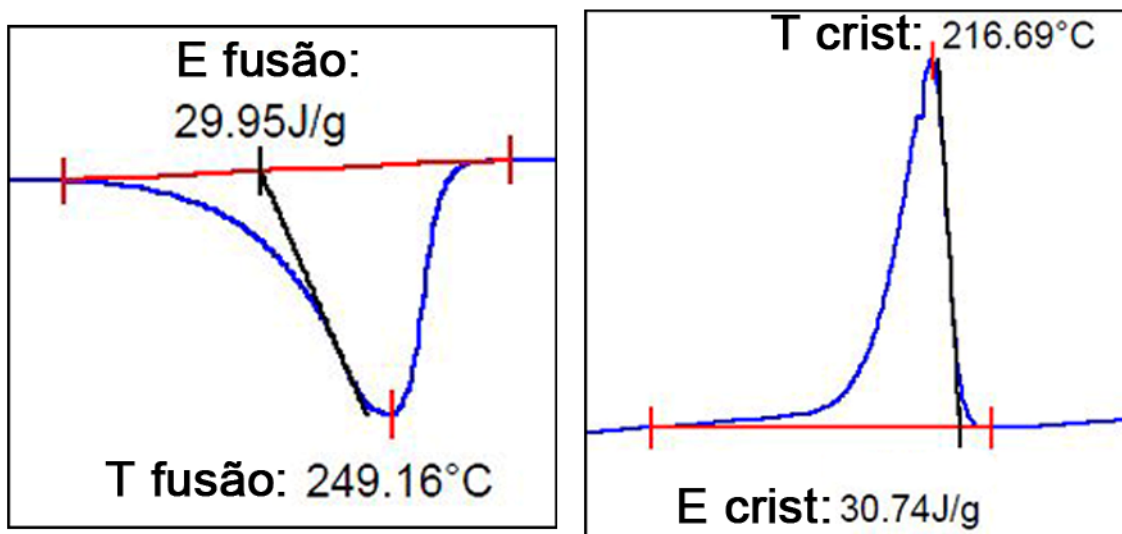


Figura 6.34 – Exemplo de obtenção de dados de fusão e cristalização nas curvas de DSC para a amostra de material de base PA66/FV30%

Tabela 6.6 – Dados de fusão, cristalinidade percentual e cristalização das amostras de material de base “como recebido” e das amostras processadas por ICJ de PA66.

Amostras	Tfusão (°C)	Efusão (J/g)	Cristalinidade (%)	Tcrist (°C)	Ecrist (J/g)
PA66/FV30%	248	30	22	217	32
Defeituosa	249	28	21	211	29
Ref	257	29	21	223	31
Temperatura	257	31	23	223	30
Tempo	256	30	22	223	30
Taxa Injeção	257	29	21	220	30
120 °C/24h	256	29	21	219	31
60 °C/24h	257	30	22	220	30
GeomC	259	29	21	223	31
GeomR	257	28	20	220	30

OBS: As E fusão e E crist correspondem apenas ao material polimérico do compósito.

A Tabela 6.6 foi ordenada com a menor para a maior temperatura de fusão, com a intenção de facilitar a interpretação dos resultados. Além dos picos característicos da PA66 para fusão durante o aquecimento, e para cristalização

durante o resfriamento, foram notados picos adicionais de fusão e cristalização, respectivamente nas faixas de 100-125 °C (aquecimento), e de 106-107 °C (resfriamento). Estes picos podem ser vistos na Figura 6.4b. A energia associada à fusão e cristalização nestes picos está nas faixas de 0,4-1,4 J/g e 2,4-3,0 J/g, respectivamente. Os picos parecem ser referentes à segunda fase polimérica observada nas micrografias da Figura 6.2.

Comparando os valores de temperatura de fusão cristalina ($T_{\text{fusão}}$) das amostras processadas com a $T_{\text{fusão}}$ do material “como recebido”, são notadas duas faixas de temperatura. O material de base PA66/FV30% e a amostra de alto aporte térmico “Defeituosa” apresentaram temperaturas de 248-249 °C. Todas as outras têm a $T_{\text{fusão}}$ na faixa de 256-259 °C. A diferença é difícil de ser interpretada devido à presença da segunda fase polimérica, e a falta de informação sobre como elas interagem no processamento. O uso de compatibilizantes pode criar reações nas interfaces, que durante o processamento alterem a estrutura dos materiais, aumentando, portanto a temperatura necessária para fundir o volume ordenado (cristalitos) do material [111; 114]. No caso da “Defeituosa” o calor em excesso pode ter degradado parte do polímero, de modo que a $T_{\text{fusão}}$ é próxima à do material de base. O que pode ser afirmado para estas amostras é que embora haja diferentes temperaturas de fusão cristalina, todas tiveram energias para fusão muito próximas, o que indica que a porcentagem de cristalinidade original não foi significativamente afetada pelo processamento.

As temperaturas de cristalização (T_{crist}) parecem ter aumentado após o processamento, em relação à do material de base (217 °C). Os valores mais altos são um indicativo de que o processo de nucleação de cristalitos ocorre mais cedo, sugerindo que o processo causou uma redução na força motriz para esse fenômeno. Normalmente isso é associado à criação de novas superfícies para nucleação heterogênea da matriz [111; 114], como por exemplo, a quebra de fibras de vidro observada após a união por ICJ. As energias de cristalização são correspondentes apenas à PA66, e não do compósito como um todo. Os valores próximos de cristalinidade indicam homogeneidade no compósito,

mesmo com a presença de fibras de vidro e de uma segunda fase polimérica, que alteram a condutividade térmica do material, o que poderia alterar as medidas do DSC.

7. RESUMO DOS RESULTADOS

Este capítulo apresenta um breve resumo dos principais resultados observados neste trabalho de mestrado.

- A etapa de monitoramento térmico do processo (capítulo 6.2.1) confirmou a configuração do protótipo utilizado. Além disso, as temperaturas registradas foram úteis na análise dos efeitos microestruturais sofridos pelos materiais de acordo com o projeto de experimento. Do mesmo modo, o monitoramento da força de reação (capítulo 6.2.2) foi condizente com os parâmetros de processo usados no que tange à sua influência na fluidez do polímero e sua capacidade de preenchimento da cavidade metálica, ajudando na compreensão do funcionamento do processo.
- A tentativa de determinação das zonas térmicas por microscopia identificou claramente a PZTMA, através das linhas de fluxo, microtrincas e linhas de pressão hidrostáticas observadas neste volume. A PZTA não foi possível de ser diferenciada do material de base através de microscopia e microdureza. Os resultados de microdureza tiveram caráter apenas qualitativo, não sendo possível observar diferenças significativas entre as condições de processo e os materiais de base, nem delimitar as zonas térmicas idealizadas para o processo.
- As macro- e microestrutura formadas nas juntas foram discutidas extensamente na capítulo 6.2.3. Durante a pesquisa realizada foram obtidas juntas com a geometria final desejada, ou seja, preenchimento completo das cavidades, caracterizando uma junta ICJ íntegra. Entretanto, nas condições de processamento usadas a maioria das amostras não teve um preenchimento completo das cavidades. De acordo com a discussão sobre uma geometria preferencial para bom rendimento mecânico (Figura 6.24) e o comportamento sob solicitação (Figura 6.21), o ideal é que haja este preenchimento, e ainda um bom volume de material sobre o chanfro, para maior área de contato e sustentação da carga durante a rotação do pino.

Observando as macrografias das amostras na Figura 6.12, fica claro que as juntas produzidas no protótipo não demonstraram uma regularidade em nenhum destes aspectos, sendo necessário maior controle do processo para esta finalidade. Faz-se necessário um estudo mais aprofundado para possibilitar uma seleção mais adequada de parâmetros de união para otimizar o aporte térmico e a taxa de cisalhamento aplicada. Isso pode ser feito através, por exemplo, de um melhor controle da taxa de injeção diretamente vinculada ao sistema de movimento do pistão, que atualmente é realizado manualmente. Assim espera diminuir ou mesmo evitar a perda de material para a zona exterior ao topo do pino polimérico (Figura 6.25b). Os parâmetros escolhidos devem favorecer a fluidez do material (menor viscosidade) para que ele consiga preencher a geometria da cavidade metálica, porém sem escapar para o exterior da junta. Deste modo, maiores temperaturas, tempos de aquecimento e taxa de cisalhamento seriam favoráveis para diminuir a viscosidade do material.

- Apesar das atividades deste mestrado ter abordado apenas a viabilidade do processo através de um estudo inicial sobre juntas multimateriais, foi possível se obter estruturas íntegras, com bom ancoramento mecânico e com acabamento superficial esteticamente agradável. Espera-se que o desenvolvimento contínuo do processo, permitirá a otimização das propriedades da junta através da melhoria do ancoramento por geometrias das cavidades melhoradas, e do desenvolvimento de equipamentos com maior controle e monitoramento do processo.
- As propriedades mecânicas globais da junta foram estudadas em ensaios de cisalhamento por tração, e os resultados analisados por ANOVA a fim de definir os parâmetros de processo de influência significativa na resistência mecânica de juntas ICJ. Os parâmetros “Tempo de aquecimento” e “Temperatura de processamento”, e as variáveis de “Geometria de cavidades” e “Secagem” se mostraram significantes de acordo com a ANOVA. A análise do fator “Taxa de injeção” não indicou mudanças significativas na resistência mecânica. De modo geral, as influências

verificadas como positivas (maior resistência mecânica) são condizentes com o mecanismo proposto de sustentação da solicitação de cisalhamento. Menores temperaturas e tempos de aquecimento, e as geometrias favoráveis criam maior volume de material sobre o chanfro; e as amostras que sofreram secagem são mais rígidas por não conter tanta água estrutural agindo como plastificante. Em termos absolutos, as juntas ICJ produzidas sustentaram forças desde 836 N até 2059 N. Estas forças correspondem a tensões de apoio de 21 MPa até 51 MPa, chegando portanto, a 88,5% do limite de resistência à tração experimental do material de base, um resultado favorável para esse tipo de junta. Levando em conta estes bons resultados em um estudo inicial, espera-se que condições otimizadas deste processo podem criar juntas ainda mais resistentes.

- Foram observados dois tipos de fratura em juntas ICJ sobrepostas. O modo de “arrancamento do pino” ocorreu para amostras unidas no estado “como recebido” e na amostra seca por 24 horas a 60 °C, cuja quantidade de água estrutural levou a um mecanismo de fratura dúctil. A rotação do pino durante a solicitação (Figura 6.21b) chega a um ponto crítico onde se inicia um arrancamento do pino. O pino se engasta na parede metálica conforme a placa é tracionada, iniciando uma ruptura na divisão entre o pino e a placa, que se estende até a base do pino, caracterizando um arrancamento; paralelamente um mecanismo de fratura secundária acontece radialmente no topo do pino no material consolidado, contribuindo adicionalmente para o aumento da resistência global da junta. A falha por “net-tension” foi observada em amostras que passaram por secagem por 24 horas a 120 °C. A tensão aplicada na placa polimérica produz uma falha catastrófica ao longo de sua largura, também concentrada na região do pino. A distribuição de deformação analisada com o sistema Aramis[®] confirmou graficamente a natureza dos dois tipos de fratura. Embora alguns tipos de defeitos volumétricos tenham sido observados nas amostras, não se observou nenhuma correlação direta com os mecanismos e tipos de fratura observados. A fratura por “net-tension” atingiu na média tensões de apoio de $30 \pm 1,9$ MPa, enquanto uma junta íntegra que falha por arrancamento

do pino alcança médias de até 45 MPa. Além do desempenho mecânico inferior, a falha catastrófica por “net-tension” é indesejada em aplicações de engenharia, sendo preferível o tipo de falha dúctil de arrancamento do pino.

- Os efeitos do processo sobre a liga AA2024-T351 foram investigados por microscopia ótica e microdureza. Embora o monitoramento térmico indique que uma região do material possa ter sofrido alterações em sua subestrutura, havendo dissolução das zonas GPB e surgimento de fase estável S incoerente [48], o tratamento térmico não é suficiente para alterações microestruturais no material. As micrografias e os perfis de microdureza não identificaram nenhuma alteração significativa na microestrutura ou nas propriedades mecânicas localizadas.
- As imagens de microscopia e μ CT mostraram a interação da PA66/FV30% com as cavidades usinadas na AA2024-T351 e os efeitos observados sobre o compósito polimérico. Observações da interface mostraram que a adesão entre o polímero e o metal ocorreu de modo parcial, através de adesão em pequenas regiões na rugosidade superficial do alumínio, porém em níveis pequenos não contribuindo significativamente para a resistência mecânica global. A adesão poderia ser melhorada através de tratamentos superficiais simples no metal que aumentem a rugosidade, como jateamento de areia ou ataque ácido (*acid pickling*). Nessas regiões do compósito foi possível observar bem o fluxo de polímero, principalmente através da deformação da segunda fase polimérica e formação de microtrincas resultantes de deformação a frio de alguns volumes. Na escala macroscópica as juntas apresentaram também vãos entre os materiais, já esperados devido aos diferentes coeficientes de expansão térmica. Os mecanismos de fluxo de material polimérico e o preenchimento puderam ser mais bem elucidados nesse estudo.
- A análise dos fenômenos físico-químicos associados com o aporte térmico avaliados através de TG e DSC não foram conclusivos para determinar se houve degradação térmica do material polimérico. A possibilidade de oxidação da poliamida 6,6 durante o processo de união foi considerada,

efeito que pode facilitar a cisão de cadeias em aquecimentos posteriores. Mesmo assim as diferenças nas temperaturas de transição não foram conclusivas. As análises de TG conseguiram mostrar que a quantidade de fibras de vidro era condizente com o valor nominal do compósito usado. Nos ensaios de DSC a presença de uma segunda fase desconhecida na matriz dificultou a interpretação dos dados, mas foi possível observar que a cristalinidade da poliamida 6,6 não foi alterada de modo significativo durante o processamento, embora pequenas diferenças nas temperaturas de fusão e cristalização das amostras fossem observadas. Técnicas complementares de caracterização por espectroscopia por GPC podem ajudar no melhor entendimento desses fenômenos.

8. CONCLUSÕES

Considerando os objetivos estabelecidos para este trabalho, e a metodologia usada para cumpri-los, pode ser concluído que o estudo de viabilidade foi eficiente para mostrar as características do processo e compreender melhor seu funcionamento. O mecanismo de união proposto em sua idealização [7] foi confirmado. Este trabalho preliminar estudou ainda os parâmetros de processo e os efeitos deles em diversos aspectos pertinentes à junta, obtendo resultados consistentes com as teorias propostas. A união por ICJ se mostrou viável com materiais para aplicações na indústria de meios de transporte. O estudo usando liga de alumínio AA2024-T351 (indústria aeronáutica) e um compósito de poliamida 6,6 com 30% em peso de fibras curtas de vidro (indústria automotiva) demonstrou ser viável, resultando em juntas íntegras de boa resistência mecânica e bom acabamento superficial, obtidas em tempos razoavelmente curtos. É importante ressaltar que esta foi uma investigação preliminar sobre a técnica, portanto o processo ainda tem prospecção para otimização, como por exemplo, através de outros métodos de conformação do pino polimérico e melhor controle do processo.

Estas conclusões levaram em conta o aspecto científico e tecnológico da técnica de rebiteagem por injeção (ICJ). A técnica em si se mostrou eficiente na união de estruturas híbridas usando materiais de engenharia. As características gerais do processo descritas aqui podem ser a base para futuros estudos com outros materiais, necessitando apenas levar em conta diferenças em propriedades físicas e interação entre os componentes para uma adaptação satisfatória. O processo ainda satisfaz os itens descritos na motivação, por ser um processo de poucas etapas, rápido (em comparação com ligação adesiva por exemplo), sem adição de peso e sem usar produtos tóxicos. Os pontos fortes da técnica são: a) pouca ou nenhuma preparação superficial necessária além de usinagem da liga metálica; b) tecnologia simples; c) é uma técnica ambientalmente correta, sem produzir gases; d) não usa peças extras ou material de adição, reduzindo custos; e) o processamento é feito

unilateralmente; f) aplicável a linhas industriais (Apêndice 0); g) tem desempenho mecânico (solicitação estática) excelente. Algumas limitações da técnica são: a) produz apenas juntas pontuais; b) é um método de união permanente; c) a diferença no coeficiente de expansão térmica dificulta a montagem de grandes estruturas; d) quando usados termoplásticos de alta resistência térmica são necessários ciclos de união mais longos.

Alguns usos possíveis para esta técnica encontrados em aplicações automotivas como capôs e *front-ends* [4; 5], estruturas que atualmente usam uma moldura metálica e reforço de compósitos termoplásticos para redução de peso. As tendências de redução de emissões através de redução de peso vistas no mercado fazem da indústria de transportes o principal alvo do ICJ. As propriedades apresentadas e o comportamento mecânico e físico caracterizado reforçam o potencial desta técnica como uma alternativa aos métodos atuais de união de estruturas multimateriais.

9. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Aperfeiçoar o equipamento para investigação experimental da técnica de rebiteagem por injeção. O protótipo foi útil para um trabalho preliminar sobre a técnica, porém para maior consistência e reprodutibilidade dos resultados uma máquina de maior precisão e flexibilidade é necessária.
- Estudar a técnica com outras combinações de materiais e/ou tratamentos superficiais simples, que não comprometam o custo ou ciclo de união do processo. A funcionalização de superfícies para maior adesão pode contribuir para aumentar a resistência mecânica.
- Um estudo aprofundado do efeito da geometria de cavidades e da placa de compósito se faz necessário para otimização do processo. Além disso, a sensibilidade ao entalhe característica dos compósitos poliméricos é um agravante para falhas neste tipo de estrutura, sendo importante levar isto em conta em projetos futuros. A produção de peças de compósito polimérico injetadas poderia viabilizar geometrias de rebites aonde o efeito de sensibilidade ao entalhe poderia ser reduzido.
- Simulação computacional (por exemplo por elementos finitos) para análise de esforços no processo é uma ferramenta útil para reforçar as teorias aqui propostas do comportamento da junta sob tensão. Deste modo será mais precisa a otimização da geometria e dos parâmetros do processo para criar uma junta íntegra. Para uma evolução a partir de um ponto de vista mais básico também pode ser feita uma modelagem mecânica dos materiais de base.
- Ensaio mecânicos dinâmicos (fadiga, fluência) e de durabilidade em ambientes hostis (ensaio de corrosão e envelhecimento acelerado) são primordiais para um projeto de uso real da técnica.

- Aprofundamento no âmbito científico do processo, investigando a fundo o efeito termomecânico do processo sobre o compósito, através de FT-IR, GPC e NMR.
- Caracterização do compósito de PA66/FV30%, a fim de conhecer melhor suas características térmicas e microestruturais e sua composição.
- Melhor interpretação dos efeitos dos parâmetros do processo sobre as propriedades da junta, através do uso de projetos de experimento mais avançados, como fatoriais, Taguchi e redes neurais artificiais.
- Comparação crítica dos resultados obtidos em uniões por ICJ com técnicas concorrentes: coinjeção, laser, vibração e ultrassom.

10. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. AMANCIO-FILHO, S. T. ; DOS SANTOS, J. F. Joining of polymers and polymer-metal hybrid structures: Recent developments and trends. **Polymer Engineering & Science**, v. 49, n. 8, p. 1461-1476, 2009.
2. AGEORGES, C.; YE, L.;HOU, M. Advances in fusion bonding techniques for joining thermoplastic matrix composites: a review. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 32, n. 6, p. 839-857, 2001.
3. GRUJICIC, M. et al. An overview of the polymer-to-metal direct-adhesion hybrid technologies for load-bearing automotive components. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 197, n. 1-3, p. 363-373, 2008.
4. ANON. Ford Focus van features hybrid metal/composite front-end. **Reinforced Plastics**, v. 48, n. 8, p. 4-4, 2004.
5. GOLDBACH, H. ; HOFFNER, J. Hybridbauteil in der Serienfertigung: Designbeispiel Frontend. **Kunststoffe**, v. 87, n. 9, p. 1133-1138, 1997.
6. ROTHEISER, J. **Joining of Plastics: Handbook for Designers and Engineers**. 2 Ed. Munique: Hanser Publications, 2004.
7. GKSS-FORSCHUNGSZENTRUM GEESTHACHT GMBH. Amancio-Filho, S. T., dos Santos, J. F. e Beyer, M. **Method and device for connecting a plastic workpiece to a further workpiece**. 11/607,159[7,780,432 B2]. 2010. Germany. 1-12-2006.
8. BRYDSON, J. A. Polyamides and Polyimides. In: _____. **Plastics Materials**. Oxford: Butterworth-Heinemann, 1999. Cap. 18 , p. 478-530.
9. CANEVAROLO JR, S. V. Estrutura Molecular do Estado Sólido. In: _____. **Ciência dos polímeros: Um texto básico para tecnólogos e engenheiros**. São Paulo: Artliber, 2006. Cap. 4 , p. 91-106.
10. AHARONI, S. M. 6-Nylon. In: _____. **n-Nylons: Their Synthesis, Structure, and Properties**. Chichester: John Wiley & Sons, 1997. Cap. 2.6 , p. 170-325.
11. HOLLAND, B. J. ; HAY, J. N. Thermal degradation of nylon polymers. **Polymer International**, v. 49, n. 9, p. 943-948, 2000.
12. SCHAFFER, M. A. et al. Thermal nonoxidative degradation of nylon 6, 6. **Journal of Macromolecular Science - Reviews in Macromolecular Physics and Chemistry**, v. C40, n. 4, p. 233-272, 2000.
13. SENGUPTA, R. et al. Thermogravimetric studies on Polyamide-6,6 modified by electron beam irradiation and by nanofillers. **Polymer Degradation and Stability**, v. 91, n. 6, p. 1311-1318, 2006.
14. HORNSBY, P. R. et al. Thermal decomposition behaviour of polyamide fire-retardant compositions containing magnesium hydroxide filler. **Polymer Degradation and Stability**, v. 51, n. 3, p. 235-249, 1996.
15. WILKIE, C. A. TGA/FTIR: an extremely useful technique for studying polymer degradation. **Polymer Degradation and Stability**, v. 66, n. 3, p. 301-306, 1999.

16. GONÇALVES, E. S.; POULSEN, L.; OGILBY, P. R. Mechanism of the temperature-dependent degradation of polyamide 66 films exposed to water. **Polymer Degradation and Stability**, v. 92, n. 11, p. 1977-1985, 2007.
17. SCHULTEN, H.-R. ; PLAGE, B. Thermal degradation of aliphatic polyamides studied by field ionization and field desorption mass spectrometry. **Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry**, v. 26, n. 9, p. 2381-2394, 1988.
18. RAMAZANI, S.; MORSHED, M.; GHANE, M. Effect of service temperature on structure and mechanical properties of polyamide 6 & 66 tyre cords. **Journal of Polymer Research**, 12 p., 2010.
19. SCHAFFER, M. A. et al. Thermal Degradation Kinetics of Nylon 66: Experimental Study and Comparison with Model Predictions. **Macromolecular Reaction Engineering**, v. 1, n. 5, p. 563-577, 2007.
20. RIGA, A.; COLLINS, R.; MLACHAK, G. Oxidative behavior of polymers by thermogravimetric analysis, differential thermal analysis and pressure differential scanning calorimetry. **Thermochimica Acta**, v. 324, n. 1-2, p. 135-149, 1998.
21. KORSHAK, V. V.; SLONIMSKII, G. L.; KRONGAUZ, E. S. Heterochain polyamides Communication 7. Thermodegradation of polyhexamethylenedipamide. **Bulletin of the Academy of Sciences of the USSR Division of Chemical Science**, v. 7, n. 2, p. 205-210, 1958.
22. KOHAN, M. L. Moisture in Nylon-Selected Topics. In: ANTEC '98. **Technical Papers of the Annual Technical Conference**. Atlanta, EUA. Society of Plastics Engineers. 1998. pp. 1676-1681.
23. JIA, N.; FRAENKEL, H. A.; KAGAN, V. A. Effects of Moisture Conditioning Methods on Mechanical Properties of Injection Molded Nylon 6. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, v. 23, n. 7, p. 729-737, 2004.
24. KULKARNI, S. ; HART, D. Effect of overdrying hygroscopic resins and a technological solution for its prevention. In: ANTEC '03. **Technical Papers of the Annual Technical Conference**. Nashville, EUA. Society of Plastics Engineers. 2003. pp. 736-740
25. KOCHENY, S. A.; KAGAN, V. A.; MACUR, J. E. Through-transmission laser welding of nylon: Breaking the moisture Barrier. In: ANTEC '04. **Technical Papers of the Annual Technical Conference**. Chicago, EUA. Society of Plastics Engineers. 2004. pp. 1188-1192.
26. TROUGHTON, M. J. Polyamides. In: _____. **Handbook of Plastics Joining: A Practical Guide**. Norwich: William Andrew, 2008. Cap. 25 , p. 268-273.
27. KAGAN, V. A. ; ROTH, C. The Effects of Weld Geometry and Glass-fiber-orientation on the Mechanical Performance of Joints - Part II: Kinetics of Glass-fiber-orientation and Mechanical Performance. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, v. 23, n. 16, p. 1687-1694, 2004.
28. _____. The Effects of Weld Geometry and Glass-Fiber Orientation on the Mechanical Performance of Joints - Part I: Weld Design Issues. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, v. 23, n. 2, p. 167-175, 2004.

29. KAGAN, V. A.; KOCHENY, S. A.; MACUR, J. E. Moisture Effects on Mechanical Performance of Laser-welded Polyamide. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, v. 24, n. 11, p. 1213-1213, 2005.
30. SHULTZ, L. et al. Effect of Part Parameters on Vibration Welding. In ANTEC '02. Technical Papers of the Annual Technical Conference. San Francisco, EUA. Society of Plastics Engineers. pp. 4024-4028.
31. BATES, P. J. et al. Vibration Welding Nylon 66 - Part I Experimental Study. **Journal of Thermoplastic Composite Materials**, v. 16, n. 2, p. 101-119, 2003.
32. TSANG, K. Y.; DUQUESNAY, D. L.; BATES, P. J. Fatigue properties of vibration-welded nylon 6 and nylon 66 reinforced with glass fibres. **Composites Part B: Engineering**, v. 39, n. 2, p. 396-404, 2008.
33. BATES, P. J. et al. Vibration Welding Nylon 66 - Part II Finite Element Analysis. **Journal of Thermoplastic Composite Materials**, v. 16, n. 3, p. 197-211, 2003.
34. LIU, H. K.; DAI, W. L.; LEE, Y. C. Moisture effects and acoustic emission characterization on lap shear strength in ultrasonic welded carbon/nylon composites. **Journal of Materials Science**, v. 35, n. 13, p. 3389-3396, 2000.
35. KOHAN, M. I. **Nylon plastics handbook**. Munique: Hanser Publishers, 1995.
36. KAGAN, V. A. Advantages of Welded Nylon for Powertrain Applications: Linear Vibration, Orbital Vibration and Hot Plate Welding Technologies. In Global Powertrain Congress. **Global Powertrain Congress Proceedings**. Stuttgart, Alemanha. 5-7 de outubro de 1999. pp. 65-75.
37. BATES, P. J. et al. Vibration welding air intake manifolds from reinforced nylon 66, nylon 6 and polypropylene. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 35, n. 9, p. 1107-1116, 2004.
38. RTP COMPANY. **RTP 200 Series PA Resin System - Applications Notebook**. Disponível em: www.rtpcompany.com/info/apps/resin/pa/index.htm. Acesso em 30-10-2010.
39. ASM INTERNATIONAL. **Metals Handbook Vol. 2: Properties and selection - nonferrous alloys and special-purpose materials**. Materials Park, OH: ASM International, 1990.
40. CHANDLER, H. **Heat Treater's Guide: Practices and Procedures for Nonferrous Alloys**. Materials Park, OH: ASM International, 1996.
41. MATHERS, G. Materials standards, designations and alloys. In: _____. **The welding of aluminium and its alloys**. Cambridge: Woodhead Publishing, 2002. Cap. 3 , p. 35-50.
42. BUSQUIM, T. P. **Avaliação da resistência à corrosão da liga 2024-T351 soldada por FSW – Friction Stir Welding**. 2007. 80 páginas. Dissertação (mestrado em Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de São Carlos, 2008.
43. HATCH, J. E. Properties of commercial wrought alloys. In: _____. **Aluminum: properties and physical metallurgy**. Metals Park, OH: American Society for Metals, 1984. Cap. 9 , p. 351-378.
44. DAVIS, J. R. **Aluminum and aluminum alloys**. Materials Park, OH: ASM International, 1993.

45. RATCHEV, P. et al. Precipitation hardening of anAl-4.2 wt% Mg-0.6 wt% Cu alloy. **Acta Materialia**, v. 46, n. 10, p. 3523-3533, 1998.
46. KHAN, I. N.; STARINK, M. J.; YAN, J. L. A model for precipitation kinetics and strengthening in Al-Cu-Mg alloys. **Materials Science and Engineering: A**, v. 472, n. 1-2, p. 66-74, 2008.
47. GAO, N. et al. Precipitation in stretched Al-Cu-Mg alloys with reduced alloying content studied by DSC, TEM and atom probe. **Materials Science Forum**, Switzerland, v. 396-402, p. 923-928, 2002.
48. WANG, S. C. ; STARINK, M. J. Precipitates and intermetallic phases in precipitation hardening Al-Cu-Mg-(Li) based alloys. **International Materials Reviews**, v. 50, p. 193-215, 2005.
49. YAN, J. **Strength modelling of Al-Cu-Mg Type alloys**. 2006. Tese (doutorado em Engenharia de Materiais) – University of Southampton. Disponível em: <http://eprints.soton.ac.uk/68691/>. Acesso em 24-05-2011.
50. WEIS OLEA, C. A. **Influence of energy input in friction stir welding on structure evolution and mechanical behaviour of precipitation-hardening in aluminium alloys (AA2024-T351, AA6013-T6 and Al-Mg-Sc)**. 2008. 156 páginas. Tese (doutorado em Metalurgia) – Ruhr-Universität Bochum, 2008.
51. MAZZAFERRO, J. A. E. et al. Preliminary study on the mechanical behavior of friction spot welds. **Soldagem & Inspeção**, v. 14, n. 3, 2009.
52. SHANMUGA SUNDARAM, N. ; MURUGAN, N. Tensile behavior of dissimilar friction stir welded joints of aluminium alloys. **Materials & Design**, v. 31, n. 9, p. 4184-4193, 2010.
53. MERATI, A. et al. Friction stir lap welding of 7075-T6 stringers on 2024-T3 skin. In: Trends in Welding Research 2009. **Proceedings of the 8th International Conference**. Winnipeg, Canadá. 2009. pp. 781-787.
54. AYDIN, H. et al. Tensile properties of friction stir welded joints of 2024 aluminum alloys in different heat-treated-state. **Materials & Design**, v. 30, n. 6, p. 2211-2221, 2009.
55. DRESSLER, U.; BIALLAS, G.; ALFARO MERCADO, U. Friction stir welding of titanium alloy TiAl6V4 to aluminium alloy AA2024-T3. **Materials Science and Engineering: A**, v. 526, n. 1-2, p. 113-117, 2009.
56. CAVALIERE, P. et al. Effect of welding parameters on mechanical and microstructural properties of dissimilar AA6082-AA2024 joints produced by friction stir welding. **Materials & Design**, v. 30, n. 3, p. 609-616, 2009.
57. BARCELLONA, A. et al. On microstructural phenomena occurring in friction stir welding of aluminium alloys. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 177, n. 1-3, p. 340-343, 2006.
58. THE WELDING INSTITUTE. Thomas, W. M. et al. **Friction welding**. 244,612[5,460,317]. 1995. United Kingdom. 27-11-1992.
59. AMANCIO-FILHO, S. T. et al. Preliminary study on the microstructure and mechanical properties of dissimilar friction stir welds in aircraft aluminium alloys 2024-T351 and 6056-T4. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 206, n. 1-3, p. 132-142, 2008.

60. WANJARA, P. ; BROCHU, M. Characterization of electron beam welded AA2024. **Vacuum**, v. 85, n. 2, p. 268-282, 2010.
61. MATTEI, S. et al. Using infrared thermography in order to compare laser and hybrid (laser+ MIG) welding processes. **Optics and laser technology**, v. 41, n. 6, p. 665-670, 2009.
62. GHAINI, F. M. et al. The relation between liquation and solidification cracks in pulsed laser welding of 2024 aluminium alloy. **Materials Science and Engineering: A**, v. 519, n. 1-2, p. 167-171, 2009.
63. MENDEZ, P. F. ; EAGAR, T. W. New trends in welding in the aeronautic industry. In: 2nd Conference of New Manufacturing Trends. **Proceedings**. Bilboa, Espanha. 19-20 de novembro de 2002. pp. 1-10.
64. ROTHEISER, J. Staking/Swaging/Peening/Cold Heading/Cold Forming. In: _____. **Joining of Plastics: Handbook for Designers and Engineers**. Munique: Hanser Publications, 2004. Cap. 17 , p. 432-443.
65. HECHT, J. L. Macrocomposites made by injection molding. **Polymer Composites**, v. 7, n. 3, p. 186-190, 1986.
66. ZOELLNER, O. J. ; EVANS, J. A. Plastic-Metal Hybrids: A new development in the injection molding technology. In ANTEC '02. **Technical Papers of the Annual Technical Conference**. San Francisco, EUA. Society of Plastics Engineers. 2002. pp. 1-4.
67. BAYER AG. Rink, M. **Device for producing bonded parts**. 09/135,775[5,940,949]. 1999. Germany.
68. RAMANI, K. ; MORIARTY, B. Thermoplastic bonding to metals via injection molding for macro-composite manufacture. **Polymer Engineering & Science**, v. 38, n. 5, p. 870-877, 1998.
69. GRUJICIC, M. et al. Computational feasibility analysis of direct-adhesion polymer-to-metal hybrid technology for load-bearing body-in-white structural components. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 195, n. 1-3, p. 282-298, 2008.
70. SHAH, P. K. **Adhesion of Injection Molded PVC to Silane Primed Steel**. 2005. 102 páginas. Dissertação (mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - University of Cincinnati, 2005.
71. BERRY, D. H. ; NAMKANISORN, A. Fracture Toughness of a Silane Coupled Polymer-Metal Interface: Silane Concentration Effects. **The Journal of Adhesion**, v. 81, n. 3, p. 347-370, 2005.
72. GRUJICIC, M. et al. The Potential of a Clinch-Lock Polymer Metal Hybrid Technology for Use in Load-Bearing Automotive Components. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 18, n. 7, p. 893-902, 2008.
73. BASF AG. Schnell, S. **Process for producing a composite component**. 10/450,791[7,117,578 B2]. 2006. Germany.
74. ENDEMANN, U. ; GLASER, S. Strong Joint between Plastic and Metal. **KUNSTSTOFFE PLAST EUROPE**, v. 92, n. 11, p. 38-40, 2002.
75. MÖLLER, F. et al. Novel method for joining CFRP to aluminium. **Physics Procedia**, v. 5, n. Part 2, p. 37-45, 2010.

76. GKSS-FORSCHUNGSZENTRUM GEESTHACHT GMBH. Amancio-Filho, S. T., Beyer, M. e dos Santos, J. F. **Method of connecting a metallic bolt to a plastic workpiece**. 11/602,868[7,575,149 B2]. 2009. Germany.
77. AMANCIO-FILHO, S. T.; DOS SANTOS, J. F. FricRiveting: a new technique for joining polymer-metal hybrid structures. In SAE World Congress 2009. **Proceedings**. Detroit, EUA. 20-23 de abril de 2009. SAE International. Trabalho n.º 09M-0143/2009-01-0033.
78. AMANCIO-FILHO, S. T. et al. Thermal degradation of polyetherimide joined by friction riveting (FricRiveting). Part I: Influence of rotation speed. **Polymer Degradation and Stability**, v. 93, n. 8, p. 1529-1538, 2008.
79. AMANCIO-FILHO, S. T. FRICTION RIVETING: development and analysis of a new joining technique for polymer-metal multi-material structures. **Welding in the World**, v. 55, n. 1-2, p. 13-24, 2011.
80. AMANCIO-FILHO, S. T. **Friction Riveting: development and analysis of a new joining technique for polymer-metal multi-materials structures**. 2007. 145 páginas. Tese (doutorado em Engenharia) – Technische Universität Hamburg-Harburg, 2007.
81. AMANCIO-FILHO, S. T.. Joining Processes for Hybrid Metal-Polymer Joints: Recent Advances. In: VI IPSUS Summer School. **Proceedings**. Hamburgo, Alemanha. 30 de agosto de 2010.
82. GM GLOBAL TECHNOLOGY OPERATIONS, INC. Chen, Y.-L. et al. **Friction stir weld bonding of metal-polymer-metal laminates**. 11/549,686[7,628,876 B2]. 2009. USA. 8-12-2009.
83. BALAKRISHNAN, K. N.; KANG, H. T.; MALLICK, P. K. Joining Aluminum to Nylon using Frictional Heat. In SAE World Congress 2007. **Proceedings**. Detroit, EUA. 16-19 de abril de 2007. SAE International. Trabalho n.º 2007-01-1701.
84. AMANCIO FILHO, S. T. et al. Recent advances in joining of polymer and polymer-metal hybrid structures by friction-based spot welding techniques. In ANTEC '10. **Technical Papers of the Annual Technical Conference**. Orlando, EUA. 16-20 de maio de 2010. Society of Plastics Engineers. pp. 1502-1508.
85. AMANCIO-FILHO, S. T. et al. On the feasibility of friction spot joining in magnesium/fiber-reinforced polymer composite hybrid structures. **Materials Science and Engineering: A**, v. 528, p. 3841-3848, 2011.
86. GKSS-FORSCHUNGSZENTRUM GEESTHACHT GMBH. Amancio-Filho, S. T. e dos Santos, J. F. **Method for joining metal and plastic workpieces**. EP09015014. 2009. Germany.
87. GKSS-FORSCHUNGSZENTRUM GEESTHACHT GMBH. Schilling, C. e dos Santos, J. F. **Method and device for joining at least two adjoining work pieces by friction welding**. 10/172,816[6,722,556 B2]. 2004. Germany.
88. MITSCHANG, P. et al. Induction Heated Joining of Aluminum and Carbon Fiber Reinforced Nylon 66. **Journal of Thermoplastic Composite Materials**, v. 22, n. 6, p. 767-801, 2009.
89. KUCKERT, H. et al. Helium-tight Sealing of Glass with Metal by Ultrasonic Welding. **Advanced Engineering Materials**, v. 3, n. 11, p. 903-903, 2001.

90. BORN, C.; WAGNER, G.; EIFLER, D. Ultrasonically Welded Aluminium Foams/Sheet Metal Joints. **Advanced Engineering Materials**, v. 8, n. 9, p. 816-820, 2006.
91. BALLE, F.; WAGNER, G.; EIFLER, D. Ultrasonic spot welding of aluminum sheet/carbon fiber reinforced polymer joints. **Materialwissenschaft und Werkstofftechnik**, v. 38, n. 11, p. 934-938, 2007.
92. BALLE, F.; WAGNER, G.; EIFLER, D. Ultrasonic Metal Welding of Aluminium Sheets to Carbon Fibre Reinforced Thermoplastic Composites. **Advanced Engineering Materials**, v. 11, n. 1-2, p. 35-39, 2009.
93. KATAYAMA, S. ; KAWAHITO, Y. Laser direct joining of metal and plastic. **Scripta Materialia**, v. 59, n. 12, p. 1247-1250, 2008.
94. HO, P. S. Chemical bonding and reaction at metal/polymer interfaces. **Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films**, v. 3, n. 3, p. 739-739, 1985.
95. GOLDBERG, M. J.; CLABES, J. G.; KOVAC, C. A. Metal-polymer chemistry. II. Chromium-polyimide interface reactions and related organometallic chemistry. **Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films**, v. 6, n. 3, p. 991-996, 1988.
96. ABIBE, A. B. et al. Development and Analysis of a New Joining Method for Polymer-Metal Hybrid Structures. **Journal of Thermoplastic Composite Materials**, v. 24, n. 2, p. 233-249, 2011.
97. QUADRANT AG. **ERTALON® 66-GF30 Product Data Sheet**. Disponível em <http://epp.quadrantplastics.com/default.aspx?pageid=914>. Acesso em 5-10-2010.
98. ASTM INTERNATIONAL. **D638-10**: Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics. www.astm.org, West Conshohocken, PA, 2010.
99. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO 6892**: Materiais metálicos - Ensaio de tração à temperatura ambiente. www.abnt.org.br, Rio de Janeiro, RJ, 2002.
100. ASTM INTERNATIONAL. **E384-10e1**: Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials. www.astm.org, West Conshohocken, PA, 2010.
101. MONTGOMERY, D. C. **Design and Analysis of Experiments**. 6 Ed. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, Inc., 2008.
102. JORGE JR, A. M.; BOTTA, W. J. **Introdução à Microscopia Eletrônica de Varredura e Microanálise**. São Carlos, SP: LCE - DEMa - UFSCar, 2005.
103. BECKMANN, F. Neutron and Synchrotron-Radiation-Based Imaging for Applications in Materials Science - From Macro- to Nanotomography. In: W.REIMERS; A. R. PYZALLA; A. SCHREYER; H. CLEMENS (Eds.). **Neutrons and Synchrotron Radiation in Engineering Materials Science**. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2008. Cap. 16 , p. 287-307.
104. AMANCIO-FILHO, S. T.; BECKMANN, F.; DOS SANTOS, J. F. Synchrotron X-ray computer microtomographic and light optical microscopic investigation of strength and microstructure of polymer-metal joints produced by FricRiveting. In TMS 2009 Annual Meeting & Exhibition. **Proceedings**. San Francisco, EUA. 15-19 de fevereiro de 2009. TMS. pp. 5-13.

105. BALTA-CALLEJA, F. J.; FAKIROV, S. **Microhardness of polymers**. Cambridge University Press, 2000.
106. ASTM INTERNATIONAL. **D5961-08**: Standard Test Method for Bearing Response of Polymer Matrix Composite Laminates. www.astm.org, West Conshohocken, PA, 2008.
107. EHRENSTEIN, G. W.; RIEDEL, G.; TRAWIEL, P. **Thermal analysis of plastics: theory and practice**. Munique: Hanser Verlag, 2004.
108. E.I.DU PONT DE NEMOURS & COMPANY. Roura, M. J. **Toughened polyamide blends**. 198356[4346194]. (24-8-1982). EUA.
109. E.I.DU PONT DE NEMOURS & COMPANY. Roura, M. J. **Toughened polyamide blends**. 407822[4478978]. (23-10-1984). EUA.
110. KOMALAN, C. et al. Thermogravimetric and wide angle X-ray diffraction analysis of thermoplastic elastomers from nylon copolymer and EPDM rubber. **Polymer Degradation and Stability**, v. 93, n. 12, p. 2104-2112, 2008.
111. KANG, X. et al. Studies on crystallization behaviors and crystal morphology of polyamide 66/clay nanocomposites. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 95, n. 3, p. 756-763, 2005.
112. LI, L. et al. Structure and crystallization behavior of Nylon 66/multi-walled carbon nanotube nanocomposites at low carbon nanotube contents. **Polymer**, v. 48, n. 12, p. 3452-3460, 2007.
113. LU, H. et al. Morphology, crystallization and dynamic mechanical properties of PA66/nano-SiO₂ composites. **Bulletin of Materials Science**, v. 29, n. 5, p. 485-490, 2006.
114. ZHANG, Q.-X. et al. Multiple melting and crystallization of nylon 66/montmorillonite nanocomposites. **Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics**, v. 41, n. 22, p. 2861-2869, 2003.
115. MATWEB. **Online Materials Information Resource**, Disponível em: <http://www.matweb.com/>. Acesso em 30-10-2010.
116. WANG, S. C.; STARINK, M. J.; GAO, N. Precipitation hardening in Al-Cu-Mg alloys revisited. **Scripta Materialia**, v. 54, n. 2, p. 287-291, 2006.
117. DEALY, J. M. ; WISSBRUN, K. F. Steady simple shear flow and the viscometric functions. In: _____. **Melt Rheology and Its Role in Plastics Processing: Theory and Applications**. Dordrecht: Kluwer Academic Publishers, 1999. Cap. 4 , p. 153-176.
118. THOMASON, J. L. Structure-property relationships in glass-reinforced polyamide, Part 3: Effects of hydrolysis ageing on the dimensional stability and performance of short glass-fiber-reinforced polyamide 66. **Polymer Composites**, v. 28, n. 3, p. 344-354, 2007.
119. ROSATO, D. V.; ROSATO, D. V. **Plastics engineered product design**. Oxford: Elsevier, 2003.
120. YORK, J. L.; WILSON, D. W.; PIPES, R. B. Analysis of the Net Tension Failure Mode in Composite Bolted Joints. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, v. 1, n. 2, p. 141-152, 1982.
121. BROSTOW, W. **Performance of plastics**. Munique: Hanser Verlag, 2000.

122. KINLOCH, A.J.; YOUNG, R.J.. **Fracture behaviour of polymers**. Londres: North-Holland, 1983.
123. GIJSMAN, P.; TUMMERS, D.; JANSSEN, K. Differences and similarities in the thermooxidative degradation of polyamide 46 and 66. **Polymer Degradation and Stability**, v. 49, n. 1, p. 121-125, 1995.
124. CERRUTI, P. et al. Chemiluminescence from oxidation of polyamide 6,6. I. The oxidation of pure polyamide. **Polymer Degradation and Stability**, v. 82, n. 3, p. 477-485, 2003.
125. CANEVAROLO JR, S. V. Experimentos com polímeros. In: _____. **Ciência dos polímeros: Um texto básico para tecnólogos e engenheiros**. São Paulo: Artliber, 2006. p. 249-250.

APÊNDICE A: EQUIPAMENTO – PROTÓTIPO E PROPOSTA INDUSTRIAL

O protótipo é apresentado na Figura A.1, mostrando a caixa de controle de temperatura, com comando direto ao sistema de aquecimento. Os anéis de aquecimento são montados em um tripé, com um pistão coaxial ao sistema de aquecimento. A vista explodida da montagem do tripé é mostrada na Figura A.2a. O posicionamento das peças pode ser visto na Figura A.2b, assim como o esquema de montagem para união na Figura A.2c.



Figura A.1 – Protótipo para ICJ usado no projeto. Projeto GKSS Forschungszentrum GmbH (atual Helmholtz-Zentrum Geesthacht).

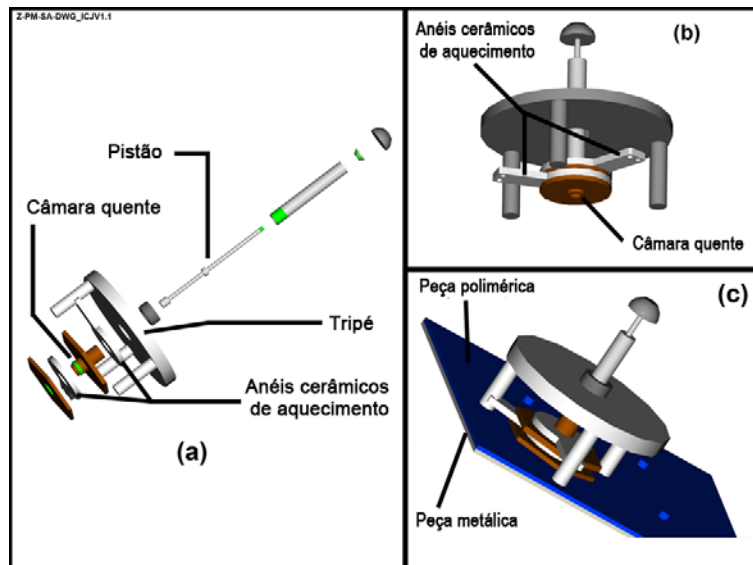


Figura A.2 – Detalhe do protótipo: a) vista explodida da montagem; b) vista inferior do sistema; c) sistema em uso para união híbrida. Adaptado de [96].

O sistema proposto para uso industrial em [7] é composto por uma ferramenta similar à do protótipo, porém com uma broca coaxial ao pistão, conforme mostrado na Figura A.3. A broca deve ser capaz de se movimentar independentemente dos outros componentes, e girar em dois sentidos. Quando o pistão se mover para empurrar o material, a broca deve se mover junto, sem rotação. O processo industrial é descrito na Figura A.4. Ao penetrar girando em um sentido (2) e retornar girando em outro sentido (3), a broca deixa cavidades em forma de rosca tanto na placa metálica quanto polimérica. A câmara quente então aquece o pino (3), e o pistão e a broca se movimentam para empurrar o volume amolecido/fundido para as cavidades (4). O processo então seria adequado para a indústria, por não necessitar de etapas de preparação como furação, e pelo processo todo ser feito por uma ferramenta apenas.

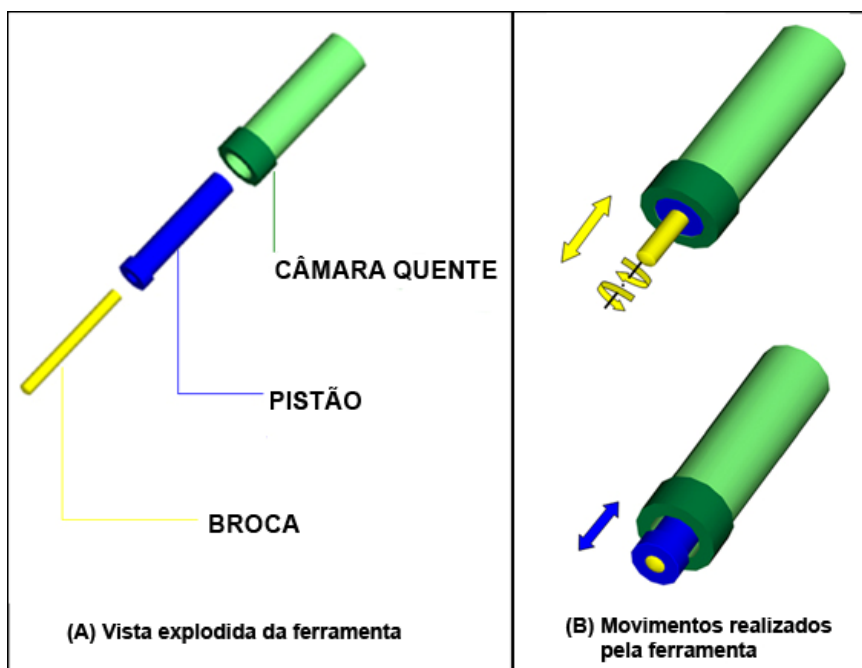


Figura A.3 – Ferramenta para ICJ industrial. Adaptado de [7].

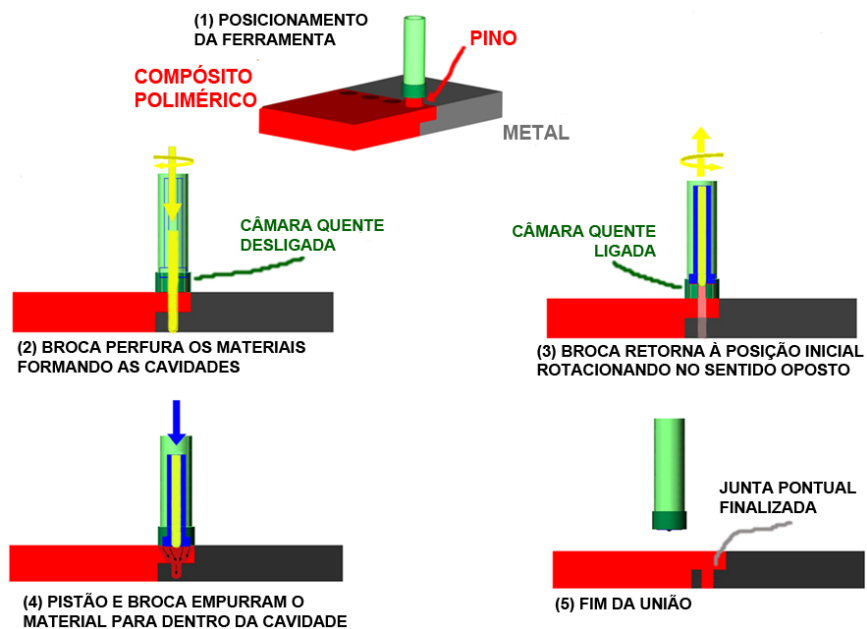


Figura A.4 – Processo industrial de união por ICJ. Adaptado de [7].

APÊNDICE B: ANÁLISE QUÍMICA DAS PARTÍCULAS DE SEGUNDA FASE DA PA66/FV30%

Foi usado EDS para verificar a composição química das partículas de segunda fase observadas no material de base. Um método de detecção em uma linha da imagem foi usado. A fotomicrografia mostra a linha usada (comprimento de 80,3 μm). Os gráficos abaixo indicam a concentração de cada elemento em cada ponto da linha. As partículas de segunda fase não mostraram mais que ruídos de carbono, dificultando a determinação do composto usado, e reforçando a ideia de um material polimérico.

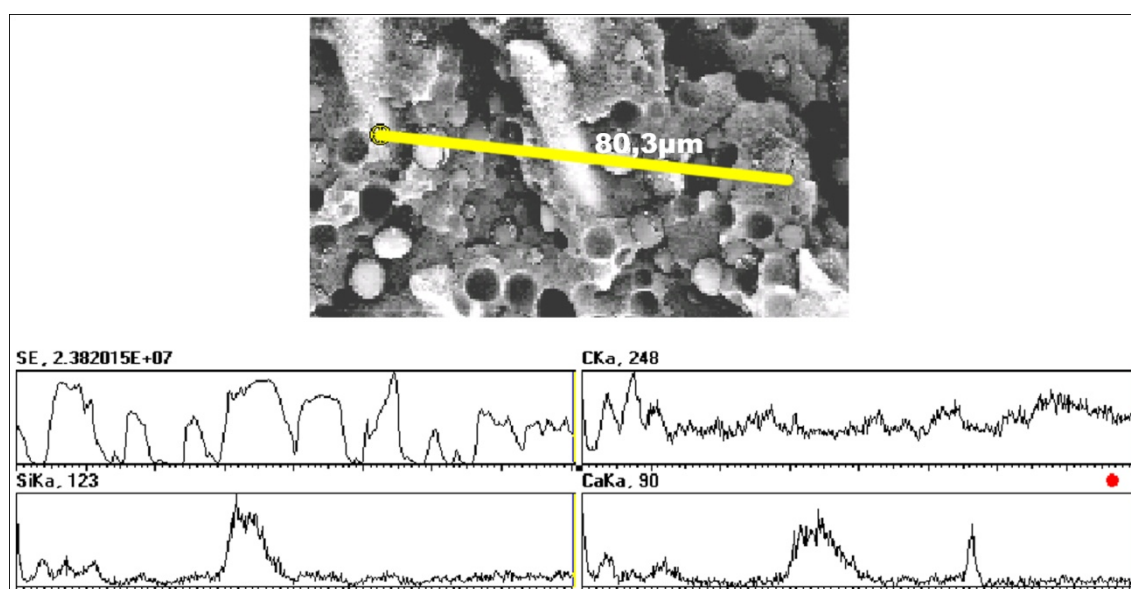


Figura B.1 – Análise química do material de base por EDS em linha. A micrografia mostra a linha usada para análise, e os gráficos abaixo correspondem aos picos de cada elemento observado (carbono, silício e cálcio).

APÊNDICE C: DADOS DE FORÇA DE REAÇÃO

As curvas médias de força de reação para as amostras do projeto de experimento são apresentadas na Figura C.1. Para melhor leitura do resultado, as curvas foram deslocadas ao longo do eixo de tempo para coincidirem com o momento de aplicação da força.

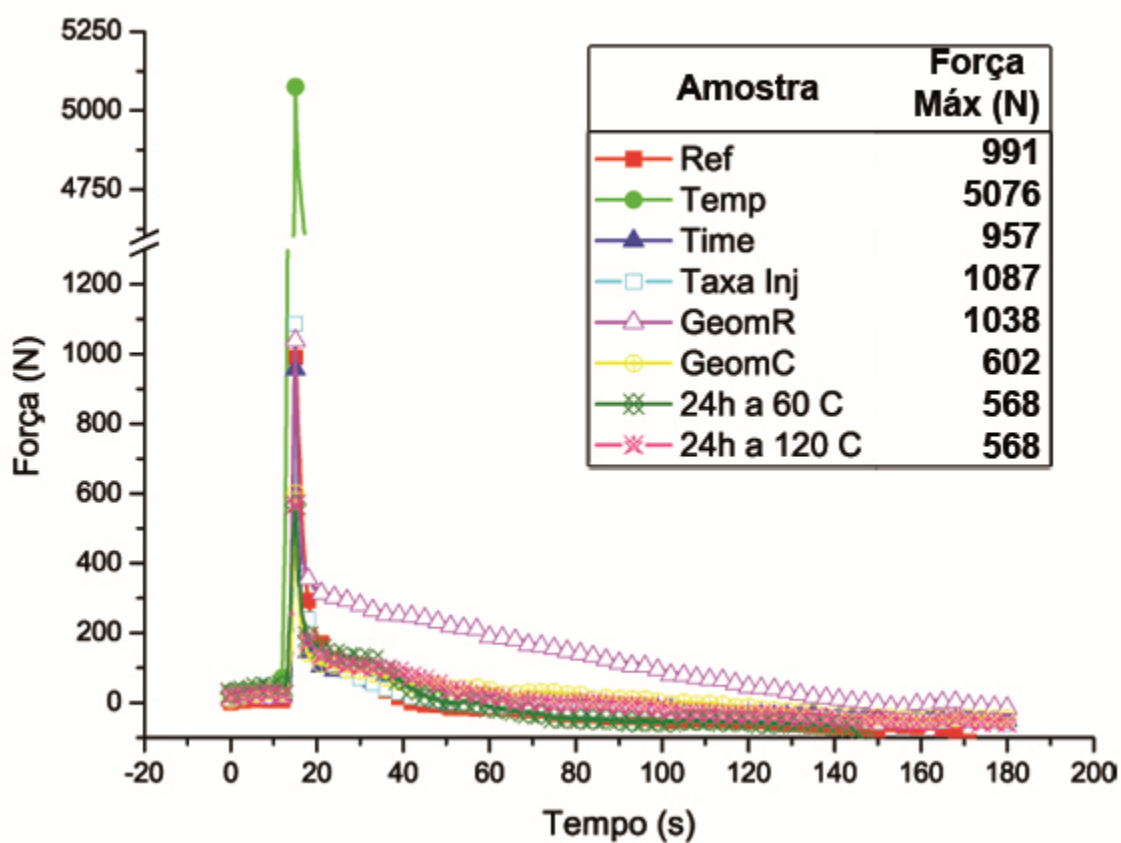


Figura C.1 – Gráficos de monitoramento da força de reação para todas as condições do projeto de experimento, e seus valores de força de reação máxima.

APÊNDICE D: VERIFICAÇÃO DA CONTAMINAÇÃO NA INTERFACE

Para detectar possível contaminação do compósito pela liga de alumínio, realizaram-se análises química por EDS em regiões do compósito próximas à superfície metálica. A Figura D.1a mostra a região analisada. O conteúdo de alumínio é mostrado na Figura D.1b e o de silício na Figura D.1c. A presença de pontos indicadores de alumínio no compósito na Figura D.1b não leva a concluir que haja contaminação na poliamida. O efeito observado pode vir de detritos do corte ou polimento do material, ou de efeito do volume de interação do feixe abaixo da superfície do compósito [102].

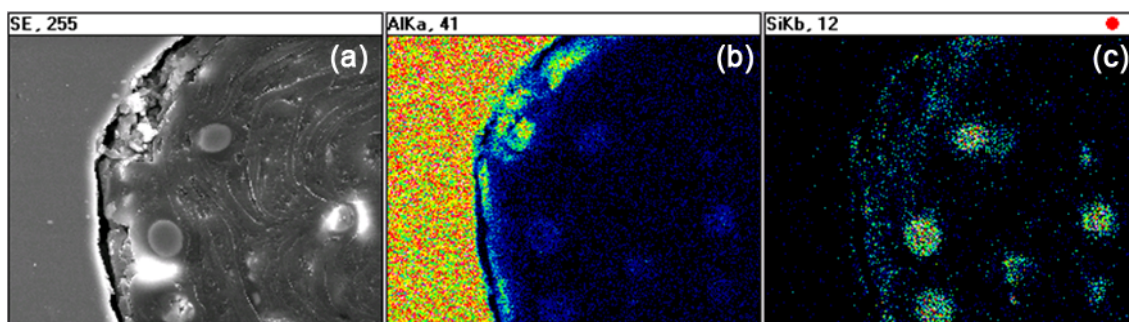


Figura D.1 – Análise química por EDS de uma região de interface: a) micrografia da região de análise; b) concentração de alumínio; c) concentração de silício.

APÊNDICE E: DESEMPENHO MECÂNICO DAS JUNTAS

A Figura E.1 mostra por meio de gráficos de coluna a média de força máxima atingida pelas juntas para cada condição, e seu respectivo desvio padrão. As macrografias da seção transversal de juntas fabricadas em cada condição estão sobre as colunas.

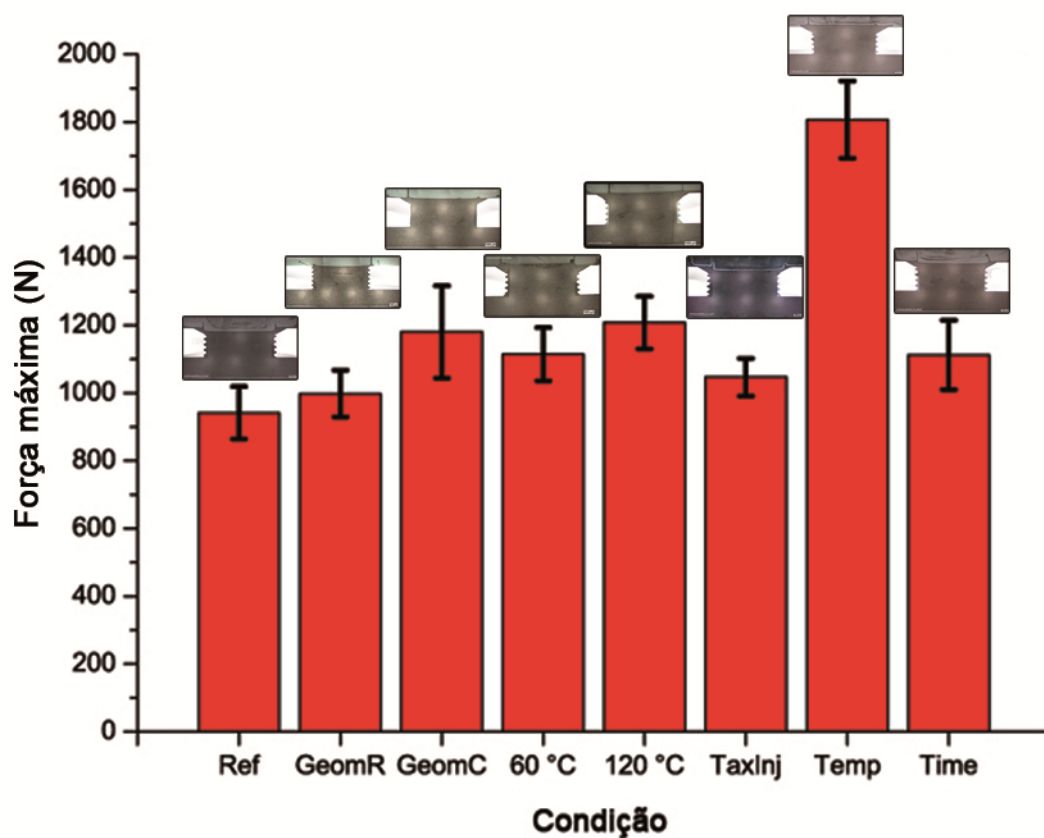


Figura E.1 – Força máxima e desvio padrão em cisalhamento por tração para cada condição de ensaio.

A Figura E.2 apresenta os dados de deformação na ruptura médias e seus desvios padrão, alcançados por cada condição de processamento. Foi feita

ANOVA destes dados, que está detalhada na Tabela E.1. Nenhum dos fatores estudados foi significativo segundo o teste-F para a deformação na ruptura.

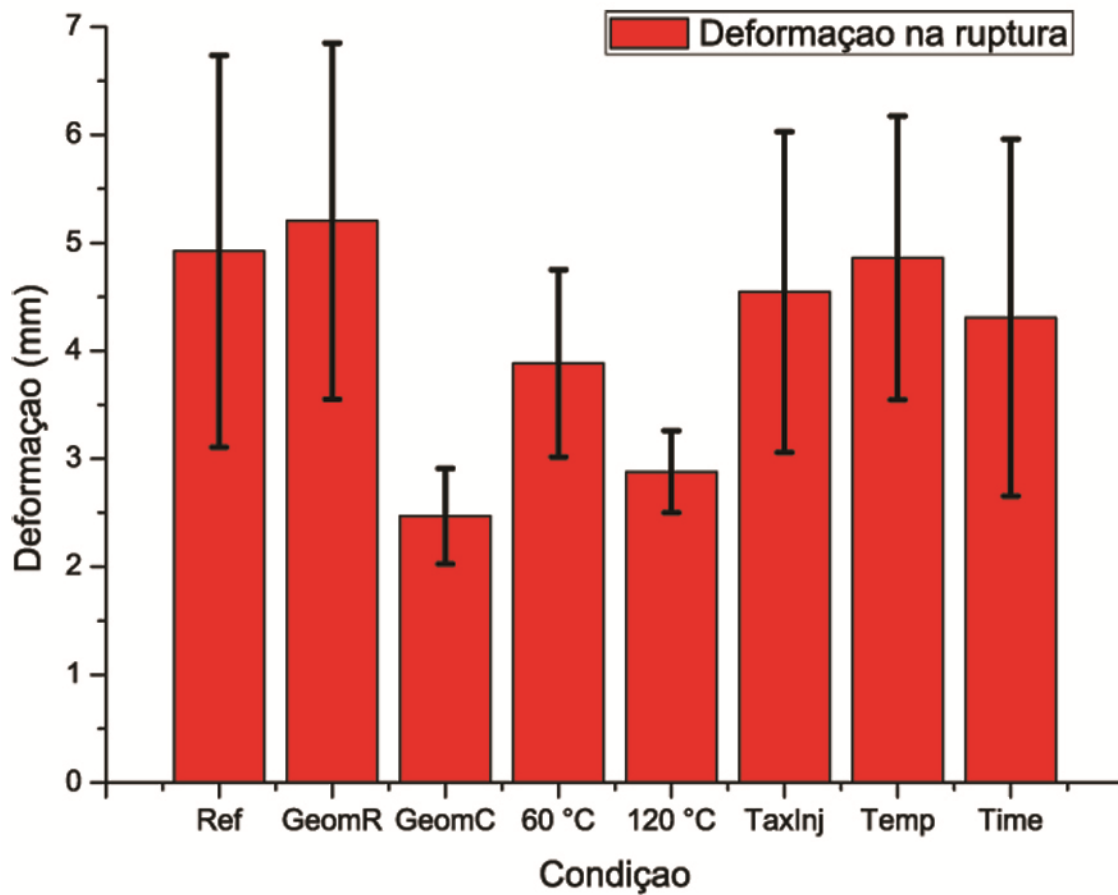


Figura E.2 – Deformação na ruptura e desvio padrão em cisalhamento por tração para cada condição de ensaio.

Tabela E.1 – Resultados da ANOVA para a resposta “deformação na ruptura”.

Fator	Níveis	Média±DesvPad (mm)	F	Prob (F)	Teste-F
<i>Tempo</i>	180 s (3 min)	4,9 ± 1,8	0,2407	0,6387	Não significativa
	15 s (0,25 min)	4,3 ± 1,7			
<i>Temperatura</i>	300 °C	4,9 ± 1,8	0,0028	0,9694	Não significativa
	250 °C	4,9 ± 1,3			
<i>Taxa de Inieção</i>	Rápida	4,9 ± 1,8	0,0952	0,7666	Não significativa
	Lenta	4,5 ± 1,5			
<i>Geometria</i>	Rosca+Chanfro	4,9 ± 1,8	2,9771	0,1018	Não significativa
	Rosca	5,2 ± 1,6			
	Chanfro	2,5 ± 0,4			
<i>Secagem</i>	Como recebido	4,9 ± 1,8	3,6974	0,0536	Não significativa
	24h a 60 °C	3,9 ± 0,9			
	24h a 120 °C	2,9 ± 0,4			

A Figura E.3 apresenta os dados de alongamento na ruptura médios e seus desvios padrão, alcançados por cada condição de processamento. Foi feita ANOVA destes dados, que está detalhada na Tabela E.2. Apenas um dos fatores estudados foi significativo segundo o teste-F para o alongamento na ruptura: a secagem do material. Entretanto, como descrito no capítulo 6.2.5, os dados de deformação e alongamento não são representativos devido à medição em uma região que compreende o metal (que não deforma) e o compósito (que deforma).

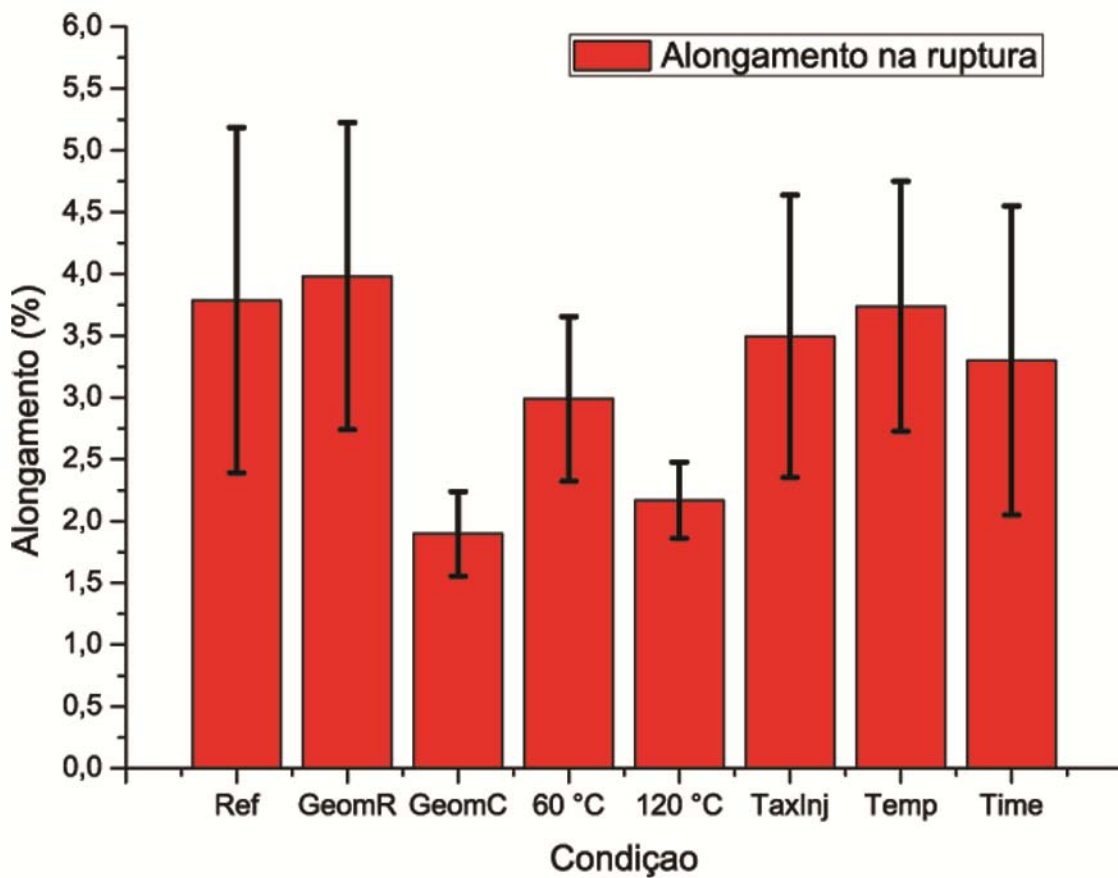


Figura E.3 – Alongamento na ruptura e desvio padrão em cisalhamento por tração para cada condição de ensaio.

Tabela E.2 – Resultados da ANOVA para a resposta “alongamento na ruptura”.

Fator	Níveis	Média±DesvPad (%)	F	Prob (F)	Teste-F
<i>Tempo</i>	180 s (3 min)	3,8 ± 1,4	0,2566	0,628	Não significativa
	15 s (0,25 min)	3,3 ± 1,2			
<i>Temperatura</i>	300 °C	3,8 ± 1,4	0,0028	0,9594	Não significativa
	250 °C	3,7 ± 1,0			
<i>Taxa de Injecão</i>	Rápida	3,8 ± 1,4	0,0952	0,7666	Não significativa
	Lenta	3,5 ± 1,1			
<i>Geometria</i>	Rosca+Chanfro	3,8 ± 1,4	2,9891	0,1011	Não significativa
	Rosca	4,0 ± 1,2			
	Chanfro	1,9 ± 0,3			
<i>Secagem</i>	Como recebido	3,8 ± 1,4	3,9025	0,0471	Significante
	24h a 60 °C	3,0 ± 0,7			
	24h a 120 °C	2,2 ± 0,3			

APÊNDICE F: ASPECTO DAS SUPERFÍCIES DE FRATURA

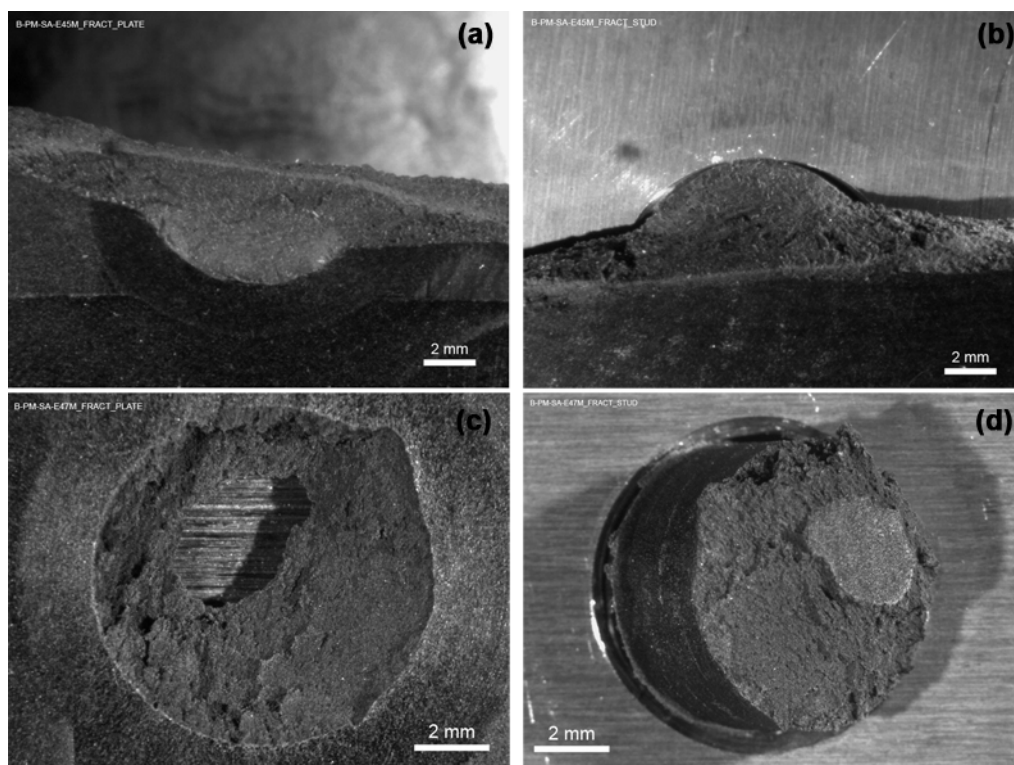


Figura F.1 – Aspecto das superfícies de fratura, nos diferentes tipos de falha: a) placa em falha por *net-tension*; b) pino em falha por *net-tension*; c) placa em falha por arrancamento; e d) pino em falha por arrancamento.

APÊNDICE G: PICOS DE FUSÃO E CRISTALIZAÇÃO OBTIDOS POR DSC

Os picos de fusão cristalina no aquecimento, e cristalização no resfriamento são apresentados na Figura G.1 e na Figura G.2.

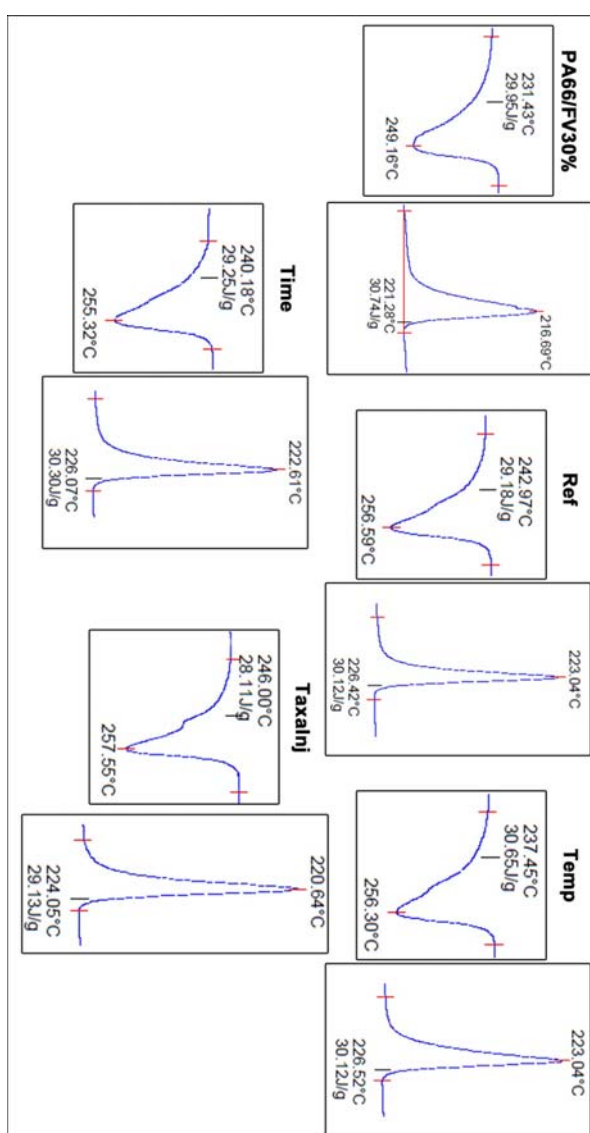


Figura G.1 – Picos de fusão cristalina e cristalização para as amostras PA66/FV30%; Ref; Temp; Time; e TaxalnJ.

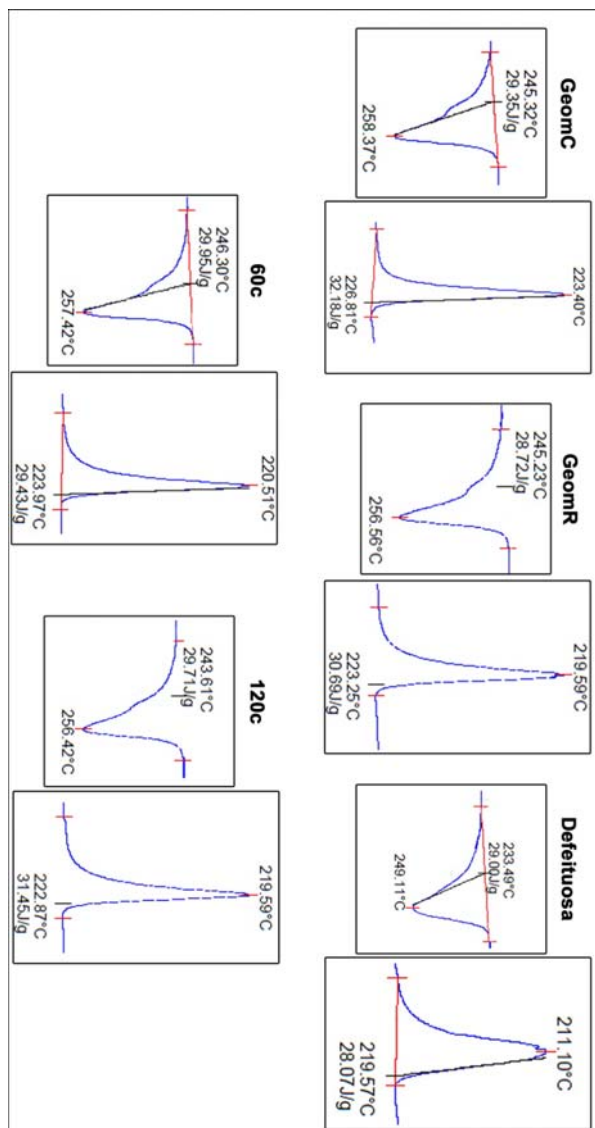


Figura G.2 – Picos de fusão cristalina e cristalização para as amostras GeomC; GeomR; Defeituosa; 60 °C; e 120 °C.