

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

UNIÃO PONTUAL POR FRICÇÃO (“FRICTION SPOT JOINING”) DE
ALUMÍNIO 6181-T4 COM COMPÓSITO LAMINADO DE POLI(SULFETO DE
FENILENO) E FIBRA DE CARBONO (CF-PPS)

João Victor Almeida Esteves

São Carlos-SP
2015

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

UNIÃO PONTUAL POR FRICÇÃO (“FRICTION SPOT JOINING”) DE
ALUMÍNIO 6181-T4 COM COMPÓSITO LAMINADO DE POLI(SULFETO DE
FENILENO) E FIBRA DE CARBONO (CF-PPS)

João Victor Almeida Esteves

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: Dr. Leonardo Bresciani Canto

Co-orientador: Dr. Sergio de Traglia Amancio Filho

Dr. Elias Hage Jr.

Agência Financiadora: CNPQ

São Carlos-SP

2015

Ficha catalográfica elaborada pelo DePT da Biblioteca Comunitária UFSCar
Processamento Técnico
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

E79u Esteves, João Victor Almeida
União pontual por fricção ("friction spot joining")
de alumínio 6181-T4 com compósito laminado de
poli(sulfeto de fenileno) e fibra de carbono (CF-
PPS) / João Victor Almeida Esteves. -- São Carlos :
UFSCar, 2015.
157 p.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal de
São Carlos, 2015.

1. Friction Spot Joining. 2. Compósitos. 3. Juntas
híbridas. 4. Alumínio. I. Título.

DEDICATÓRIA

Dedico o trabalho aos meus pais pela educação, dedicação e força de vontade dadas à mim.

VITAE DO CANDIDATO

Formado em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de São Carlos (2011).



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

Folha de Aprovação

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Dissertação de Mestrado do candidato João Victor Almeida Esteves, realizada em 26/02/2015:

A handwritten signature in blue ink, reading 'Leonardo B. Canto', is positioned above a horizontal line.

Prof. Dr. Leonardo Bresciani Canto
UFSCar

A handwritten signature in blue ink, reading 'Jose Alexandrino de Sousa', is positioned above a horizontal line.

Prof. Dr. Jose Alexandrino de Sousa
UFSCar

A handwritten signature in blue ink, reading 'Marco Antonio Durlo Tier', is positioned above a horizontal line.

Prof. Dr. Marco Antonio Durlo Tier
UNIPAMPA

AGRADECIMENTOS

À Deus primeiramente por me permitir e me dar forças nas horas mais difíceis.

À minha família pelo incansável apoio e também por estar sempre do meu lado nos momentos de decisão e de dificuldades.

À Universidade Federal de São Carlos e professores, pela excelência de ensino na área de engenharia de materiais e por ter me fornecido toda a estrutura para que pudesse concluir o trabalho com sucesso.

Ao Prof. Sergio Amancio pela oportunidade de trabalhar no centro de pesquisa HZG na Alemanha, pela imensa contribuição no trabalho e pela amizade e aprendizados trocados durante o período de estágio e mestrado.

Aos Profs. Leonardo Canto e Elias Hage pela orientação, acessibilidade, atenção e contribuição técnica no trabalho de mestrado.

Aos meus amigos de mestrado Camila, Joel, Lucas, Bismarck e Fernando Minucci pelo companheirismo e troca de experiências.

Aos meus amigos que fiz durante o período na HZG pelos momentos inesquecíveis durante a convivência na Europa: Gabriel Nunes, Camila Casto, Camila Rodrigues, Deni Wegermann, Marcelo Macedo, Kaio Nitsu, Lucian Blaga, Jan Carstensen, Jan Fritz, Seyed Goushegir, Athos Plaine, Diego Paulino, Amauri Mosquen, Lucio Correa, Luciano Bergmann, Tiago Rocha.

Aos meus colegas Bismarck, Lucian Blaga, Seyed Goushegir e Natalia Manente que foram fundamentais na realização de algumas análises e também na troca de conhecimento técnico-científico durante a realização do mestrado.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico pelo auxílio financeiro fornecido no primeiro ano do mestrado.

RESUMO

A união pontual por fricção (“Friction Spot Joining – FSpJ”) desponta como uma técnica alternativa e inovadora para produzir estruturas híbridas metal-polímero. Esta técnica foi desenvolvida e patenteada pela HZG / Alemanha em 2012. O processo utiliza uma combinação de ferramentas que através da fricção sobre o metal gera calor levando a formação de camada polimérica na interface e de travamento mecânico entre as chapas. Estudos anteriores demonstraram a viabilidade técnica para produção de juntas híbridas, porém, não há estudos demonstrando efetivamente a influência dos parâmetros de união nas propriedades das juntas. Este estudo teve como objetivo produzir juntas híbridas de alumínio 6181-T4 e compósito laminado de poli(sulfeto de fenileno) e fibra de carbono (CF-PPS) por FSpJ, e investigar a influência de parâmetros de processo e tratamento superficial do alumínio sobre a estrutura e a resistência mecânica dessas juntas. A combinação apropriada desses parâmetros resultou em juntas híbridas com força máxima em cisalhamento de até 1861 N (29 MPa) na geometria junta pontual sobreposta simples e de 3522 N (55 MPa) na geometria de junta sobreposta dupla. Esse nível de resistência mecânica é similar ou superior ao de outras juntas metal-compósito polimérico produzidas por técnicas convencionais de união, demonstrando o potencial da técnica FSpJ. A velocidade rotacional (VR) foi o parâmetro com maior influência na resistência ao cisalhamento das juntas, seguida pelo tempo de união (TU), profundidade de penetração (PP) e força de união (FU). As juntas com falha predominantemente coesiva apresentaram resistência ao cisalhamento superior. Foi verificado que juntas produzidas em menores taxas de resfriamento apresentam maior desempenho mecânico, independentemente do aporte térmico utilizado, devido a menor tensão residual na interface dessas juntas. Através de tratamentos superficiais simples no alumínio (lixamento seguido de decapagem ácida) foi possível alcançar aumento de até 160% na resistência ao cisalhamento das juntas.

FRICION SPOT JOINING OF ALUMINUM ALLOY 6181-T4 AND CARBON FIBER REINFORCED POLYPHENYLENE SULFIDE LAMINATE COMPOSITE

ABSTRACT

The friction spot joining (FSpJ) emerges as an alternative and innovative technique for producing polymer-metal hybrid structures. This technique was developed and patented by HZG / Germany in 2012. The process uses a combination of tools that by friction generates heat leading to the formation of a polymer layer through the interface and mechanical interlocking between the joints partners. Previous studies have demonstrated the technical feasibility of producing hybrid joints by FSpJ, however, no studies have demonstrated the influence of the process parameters on the joints properties. This study aimed to produce hybrid joints of 6181-T4 aluminum alloy and carbon fiber reinforced poly(phenylene sulfide) laminate composite (CF-PPS) by FSpJ and investigate the influence of process and aluminum surface treatment on the structure and the mechanical strength of these joints. The proper combination of these parameters resulted in hybrid joints with single lap shear force of up to 1861 N (29 MPa) and 3522 N (55 MPa) for double lap joints. This level of shear strength is similar or superior to others metal / polymeric composite joints produced by conventional joining techniques, demonstrating the potential of the FSpJ. The rotational speed (RS) was the parameter with the greatest influence on the shear strength of the joints, followed by the joining time (JT), tool plunge depth (PD) and joining force (JF). Joints that had predominantly cohesive fracture showed higher shear strength. Joints that were cooled at lower rates showed higher joint shear strength, regardless the heat input, due to lower residual stress at the interface of these joints. Through simple aluminum surface treatment (grinding followed by acid pickling) it was possible to achieve an increasing up to 160% in the shear strength of the joints.

PUBLICAÇÕES

ESTEVEVES, J. V.; GOUSHEGIR, S.M.; DOS SANTOS, J.F.; CANTO, L.B.; HAGE JR., E.; AMANCIO, S.T. Friction spot joining of aluminum 6181-T4 and carbon fiber-reinforced poly(phenylene sulfide): Effects of process parameters on the microstructure and mechanical strength. *Materials and Design*. Vol 66 Part B. p. 437-445, 2015.

ESTEVEVES, J. V.; GOUSHEGIR, S.M.; DOS SANTOS, J.F.; CANTO, L.B.; HAGE JR., E.; AMANCIO-FILHO, S.T. Friction Spot Joining of aluminum 6181-T4 and carbon fiber reinforced poly(phenylene sulfide): Effects of process parameters on microstructure and strength. Em: *Proceedings of Euromat, Sevilla, Espanha*, paper num. 2932, 2013.

ESTEVEVES, J.V.; AMANCIO-FILHO, S.T.; DOS SANTO, J.F.; CANTO, L.B.; HAGE JR., E. Mechanical performance of aluminum 6181-T4 / carbon Reinforced PPS composite hybrid joints produced by friction spot joining. In: *Proceedings of MSE 2012. Darmstadt (D)*, 2012.

ESTEVEVES, J.V.; AMANCIO-FILHO S.T.; DOS SANTOS, J.F.; CANTO, L.B. Paper XVI-937-12 Friction Spot Joining of Aluminum 6181-T4 and Carbon Fiber Reinforced PPS: Effects of Process Parameters on Microstructure and Strength. Meeting of Commission XVI "Polymer joining and adhesive technology", *Proceedings of 65th Annual Assembly of the International Institute of Welding, Denver, CO, EUA, 8th- 13th Julho 2012*.

ESTEVEVES, J. V. A.; AMANCIO-FILHO, S. T.; DOS SANTOS, J. F.; CANTO, L. B.; HAGE, E. Friction spot joining of aluminum 6181-T4 and carbon fiber reinforced poly(phenylene sulfide). Em: *Proceedings of ANTEC 2012, v. 2, p. 1698-1704, 2012*.

ESTEVEES, J. V. A.; AMANCIO-FILHO, S. T.; DOS SANTOS, J. F.; CANTO, L. B.; HAGE, E. Avaliação mecânica-estrutural de juntas híbridas de alumínio AA6181-T4 e laminado compósito de PPS e fibra de carbono produzidas por união pontual por fricção (FSpJ). Em: Proceedings of CBECIMAT, p. 5025-5033, 2012.

ÍNDICE DE ASSUNTOS

FOLHA DE APROVAÇÃO.....	i
AGRADECIMENTOS.....	iii
RESUMO.....	v
ABSTRACT.....	vii
PUBLICAÇÕES.....	ix
ÍNDICE DE TABELAS.....	xiv
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xvi
SÍMBOLOS E ABREVIACÕES.....	xix
1 INTRODUÇÃO.....	1
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	5
2.1 Alumínio e suas ligas.....	5
2.1.1 Alumínio 6181-T4.....	6
2.2 Poli(sulfeto de fenileno) (PPS).....	10
2.2.1 Propriedades do PPS.....	10
2.2.2 Morfologia cristalina do PPS.....	12
2.2.3 Medidas do grau de cristalinidade do PPS.....	13
2.2.4 Influência do ciclo térmico na cristalinidade do PPS.....	14
2.2.5 Influência da cristalinidade nas propriedades mecânicas do PPS.....	18
2.2.6 Degradação do PPS.....	19
2.3 Métodos de união metal - compósito polimérico.....	21
2.4 União Pontual por Fricção (<i>“Friction Spot Joining”</i>).....	22
2.4.1 Descrição da técnica.....	22
2.4.2 Mecanismos de união.....	26
2.4.3 Mudanças microestruturais resultantes do FSpJ.....	28
2.4.4 Juntas produzidas por FSpJ.....	31
2.5 Teoria da adesão.....	36
2.5.1 Travamento mecânico (<i>‘mechanical interlocking’</i>).....	37
2.5.2 Teoria eletrostática (ou eletrônica).....	38
2.5.3 Modelo da camada fraca de adesão (<i>‘Weak Boundary Layer – WBL’</i>).....	39
2.5.4 Teoria da adsorção (molhamento).....	40

2.5.5	Teoria da difusão/interdifusão	40
2.5.6	Teoria da ligação química.....	41
2.6	Tensão superficial e molhamento.....	41
2.7	Tratamento superficial do alumínio.....	43
2.7.1	Rugosidade superficial	45
2.8	Juntas adesivas.....	46
2.9	Planejamento de experimentos: Taguchi.....	48
2.10	Síntese da revisão bibliográfica	50
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	53
3.1	Materiais.....	53
3.2	Planejamento experimental	55
3.3	Tratamentos superficiais dos materiais	56
3.4	União Pontual por Fricção (FSpJ)	59
3.4.1	Procedimento experimental	59
3.4.2	Parâmetros de processo.....	61
3.5	Medidas de rugosidade superficial	62
3.6	Medidas de temperatura.....	62
3.7	Ensaio mecânico de cisalhamento sob tração.....	63
3.8	Medidas de microdureza das juntas	64
3.9	Análise microestrutural das juntas.....	65
3.10	Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)	66
3.11	Ensaio de molhamento por ângulo de contato	67
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	69
4.1	Estudo da união de alumínio 6181-T4 com o compósito CF-PPS.....	69
4.1.1	Estudo da janela de processo da junta AA6181-T4/CF-PPS.....	69
4.1.2	Influência dos parâmetros do processo FSpJ na força máxima de cisalhamento sob tração das juntas AA6181-T4/CF-PPS	76
4.2	Influência da vazão do ar de resfriamento na estrutura e resistência ao cisalhamento das juntas	88
4.2.1	Análise térmica do processo.....	90
4.2.2	Análise microestrutural das juntas.....	94
4.2.3	Grau de cristalinidade do PPS formado na interface das juntas.....	97

4.2.4	Alterações microestruturais e de propriedades mecânicas locais dos componentes das juntas resultantes do processo FSpJ.....	99
4.2.5	Resistência ao cisalhamento das juntas	108
4.3	Efeito do tratamento superficial do alumínio no desempenho mecânico das juntas.....	112
4.3.1	Análise microstrutural das juntas	113
4.3.2	Resistência ao cisalhamento das juntas	116
4.3.3	Molhabilidade superficial do PPS no alumínio	119
4.3.4	Rugosidade superficial do alumínio	121
4.4	Síntese dos resultados e da discussão	126
5	CONCLUSÕES	129
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	131
7	REFERÊNCIAS.....	133
	APÊNDICE A: CURVAS FORÇA DE CISALHAMENTO – DESLOCAMENTO DAS JUNTAS PRODUZIDAS NAS ETAPAS 2 E 3 DO ESTUDO	147
	APÊNDICE B: MEDIÇÃO DA ÁREA DE ADESÃO E ÁREA DO CERNE METÁLICO.....	151
	APÊNDICE C: PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS TAGUCHI E ANÁLISE DE VARIÂNCIA.....	153
	APÊNDICE D: MONITORAMENTO TÉRMICO – ETAPA 2.....	155

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1: Propriedades físicas e mecânicas típicas do alumínio puro [16].	5
Tabela 2.2: Composição química da liga 6181 (em massa, %) de acordo com os dados do fabricante [19].	7
Tabela 2.3: Propriedades típicas do PPS [26].	11
Tabela 2.4: Efeito do histórico térmico no grau de cristalinidade do PPS em compósito reforçado com fibra de carbono [28] [36].	18
Tabela 2.5: Processos para soldagem de polímeros termoplásticos [5] [42]. ...	22
Tabela 2.6: Escala de ação dos mecanismos de adesão.	37
Tabela 3.1: Espessura das chapas de alumínio utilizadas no trabalho.	53
Tabela 3.2: Composição química nominal da liga 6181-T4.	53
Tabela 3.3: Propriedades mecânicas e físicas da liga de alumínio 6181-T4. ...	53
Tabela 3.4: Tratamentos superficiais utilizados em cada etapa do trabalho. ...	57
Tabela 3.5: Tratamentos superficiais utilizados.	58
Tabela 3.6: Parâmetros de FSpJ selecionados para a fabricação das juntas híbridas AA6181-T4/CF-PPS na Etapa 1 do estudo.	61
Tabela 3.7: Parâmetros de soldagem utilizados nas Etapas 2 e 3.	61
Tabela 4.1: Combinações de parâmetros FSpJ utilizadas no estudo de união das juntas sobrepostas duplas AA6181-T4/CF-PPS utilizando a metodologia OFAT (Etapa 1).	69
Tabela 4.2: Níveis dos parâmetros selecionados através do método OFAT para utilização no planejamento de experimento Taguchi.	76
Tabela 4.3: Valores médios experimentais e desvio padrão da força máxima de cisalhamento sob tração, deslocamento na força máxima e razão S/R para as juntas sobrepostas duplas AA6181-T4/CF-PPS em função dos parâmetros de processo.	77
Tabela 4.4: Efeitos principais dos parâmetros de processamento FSpJ na força máxima de cisalhamento das juntas sobrepostas duplas AA6181-T4/CF-PPS em termos da razão S/R.	79
Tabela 4.5: Análise de variância para os efeitos principais dos parâmetros de processo FSpJ na força máxima de cisalhamento das juntas sobrepostas duplas AA6181-T4/CF-PPS em termos da razão S/R.	81

Tabela 4.6: Combinações de parâmetros de processamento adotadas na Etapa 2 do estudo para produção das juntas AA6181-T4/CF-PPS por FSpJ.	89
Tabela 4.7: Temperatura máxima medida pelos termopares T1, T2 e T3 para as juntas produzidas na Etapa 2.....	90
Tabela 4.8: Temperatura máxima de processo medida através da termocâmara para as condições estudadas na Etapa 2.	91
Tabela 4.9: Temperatura de cristalização a frio (T_{cf}), temperatura de fusão (T_m), entalpia de fusão (ΔH_m) e grau de cristalinidade (X_c) do adesivo de PPS das juntas produzidas em AAT e no material base CF-PPS.....	99
Tabela 4.10: Força máxima de cisalhamento e deslocamento na força máxima das juntas sobrepostas simples AA6181-T4/CF-PPS em função da taxa de resfriamento (fluxo de ar).	108
Tabela 4.11: Influência do fluxo de ar na área do filme de PPS formado na interface das juntas AA6181-T4/CF-PPS em função da taxa de resfriamento (fluxo de ar).	111
Tabela 4.12: Combinação de parâmetros utilizada para produzir as juntas AA6181-T4/CF-PPS na Etapa 3 do estudo.	112
Tabela 4.13: Força máxima de cisalhamento e deslocamento na força máxima das juntas sobrepostas simples AA6181-T4/CF-PPS produzidas na combinação de AAT (Condição D, Tabela 4.6) em função do tipo de tratamento superficial da chapa de alumínio.	116
Tabela 4.14: Valores do ângulo de contato do PPS fundido sobre a superfície do alumínio em função do tipo de tratamento superficial.	120
Tabela 4.15: Tratamentos superficiais e rugosidades da chapa de alumínio com os respectivos valores de força máxima de cisalhamento de juntas sobrepostas simples AA6181-T4/CF-PPS produzidas na combinação de AAT (Condição D, Tabela 4.6).	121
Tabela D-1: Taxas de resfriamento das juntas unidas na Etapa 2 do estudo medidas duas vezes nos termopares T1, T2 e T3.....	157

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1: Estrutura <i>stringer-to-skin</i> (A) Esquema 3D; (B) Esquema 2D; (C) Possível aplicação em estruturas aeronáuticas. Adaptado de [14].	3
Figura 2.1: Classificação das ligas de alumínio trabalháveis mecanicamente. Adaptado de [17].	6
Figura 2.2: Diagrama binário de fases do sistema Al-Mg ₂ Si. Adaptado de [22].	7
Figura 2.3: Comportamento das propriedades termofísicas da liga de alumínio 6181 (difusividade térmica, calor específico e densidade) com a temperatura. Adaptado de [23].	8
Figura 2.4: Influência da temperatura na condutividade térmica das ligas de alumínio 6181, 6013 e do alumínio puro.	9
Figura 2.5: Variação da expansão térmica da liga de alumínio 6181 com a temperatura. Adaptado de [23].	9
Figura 2.6: Influência da temperatura nas curvas tensão-deformação da liga de alumínio 6181. Adaptado de [23].	10
Figura 2.7: Estrutura química do mero do PPS. Reproduzida de [24].	10
Figura 2.8: Polimerização por condensação para obtenção do PPS [25].	11
Figura 2.9: Conformação da cadeia do PPS em célula unitária ortorrômbica. Reproduzida de [30].	12
Figura 2.10: Estruturas esferulíticas do PPS. Reproduzida de [32].	12
Figura 2.11: Influência da temperatura de recozimento na fração da fase cristalina do PPS. Tempo de recozimento: 2 horas. Adaptado de [33].	16
Figura 2.12: Influência da temperatura do molde na cristalinidade do PPS. Adaptado de [35].	17
Figura 2.13: Influência da temperatura da parede do molde na resistência à tração do PPS. Adaptado de [37].	19
Figura 2.14: Perda de massa em ensaio de TGA para os compósitos PPS/Fibra de Carbono e PEI/Fibra de Carbono, em ar atmosférico. Adaptado de [38].	20
Figura 2.15: Perda de massa do laminado de PPS/Vidro quando submetido a isoterma sob ar atmosférico. Adaptado de [38].	20
Figura 2.16: Métodos de união para juntas híbridas.	21

Figura 2.17: Ferramentas utilizadas no equipamento de FSpJ com as respectivas dimensões. Adaptado de [9].....	23
Figura 2.18: Ilustração das fases do processo de união pontual por fricção (FSpJ/ penetração da camisa). A) Pino e camisa deslocam-se em direção à superfície da chapa metálica em velocidade pré determinada; B) A camisa penetra a chapa metálica até profundidade determinada e o pino é deslocado em sentido oposto à esta; C) Pino e camisa retornam à superfície da chapa metálica; D) Pressão aplicada contra o anel de fixação é aliviada e as ferramentas são removidas da superfície da junta. Adaptado de [10].....	25
Figura 2.19: A) Secção transversal da junta magnésio AZ31 e compósito PPS/ Fibra de vidro; B) Intertravamento micromecânico. Adaptado de [10].	28
Figura 2.20: Macrografia da seção transversal de uma junta metal-compósito polimérico com delimitação esquemática das zonas afetadas na junta. Reproduzido de [52]......	28
Figura 2.21: Micrografias das secções transversais de juntas obtidas por FSpJ: A) Mg AZ31/GF-PPS e B) Mg AZ31/CF-PPS. Adaptado de [9].	32
Figura 2.22: Influência do tratamento superficial do alumínio na resistência ao cisalhamento de juntas AA5754/CF-PPS produzidas por FSpJ. Parâmetros utilizados: 900 rpm/0,5 mm/4s/2,5 bar. Reproduzido de [47].	33
Figura 2.23: Superfície de fratura da junta AA2024-T3/CF-PPS produzida por FSpJ: Mistura de falha coesiva e adesiva. Adaptado de [61].....	35
Figura 2.24: (a) Molhamento eficiente, (b) fraco molhamento. Adaptado de [66].	37
Figura 2.25: Representação esquemática das sete classes de camada de ligação fraca do modelo de Bikerman: (a) Poros de ar; (b) e (c) impurezas na interface; (d) a (g) reações entre componentes e meio. Adaptado de [73].	39
Figura 2.26: Representação gráfica da equação de Young. Adaptado de [66].	42
Figura 2.27: Representação gráfica da rugosidade média (R_a) [91].	46
Figura 2.28: Representação esquemática de tipos de falhas em juntas coladas. A) Falha adesiva; B) Falha coesiva no adesivo; C) Falha coesiva no substrato e D) Falha mista adesiva-coesiva. [93]	47

Figura 2.29: Geometrias de juntas sobrepostas: junta simples (<i>'single lap'</i>), junta dupla (<i>'double lap'</i>), junta de chanfro exterior (<i>'beveled lap'</i>) e junta de encaixe (<i>'joggle lap'</i>) [97] [101].	48
Figura 3.1: Micrografias ópticas da liga AA6181-T4 na condição laminada: (a) direção longitudinal à de laminação e (b) direção transversal à de laminação.	54
Figura 3.2: Configuração de tecido 5H <i>Satin Weave</i> do compósito laminado de poli(sulfeto de fenileno) e fibra de carbono (CF-PPS) [109].	55
Figura 3.3: Fluxograma do planejamento experimental do trabalho.	56
Figura 3.4: Direções de lixamento da chapa de alumínio [113].	58
Figura 3.5: A) Equipamento FSpJ; B) Geometria das ferramentas; C) Detalhes das ferramentas de FSpJ. Adaptado de [46] [10]	59
Figura 3.6: Porta-amostra utilizado para a preparação das juntas híbridas AA6184-T4/CF-PPS por FSpJ. Adaptado de [112].	60
Figura 3.7: (a) Cabeça de resfriamento. 1- Entrada de ar e 2- Exaustão de ar. (b) 3 - Pontos de exaustão de ar responsáveis pelo resfriamento da junta. Adaptado de [113].	60
Figura 3.8: Representação esquemática do posicionamento dos termopares nas amostras (alumínio sobre compósito CF-PPS) para medidas de temperatura durante a FSpJ.	62
Figura 3.9: Montagem da câmara de infravermelho durante medição de temperatura do processo.	63
Figura 3.10: Geometria das juntas utilizadas nos ensaios mecânicos de cisalhamento: A) Configuração <i>single lap</i> ; B) Configuração <i>double lap</i> ; C) Configuração <i>single lap</i> - visão superior.	64
Figura 3.11: Extração do filme de PPS formado na interface da junta durante o processo FSpJ para análise via DSC.	67
Figura 3.12: Exemplo de medida da molhabilidade por ângulo de contato do PPS em superfície de alumínio pelo método tangente.	68
Figura 4.1: Acabamento superficial (esquerda) e secção transversal (direita) das juntas sobrepostas duplas AA6181-T4 / CF-PPS preparadas na condição TU: 4 s; PP: 0,75 mm e FU: 2,5 kN mostrando a influência da velocidade rotacional	

- (VR): A) VR: 1000 rpm, B) VR: 1200 rpm, C) VR: 1400 rpm, D) VR: 1600 rpm e E) VR: 1800 rpm. 71
- Figura 4.2: Acabamento superficial (esquerda) e macrografia da seção transversal (direita) das juntas sobrepostas duplas AA6181-T4 / CF-PPS preparadas na condição TU: 4 s; VR: 1200 rpm e FU: 2,5 kN mostrando a influência da profundidade de penetração da ferramenta (PP):A) PP: 0,75 mm, B) PP: 1,00 mm, C) PP: 1,15 mm, e D) PP: 1,25 mm. 73
- Figura 4.3: Ilustração do fenômeno de ruptura da região de mistura (bsz) de uma junta metal-polímero produzida por FSpJ: (a) a profundidade de penetração máxima é atingida e a trinca se inicia, (b) a trinca se propaga abaixo do pino durante a extração da camisa, (c) a região central da junta sofre ruptura e permanece aderida ao pino. Reproduzido de [120]. 74
- Figura 4.4: Acabamento superficial (esquerda) e macrografia da seção transversal (direita) das juntas sobrepostas duplas AA6181-T4 / CF-PPS preparadas na condição TU: 4 s; VR: 1200 rpm e PP: 0,75 mm mostrando a influência da força de união (FU): A) FU: 6,8 kN, B) FU: 7,5 kN e C) FU: 8,3 kN. 75
- Figura 4.5: Superfície de fratura das juntas depois do ensaio de cisalhamento (esquerda): (a) condição 3; (b) condição 1. Seção transversal das juntas (direita): (c) condição 3; (d) condição 1. 78
- Figura 4.6: Gráficos para os efeitos principais dos parâmetros de processamento FSpJ na resistência ao cisalhamento das juntas sobrepostas duplas AA6181-T4/CF-PPS em termos da razão S/R. Média da razão S/R para o parâmetro: (a) Velocidade rotacional; (b) Profundidade de penetração; (c) Tempo de união e (d) Força de união. 80
- Figura 4.7: Superfícies de fratura do compósito nas juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas por FSpJ mostrando a influência da velocidade rotacional (VR) sobre a área de adesão das juntas. VR: (a) 1200 rpm, (b) 1400 rpm e (c) 1600 rpm. 82
- Figura 4.8: Influência da velocidade rotacional na força máxima de cisalhamento e na área de adesão das juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas por FSpJ... 83

Figura 4.9: Superfícies de fratura do compósito nas juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas por FSpJ mostrando a influência do tempo de união (TU) sobre a área de adesão das juntas. TU: (a) 2 s; (b) 4 s e (c) 6 s.	84
Figura 4.10: Influência do tempo de união (TU) na força máxima de cisalhamento e na área de adesão das juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas por FSpJ. ...	84
Figura 4.11: Influência da profundidade de penetração (PP) na força máxima de cisalhamento e na área do cerne das juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas por FSpJ.	85
Figura 4.12: Representação das superfícies de fratura do alumínio em juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas por FSpJ mostrando a influência da profundidade de penetração (PP) sobre a área do cerne metálico formada. PP: (a) 0,75 mm; (b) 1,00 mm; (c) 1,15 mm.	86
Figura 4.13: Superfícies de fratura das juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas por FSpJ na Condição 1 (a) e na Condição 7 (b). Curvas força-deslocamento nos ensaios de cisalhamento das juntas produzidas nas Condições 1 e 7 (c).	87
Figura 4.14: Influência da força de união na área de adesão formada durante o processo FSpJ para as juntas AA6181-T4/CF-PPS.	87
Figura 4.15: Termografias comuns para as juntas produzidas na combinação de: (a) Baixo aporte térmico e (b) Alto aporte térmico.	92
Figura 4.16: Taxas de resfriamento média de acordo com a posição do termopar para: (a) juntas produzidas na combinação de BAT e (b) juntas produzidas na combinação de AAT.	93
Figura 4.17: Secção transversal típica de juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas na combinação de AAT (condição D, Tabela 4.6). (a) formação do cerne metálico; (b) replechimento da cavidade gerada pela penetração da camisa; (c) interface alumínio-compósito.	94
Figura 4.18: Secção transversal típica de juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas na combinação de BAT (condição A, Tabela 4.6). (a) baixa formação do cerne metálico; (b) preenchimento falho da cavidade gerada pela penetração da camisa; (c) interface alumínio-compósito.	95
Figura 4.19: Micrografia típica da interface alumínio-compósito de juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas na combinação de BAT.	96

Figura 4.20: Micrografia típica da interface alumínio-compósito de juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas na combinação de AAT.	97
Figura 4.21: Curvas de DSC da camada de PPS formado na interface das juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas nas condições D, E e F e do material de base (CF-PPS).....	98
Figura 4.22: Macrografia da seção transversal de juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas na condição BAT (Condição A, Tabela 4.6), com destaque para transformações microestruturais da chapa de alumínio. a) macroestrutura da junta; b) falha no preenchimento da cavidade gerada pela penetração da camisa – lado esquerdo; c) zona de mistura do alumínio; d) falha no preenchimento da cavidade gerada pela penetração da camisa – lado direito; e) interface entre a ZM e a ZTMA; f) material base.....	100
Figura 4.23: Macrografia da seção transversal de juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas na combinação de AAT (Condição D, Tabela 4.6) com destaque para transformações microestruturais da chapa de alumínio. a) macroestrutura da junta; b) repreenchimento da cavidade gerada pela penetração da camisa – lado esquerdo; c) zona de mistura do alumínio; d) repreenchimento da cavidade gerada pela penetração da camisa – lado direito; e) interface entre a ZM e a compósito; f) material base.	102
Figura 4.24: Perfis de microdureza da chapa de alumínio em junta unida na combinação de BAT (Condição A, Tabela 4.6). a) Medidas a 0,6 mm do topo da chapa de alumínio e b) Medidas a 1,9 mm do topo da chapa de alumínio. ...	103
Figura 4.25: Perfil de microdureza da chapa de alumínio em junta unida com a combinação de AAT (Condição D, Tabela 4.6): a) Medidas a 0,6 mm do topo da chapa de alumínio e b) Medidas a 1,9 mm do topo da chapa de alumínio. ...	103
Figura 4.26: Variação da dureza Vickers do compósito CF-PPS de acordo com a distância da fonte de calor gerado pela fricção (distância do metal) apresentada pelas juntas produzidas na combinação de: a) BAT (Condição A, Tabela 4.6); b) AAT (Condição D, Tabela 4.6).	106
Figura 4.27: Influência da vazão do ar de resfriamento na força máxima de cisalhamento das juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas nas combinações de BAT e AAT.	109

Figura 4.28: Influência da vazão do ar de resfriamento no deslocamento máximo no ensaio de cisalhamento das juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas nas combinações de BAT e AAT.....	110
Figura 4.29: Superfícies de fratura (alumínio e compósito) das juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas na combinação de AAT (Condição D, Tabela 4.6) (a) e na combinação de BAT (Condição A, Tabela 4.6) (b).	112
Figura 4.30: Superfícies da placa de alumínio: (a) Condição de recebimento - ranhuras; (b) Chapa lisa - sem ranhuras; (c) Decapagem ácida HNO ₃ 15 min; (d) Decapagem ácida HNO ₃ 25 min; (e) Decapagem ácida HNO ₃ 30 min; (f) Lixamento P1200; (g) Lixamento P1200 + decapagem HNO ₃ 30 min.	113
Figura 4.31: (a) Micrografia da seção transversal da junta AA6181-T4/CF-PPS produzida na combinação de AAT (Condição D, Tabela 4.6); b) vazios provenientes de aprisionamento de ar; c) vazios provenientes de contração diferencial; d) ruptura do alumínio devido a deformação plástica imposta pelo do processo; (e) aprisionamento de fibra de carbono nas cavidades superficiais do alumínio; (f) preenchimento da rugosidade do alumínio por PPS fundido e consolidado.	115
Figura 4.32: Superfícies de fratura das juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas na combinação de AAT (Condição D, Tabela 4.6) em função do tratamento superficial da chapa de alumínio: a) condição de recebimento; b) decapagem ácida HNO ₃ por 15 minutos; c) lixamento com P1200 e d) tratamento combinado de lixamento e decapagem ácida.	117
Figura 4.33: Influência do tratamento superficial do alumínio no ângulo de contato do PPS fundido: a) tal como recebido; b) lixamento + HNO ₃ por 30 min.; c) HNO ₃ por 30 min. d) lixamento P1200.....	119
Figura 4.34: Superfície do alumínio na condição de recebimento: a) micrografia a laser; b) imagem topográfica.	122
Figura 4.35: Superfície do alumínio na condição tratada por decapagem ácida em HNO ₃ por 15 minutos: a) micrografia a laser; b) imagem topográfica.	122
Figura 4.36: Superfície do alumínio após lixamento com grão P1200: a) micrografia a laser; b) imagem topográfica.....	123

Figura 4.37: Superfície do alumínio após lixamento com grão P1200 seguido por decapagem ácida com HNO ₃ por 30 minutos: a) micrografia laser; b) imagem topográfica.	123
Figura 4.38: Influência da rugosidade média Ra na força máxima de cisalhamento das juntas AA6181-T4/CF-PPS.....	124
Figura A-1: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta sobreposta simples AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na combinação de parâmetros A da Etapa 2.....	147
Figura A-2: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta sobreposta simples AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na combinação de parâmetros B da Etapa 2.....	147
Figura A-3: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta sobreposta simples AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na combinação de parâmetros C da Etapa 2.....	147
Figura A-4: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta sobreposta simples AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na combinação de parâmetros D da Etapa 2.....	147
Figura A-5: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta sobreposta simples AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na combinação de parâmetros E da Etapa 2.....	148
Figura A-6: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta sobreposta simples AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na combinação de parâmetros F da Etapa 2.....	148
Figura A-7: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta sobreposta simples AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na condição de recebimento do alumínio na Etapa 3.....	148
Figura A-8: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta sobreposta simples AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na na condição com decapagem ácida 15 minutos da Etapa 3.....	148
Figura A-9: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta sobreposta simples AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na condição com decapagem ácida 25 minutos da Etapa 3.....	149

Figura A-10: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta sobreposta simples AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na condição com decapagem ácida 30 minutos da Etapa 3.....	149
Figura A-11: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta sobreposta simples AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na condição após lixamento abrasivo Etapa 3.....	149
Figura A-12: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta sobreposta simples AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na condição após lixamento abrasivo seguida de decapagem ácida Etapa 3.....	149
Figura B-1: Exemplo de medida de (a) área de adesão e (b) área do cerne metálico.....	151
Figura C-1: Gráficos para os efeitos principais dos parâmetros de processamento FSpJ na resistência ao cisalhamento das juntas AA6181-T4/CF-PPS em termos da média.....	154
Figura C-2: Gráficos para os efeitos principais dos parâmetros de processamento FSpJ na resistência ao cisalhamento das juntas AA6181-T4/CF-PPS em termos da razão S/R.....	154
Figura D-1: Curva de monitoramento térmico, realizado pelos termopares T1,T2 e T3 das juntas produzidas na condição A: a) Réplica 1 e b) Réplica 2.....	155
Figura D-2: Curva de monitoramento térmico, realizado pelos termopares T1,T2 e T3 das juntas produzidas na condição B: a) Réplica 1 e b) Réplica 2.....	155
Figura D-3: Curva de monitoramento térmico, realizado pelos termopares T1,T2 e T3 das juntas produzidas na condição C: a) Réplica 1 e b) Réplica 2.....	156
Figura D-4: Curva de monitoramento térmico, realizado pelos termopares T1,T2 e T3 das juntas produzidas na condição D: a) Réplica 1 e b) Réplica 2.....	156
Figura D-5: Curva de monitoramento térmico, realizado pelos termopares T1,T2 e T3 das juntas produzidas na condição E: a) Réplica 1 e b) Réplica 2.....	156
Figura D-6: Curva de monitoramento térmico, realizado pelos termopares T1,T2 e T3 das juntas produzidas na condição F: a) Réplica 1 e b) Réplica 2.....	157

SÍMBOLOS E ABREVIACÕES

AAT	Alto aporte térmico
AITM	<i>Airbus Industries Test Methods</i>
ANOVA	Análise de variância
ASM	<i>American Society for Metals</i>
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
BAT	Baixo aporte térmico
BSZ	<i>Broken Stir Zone</i> (rupture da zona de mistura)
CF-PPS	Laminado compósito de PPS reforçado com fibra de carbono
DL	Direção de laminação
DOE	Design of experiments (planejamento de experimentos)
DSC	<i>Differential scanning calorimetry</i>
FU	Força de união
FSpJ	<i>Friction Spot Joining</i> (união pontual por fricção)
FSpW	<i>Friction Spot Welding</i> (soldagem por fricção por ponto)
FSSW	<i>Friction Stir Spot Welding</i> (soldagem por fricção e mistura por ponto)
FSW	<i>Friction Stir Welding</i> (soldagem por fricção e mistura)
GL	Graus de liberdade
HZG	<i>Helmholtz-Zentrum Geesthacht</i>
IFEU	<i>Institute for Energy and Environmental Research</i>
OFAT	<i>One-factor-at-a-time</i>
P%	Porcentagem de contribuição
PHAZ	<i>Polymer Heat Affected Zone</i>
PP	Profundidade de penetração
PPS	Poli(sulfeto de fenileno)
PTMAZ	<i>Polymer Thermo-Mechanically Affected Zone</i>
Q	Aporte térmico
QM	Quadrados médios
Ra	Rugosidade média
S/R	Razão sinal-ruído

SQ	Soma dos quadrados
T _c	Temperatura de cristalização
T _g	Temperatura de transição vítrea
TGA	<i>Thermogravimetric analysis</i>
T _m	Temperatura de fusão
TU	Tempo de união
TRM	Taxa de Resfriamento Média
VR	Velocidade rotacional
X _c	Grau de cristalinidade
ZM	Zona de mistura
ZTA	Zona termicamente afetada
ZTMA	Zona termomecanicamente afetada
WBL	<i>Weak boundary layer</i> (camada fraca de adesão)

ΔH_m	Entalpia de fusão experimental
ΔH_c	Entalpia de cristalização no aquecimento
ΔH_m^o	Entalpia de fusão teórica para o material 100% cristalino
W_f	Porcentagem em massa de fibras
γ_s	Energia livre da superfície do substrato sólido
γ_{sl}	Energia livre interfacial entre o substrato sólido e a gota líquida
γ_l	Energia livre da superfície do líquido gotejado
θ	Molhamento ou ângulo de contato entre a interface sólido-líquido
$M(n)$	Torque da máquina
$\omega(n)$	Velocidade rotacional
Δt	Tempo de processo
T_{pico}	Temperatura máxima de processo
t_{pico}	Tempo de medida da temperatura máxima de processo
t_{40}	Tempo de medida da temperatura a 40° C

1 INTRODUÇÃO

A indústria de transportes busca atualmente tecnologias alternativas para atender a demanda do mercado por veículos energeticamente mais eficientes e que consumam menos combustíveis. Os veículos também devem obedecer a rígidos requisitos governamentais para redução de emissão de gases nocivos ao meio ambiente, como o CO₂, além de garantir segurança e conforto aos passageiros. Uma das formas mais eficientes para redução do consumo de combustível dos veículos é o uso de materiais mais leves na construção de suas estruturas [1]. A redução de peso das estruturas pode ser realizada através da substituição do aço comumente utilizado por ligas leves como as de alumínio e de magnésio e por compósitos de matriz polimérica reforçada com fibras. O uso combinado destes materiais é atualmente um tema de grande importância na indústria automotiva [2]. Em termos gerais, uma redução de 10% no peso do veículo gera uma economia de combustível de 5,5% [3], podendo por efeito cascata chegar a 10%, já que poderá ser reduzido o tamanho de componentes como motor, sistema de transmissão e tanque de combustível [4]. Pesquisa realizada pelo *Institute for Energy and Environmental Research* (IFEU) mostrou que a redução no peso dos veículos em 100 kg gera redução na emissão de CO₂ durante as suas vidas úteis, de 5,2 toneladas para ônibus urbanos, 6,3 toneladas para caminhonetes, mais de 10 toneladas para navios cargueiros comuns e trens de curta distância e até 1500 toneladas para aviões em voo de curta distância [1].

A produção de estruturas monolíticas é geralmente impraticável devido a questões técnico-econômicas. Desta forma, existe atualmente a necessidade da união desses dois diferentes materiais [5]. Compósitos poliméricos reforçados com fibra de carbono têm sido utilizados em combinação com ligas de alumínio e titânio, devido ao ganho de resistência específica (i.e. razão resistência-peso). Um exemplo de sucesso do uso de compósitos na indústria aeronáutica é o caso do Boeing 787 *Dreamliner*, cuja estrutura primária, incluindo fuselagem e asas, é produzida em 50% de material compósito. Entre as vantagens listadas pela Boeing estão a redução de 20% no consumo de combustível, quando comparado

com aeronaves com tamanho similar ao 787, e também ganho em velocidade. Também foram citados benefícios no processo produtivo. Utilizando compósitos para produzir uma seção de fuselagem, a companhia eliminou 1500 chapas de alumínio e entre 40.000 a 50.000 rebites (80% de redução no número de rebites), reduzindo significativamente o tempo de produção do avião [6].

As técnicas mais utilizadas atualmente para a produção de juntas híbridas de polímero-metal são: fixação mecânica, colagem adesiva e processos de soldagem [7]. As técnicas disponíveis atualmente são de aplicação específica, limitadas em desempenho e/ou poluentes ao meio ambiente, já que para algumas técnicas, como a utilização de adesivos termofixos, existe a emissão de voláteis para atmosfera e de resíduos químicos como restos de adesivo e catalisadores. Sendo assim, há um grande interesse em tecnologias alternativas que forneçam desempenho mecânico adequado para aplicação, boa relação custo-benefício e que sejam ambientalmente sustentáveis [5].

A união pontual por fricção (*Friction Spot Joining - FSpJ*) é um processo inovador para produção de juntas híbridas polímero-metal. O novo processo é baseado na soldagem de metais por *Friction Spot Welding*, e foi desenvolvido e patentado pelo instituto de pesquisa alemão *Helmholtz Zentrum Geesthacht* (HZG) [8]. As técnicas FSpJ e FSpW utilizam do mesmo equipamento, porém, possuem diferentes mecanismos de união e na FSpJ, a profundidade de penetração da ferramenta se limita à espessura do alumínio da placa superior. Estudos recentes mostraram a viabilidade do uso da técnica na união de ligas leves, como alumínio e magnésio, com compósitos termoplásticos de PPS reforçados com fibra de carbono [9]. Amancio e colaboradores [9] demonstraram a viabilidade técnica da união pontual por fricção em produzir juntas híbridas de magnésio AZ31B com compósito de PPS reforçado com fibra de vidro e também carbono. Juntas com resistência mecânica em cisalhamento entre 20 e 28 MPa foram produzidas sem pré-tratamentos superficiais. Em outro estudo, o mesmo autor [10] mostrou a possibilidade do aumento na resistência mecânica em cisalhamento das juntas híbridas através de tratamentos superficiais simples. Juntas de alumínio AA5754 foram unidas a compósito de PPS reforçado com fibra de carbono e apresentaram um aumento em mais de 50% após o

tratamento de lixamento seguido de decapagem ácida com ácido nítrico sobre a superfície do alumínio. Outro importante estudo foi publicado por Seyed e colaboradores [11], no qual apresentam a união do alumínio AA2024-T3 com o compósito CF-PPS. As juntas produzidas apresentaram resistência mecânica em cisalhamento sob tração de até 36 MPa. O estudo publicado por Seyed e colaboradores também foi pioneiro em discutir a relação entre os parâmetros de processo e a morfologia e propriedades mecânicas das juntas híbridas produzidas por FSpJ. Nos trabalhos até então publicados não há estudos investigativos que demonstrem de forma quantitativa a relação entre os parâmetros de processo com as propriedades das juntas formadas, motivando este estudo.

O trabalho atual investigou a utilização da técnica FSpJ para união da liga de alumínio 6181-T4 com o compósito laminado de poli(sulfeto de fenileno) e fibra de carbono (CF-PPS). Esse sistema foi escolhido devido à aplicação desses materiais pela indústria de transportes, principal interessado nas tecnologias de produção de juntas híbridas polímero-metal. A liga de alumínio 6181-T4 tem sido utilizada pela indústria automotiva na produção de carrocerias [12]. O compósito CF-PPS tem sido utilizado na produção de estruturas primárias e secundárias das asas do Airbus A330, vigas da porta do passageiro e perfis angulares do Boeing 787 Dreamliner além de outras aplicações em aviões produzidos pela Embraer: Phenom 100, Phenom 300, Lineage 1000, Legacy 500 e KC-390 [13]. As juntas produzidas com o sistema escolhido têm potencial de aplicação em estruturas híbridas da carroceria de veículos e estruturas de reforço da fuselagem de aeronaves (*stringer-to-skin*) (Figura 1.1).

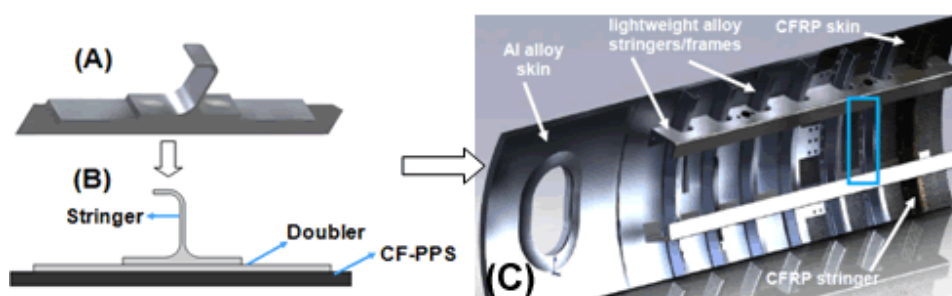


Figura 1.1: Estrutura *stringer-to-skin* (A) Esquema 3D; (B) Esquema 2D; (C) Possível aplicação em estruturas aeronáuticas. Adaptado de [14].

Juntas híbridas AA6181-T4/CF-PPS foram produzidas no instituto de pesquisa Helmholtz Zentrum Geesthacht (HZG). Como a aplicação da técnica FSpJ no sistema AA6181-T4/CF-PPS é inédita faz-se necessário um estudo detalhado da influência dos parâmetros de união sobre a estrutura e resistência ao cisalhamento das juntas.

O objetivo do estudo foi investigar, através de análises estatísticas e planejamento de experimentos, a influência de parâmetros de processo (velocidade rotacional, profundidade de penetração da ferramenta, tempo de união, força de união e da taxa de resfriamento) e de tratamento superficial do alumínio sobre a microestrutura e a resistência mecânica de juntas híbridas da liga de alumínio 6181-T4 e compósito laminado de poli(sulfeto de fenileno) e fibra de carbono (CF-PPS) produzidas através da técnica de união pontual por fricção ('Friction Spot Joining – FSpJ'). Na primeira etapa do estudo a viabilidade técnica da união das juntas foi avaliada através de ferramentas estatística de planejamento de experimentos one-factor-at-a-time, no qual um parâmetro é variado por vez. Ainda nesta etapa, a influência individual dos parâmetros de processo na resistência ao cisalhamento das juntas híbridas formadas foi avaliada, e duas combinações de aporte térmico foram selecionadas baseando-se nos parâmetros estudados, e utilizadas nas etapas seguintes. Na segunda etapa do estudo a influência da taxa de resfriamento na resistência ao cisalhamento das juntas foi avaliada nas duas combinações de parâmetros selecionadas na etapa anterior. Como resposta desta etapa foi definida a melhor condição de resfriamento das juntas e esta foi utilizada na última etapa do estudo. Na etapa 3 do estudo foi avaliado a influência do tratamento superficial do alumínio na resistência ao cisalhamento das juntas e definido o tratamento superficial do alumínio mais eficiente para obtenção de juntas mais resistentes à força de cisalhamento. Também foi realizada avaliação quantitativa da influência do aporte térmico. As características estruturais analisadas foram: área da camada de PPS fundido e do cerne metálico formados na interface das juntas e a presença de defeitos. O desempenho mecânico das juntas foi avaliado em termos da força máxima de cisalhamento sob tração de junta sobreposta.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Alumínio e suas ligas

O alumínio é o elemento metálico mais abundante na crosta terrestre e é considerado junto com suas ligas um dos materiais metálicos mais versáteis, economicamente viáveis e um dos mais utilizados pela indústria de transporte. As propriedades que o tornam destaque em relação aos outros materiais e despertam grande interesse na sua utilização são: baixa densidade, formabilidade, resistência à corrosão, reciclabilidade e excelentes condutividades elétrica e térmica [15]. A Tabela 2.1 apresenta algumas propriedades típicas para o alumínio [16].

Tabela 2.1: Propriedades físicas e mecânicas típicas do alumínio puro [16].

Propriedades Físicas e Mecânicas	
Densidade	2,7 g/cm ³
Ponto de fusão	660 °C
Coefficiente de Poisson	0,33
Condutividade térmica	237 W/m.K
Coefficiente de expansão térmica	23 µm. °C
Módulo de elasticidade E	69 GPa
Módulo de cisalhamento G	25 GPa

Devido à excelente combinação de propriedades mecânicas aliadas à sua baixa densidade, o alumínio e suas ligas podem ser aplicados na fabricação de componentes eletrônicos e químicos até grandes estruturas como fuselagem de aviões e carrocerias de automóveis. O alumínio pode ser facilmente extrudado, laminado, fundido e usinado. Desta maneira, os produtos podem ser disponibilizados na forma de barras, tubos e perfis especiais, folhas, chapas e placas [17].

As ligas de alumínio são divididas em duas categorias: fundidas ou trabalháveis mecanicamente. Também podem ser classificadas de acordo com o mecanismo primário de desenvolvimento das propriedades: tratáveis termicamente ou não tratáveis termicamente [15]. Os tratamentos térmicos incluem solução, resfriamento e precipitação, ou envelhecimento e

endurecimento. As composições para as ligas trabalháveis mecanicamente são designadas por um número com quatro dígitos, o qual indica quais as principais impurezas presentes e, em alguns casos, o nível de pureza. A Figura 2.1 mostra as diferentes famílias de ligas de alumínio trabalháveis mecanicamente. Materiais pertencentes à mesma família possuem em comum os mesmos elementos de liga principais. Na figura também são apresentadas as ligas de alumínio que são tratáveis termicamente bem como sua soldabilidade por métodos de soldagem tradicionais [15].

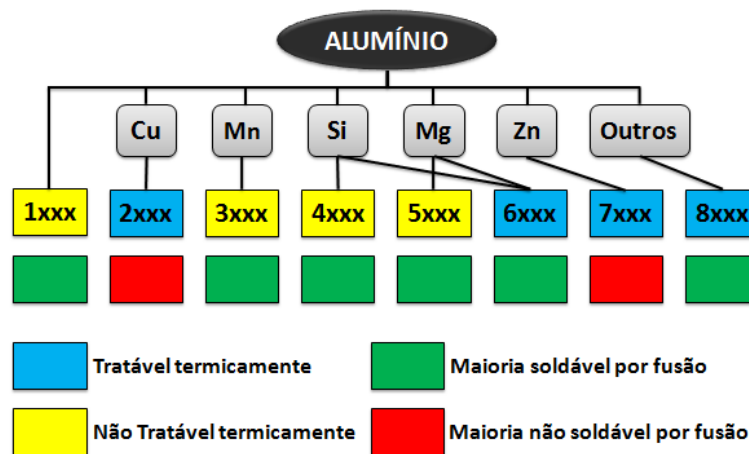


Figura 2.1: Classificação das ligas de alumínio trabalháveis mecanicamente. Adaptado de [17].

2.1.1 Alumínio 6181-T4

A liga de alumínio 6181 pertence à série 6xxx e possui silício e magnésio como principais elementos de liga. As ligas da série 6xxx apresentam boa resistência à corrosão, formabilidade, boa soldabilidade, alta qualidade superficial após conformação mecânica, facilidade de tratamento térmico, alta reciclabilidade e resistência mecânica média. A liga pode ser utilizada na fabricação de estruturas nas quais se deseja alta resistência combinada com boa formabilidade e absorção de impacto como, por exemplo, em carrocerias de carros [15] [18]. A composição química para a liga AA6181 segundo o fabricante [19] é mostrada na Tabela 2.2.

Tabela 2.2: Composição química da liga 6181 (em massa, %) de acordo com os dados do fabricante [19].

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
0,7-1,1	≤0,5	≤0,25	≤0,4	0,6-1,0	≤0,15	≤0,3	≤0,25	Balanço

A liga 6181 é mais utilizada com tratamento térmico T4. O tratamento térmico T4 consiste na solubilização dos precipitados na liga, sob altas temperaturas (entre 500 e 570 °C), seguido por envelhecimento natural (resfriamento na temperatura ambiente e armazenamento) logo após a laminação. Os principais elementos de liga, magnésio e silício, se combinam para formar o composto metálico (precipitado) Mg_2Si , responsável pelo endurecimento da liga. A solubilidade máxima da fase Mg_2Si (β) na matriz rica em alumínio (α) é de 1,85% e diminui com a temperatura conforme mostrado no diagrama de fases apresentado na Figura 2.2. No caso do tratamento de solubilização e envelhecimento natural controlado é possível a precipitação da segunda fase (β) a partir do sólido supersaturado, favorecendo a formação de precipitado fino e uniformemente distribuído na matriz, aumentando substancialmente a dureza do material [20] [21].

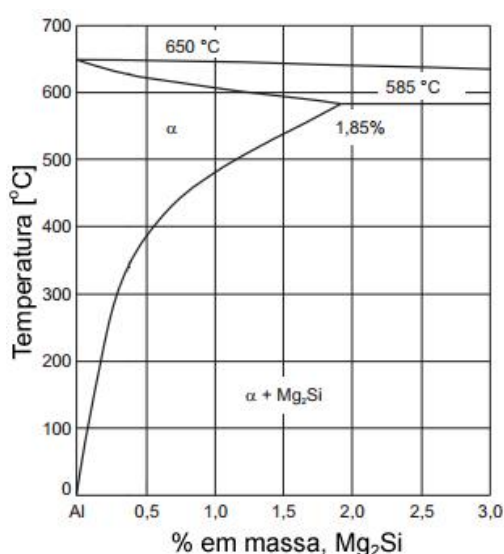


Figura 2.2: Diagrama binário de fases do sistema Al- Mg_2Si . Adaptado de [22].

A Figura 2.3 apresenta o comportamento de propriedades térmicas e físicas da liga de alumínio 6181 com a variação da temperatura. A densidade do material sofre uma redução com a temperatura, devido a expansão volumétrica provocada pelo aumento da temperatura. A difusividade térmica, que expressa a rapidez que um material se ajusta por inteiro à temperatura do seu entorno, aumenta com a temperatura até cerca de 280 °C e posteriormente sofre um decréscimo com a temperatura. O calor específico, que representa a capacidade do material variar a temperatura ao receber determinada quantidade de calor, possui comportamento não linear, aumentado com a temperatura até cerca de 210 °C. Os mecanismos de atuação nas propriedades térmicas podem ser estudados mais profundamente na dissertação de Schwenk [23].

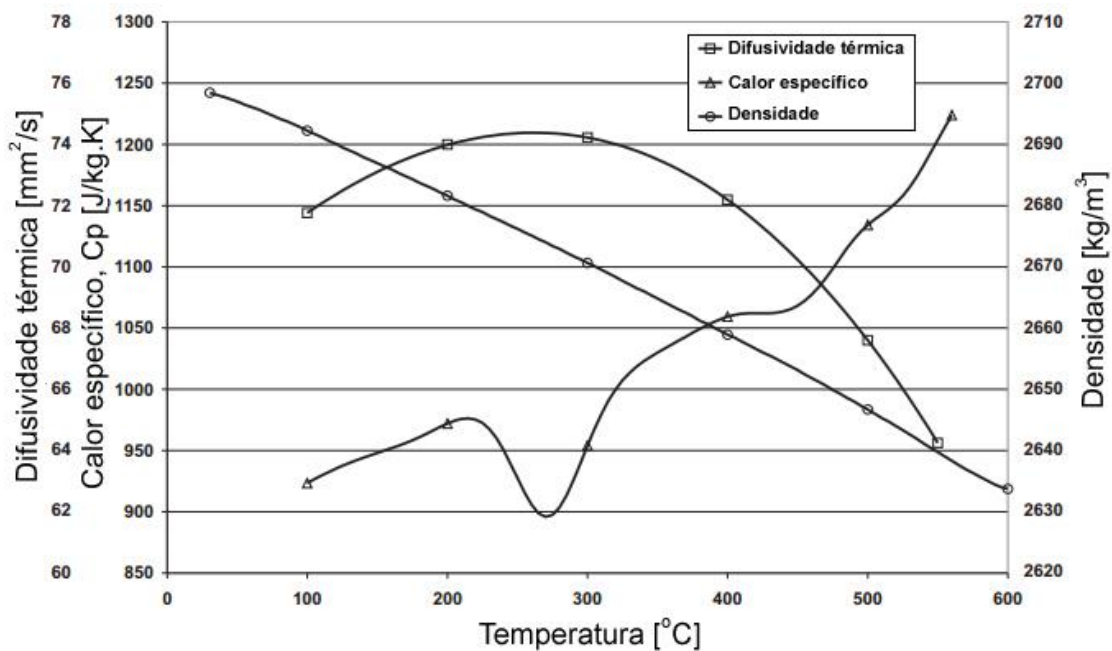


Figura 2.3: Comportamento das propriedades termofísicas da liga de alumínio 6181 (difusividade térmica, calor específico e densidade) com a temperatura. Adaptado de [23].

A variação da condutividade térmica da liga de alumínio 6181, juntamente com a da liga 6013 e do metal alumínio, com a temperatura é mostrada na Figura 2.4. A liga apresenta crescimento da condutividade térmica com a temperatura até cerca de 500 °C. Os três materiais apresentam comportamentos similares de

condutividade térmica e o alumínio puro apresenta maior condutividade em temperaturas abaixo de 500 °C.

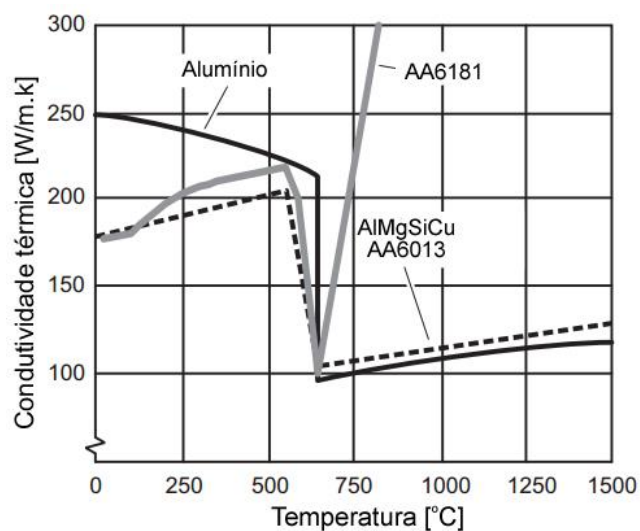


Figura 2.4: Influência da temperatura na condutividade térmica das ligas de alumínio 6181, 6013 e do alumínio puro.

A variação da expansão térmica da liga de alumínio 6181 com a temperatura é mostrada na Figura 2.5. A liga de alumínio apresenta expansão linear com a variação da temperatura.

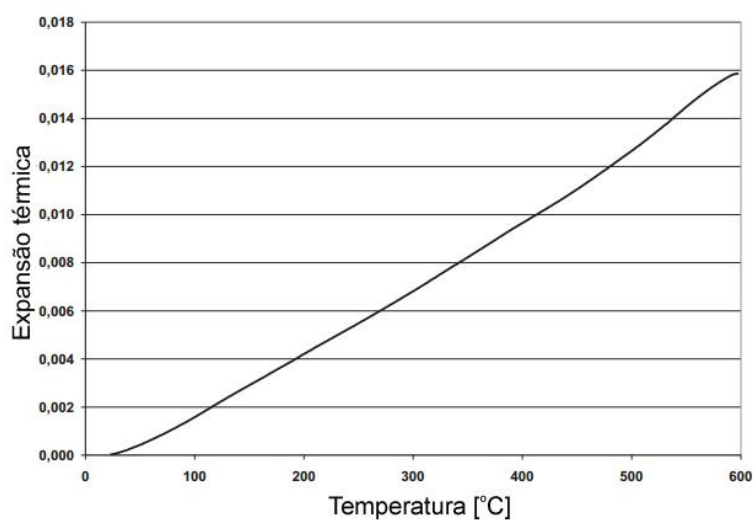


Figura 2.5: Variação da expansão térmica da liga de alumínio 6181 com a temperatura. Adaptado de [23].

Na Figura 2.6 é mostrada a redução na resistência mecânica da liga de alumínio 6181 com o aumento da temperatura, enquanto o alongamento da liga aumenta com o aumento da temperatura.

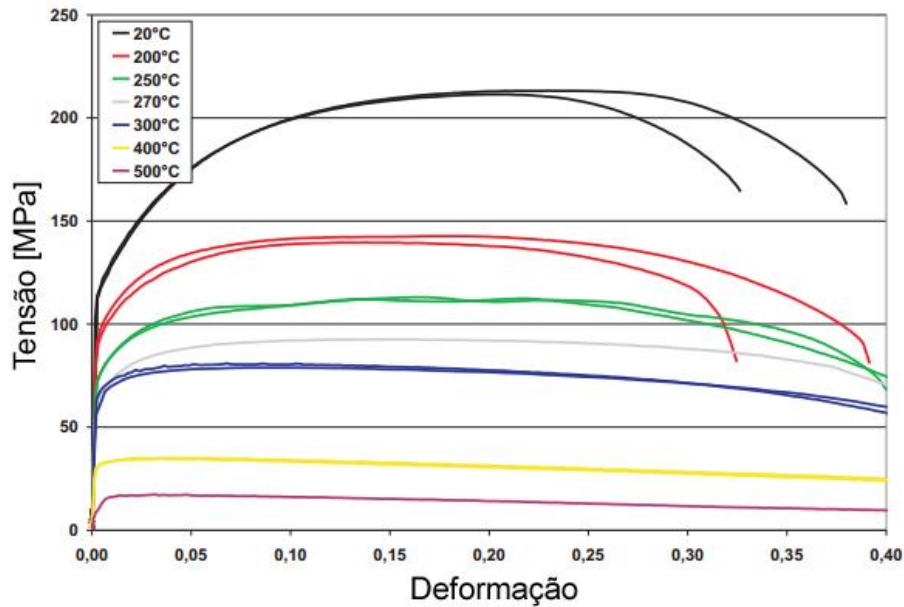


Figura 2.6: Influência da temperatura nas curvas tensão-deformação da liga de alumínio 6181. Adaptado de [23].

2.2 Poli(sulfeto de fenileno) (PPS)

2.2.1 Propriedades do PPS

O poli(sulfeto de fenileno) ou PPS é um polímero termoplástico semicristalino constituído por anéis aromáticos ligados a grupos sulfetos conforme mostrado na Figura 2.7 [24].

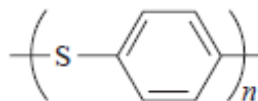


Figura 2.7: Estrutura química do mero do PPS. Reproduzida de [24].

O PPS é obtido a partir da polimerização por condensação entre o para-diclorobenzeno e o sulfeto de sódio, realizado na presença de um solvente polar (ex., N-metil-pirrolidona) conforme mostrado na Figura 2.8.

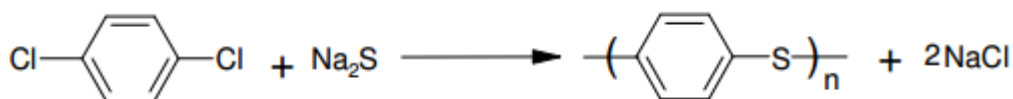


Figura 2.8: Polimerização por condensação para obtenção do PPS [25].

O PPS pode ser classificado como um polímero de alto desempenho devido à sua excelente combinação de propriedades: elevada estabilidade térmica, elevada inflamabilidade, excelente resistência química e muito boa resistência à oxidação, alta dureza e resistência mecânica, baixíssima absorção de água, boa resistência à fluência inclusive em altas temperaturas e elevada estabilidade dimensional [24]. A Tabela 2.3 apresenta algumas propriedades do PPS [26].

Tabela 2.3: Propriedades típicas do PPS [26].

Propriedades do PPS	
Densidade	1,33 g/cm ³
Resistência à tração	75 MPa
Módulo de elasticidade	3,7 GPa
Alongamento na ruptura	8%
Dureza Rockwell	94 M
Temperatura de fusão, T _m	280 °C
Temperatura de transição vítrea, T _g	90 °C
Absorção de água (24 h @ 23°C)	0,01%
Viscosidade (310°C, 1200 s ⁻¹)	1400 Poise

O PPS pode ser aplicado na fabricação de partes elétricas e eletrônicas (ex, plugs, bobinas, switches, encapsulamento de componentes eletrônicos, etc.), indústria automotiva (sistemas de admissão de ar, bombas, válvulas, componentes para exaustão do sistema de recirculação de gás, etc.), indústria aeronáutica (estruturas primárias e secundárias, cobertura de turbinas, radares), e em componentes mecânicos para engenharia de precisão [24] [27].

2.2.2 Morfologia cristalina do PPS

A estrutura cristalina do PPS é formada por uma célula unitária ortorrômbica, com dimensões, $a = 8,67 \text{ \AA}$, $b = 5,61 \text{ \AA}$ e c (eixo da cadeia) = $10,26 \text{ \AA}$ [28] [29] [30] [31]. Cada célula unitária é constituída por quatro unidades monoméricas conforme mostrado esquematicamente na Figura 2.9.

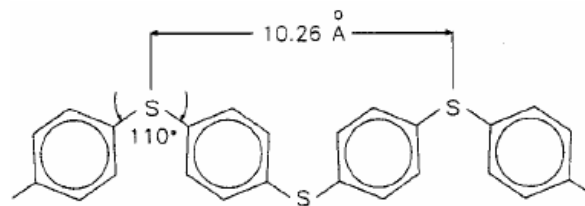


Figura 2.9: Conformação da cadeia do PPS em célula unitária ortorrômbica. Reproduzida de [30].

A morfologia básica de cristalização do PPS é a estrutura esferulítica conforme mostrado na Figura 2.10.

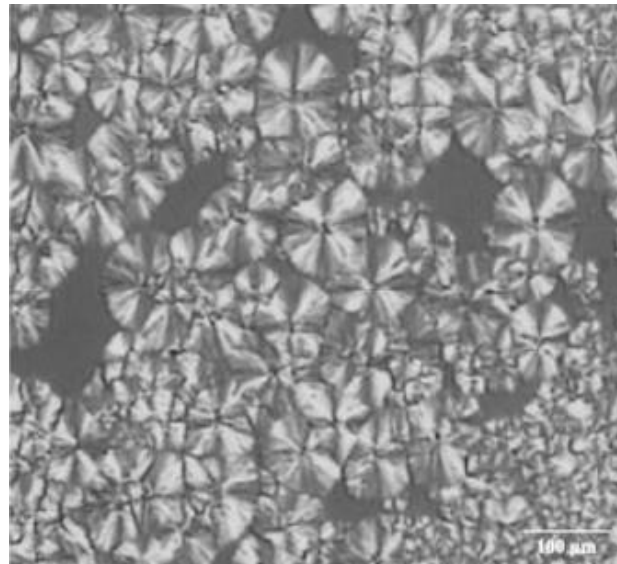


Figura 2.10: Estruturas esferulíticas do PPS. Reproduzida de [32].

2.2.3 Medidas do grau de cristalinidade do PPS

Durante o processo de FSpJ, o PPS é submetido a temperaturas suficientes para sua fusão, e posteriormente sofre cristalização durante o resfriamento. Desta forma, é esperada a alteração do grau de cristalinidade do filme de polímero formado na interface, em relação ao PPS que constitui a matriz do compósito. Sendo assim, a medida do grau de cristalinidade será importante, já que poderá influenciar as propriedades das juntas.

O grau de cristalinidade do PPS pode ser determinado através do peso específico, difração de raios X e calorimetria diferencial de varredura (DSC) [26].

O método mais usual para obtenção do grau de cristalinidade de polímeros é através da comparação da entalpia de fusão (calor de fusão) experimental do polímero com o valor teórico do polímero hipoteticamente 100% cristalino. Essa medida pode ser realizada através da calorimetria diferencial de varredura (DSC). A técnica tornou-se popular devido a sua facilidade de preparação de amostra, disponibilidade de equipamento, facilidade na medição e necessidade de pequenas quantidades de amostra [28], sendo assim a técnica escolhida para medição do grau de cristalinidade das amostras neste trabalho.

O grau de cristalinidade do PPS pode ser calculado através da entalpia de fusão descontando a entalpia de cristalização a frio da amostra e comparando com a entalpia teórica do material 100% cristalino, conforme apresentado na Equação 2.1 [33]. A cristalização a frio, também conhecida como recristalização é caracterizada pela cristalização da fração de material amorfo ou parcialmente cristalino durante o reaquecimento em temperaturas abaixo da temperatura de fusão. Para o PPS a cristalização a frio ocorre em torno de 120 °C [26].

$$X_C = \frac{\Delta H_m - \Delta H_c}{\Delta H_m^o(1-W_f)} \quad (2.1)$$

Na Equação 2.1, X_c é o grau de cristalinidade da amostra, ΔH_m é a entalpia de fusão experimental (J/g), ΔH_c é a entalpia de cristalização a frio (J/g), ΔH_m^o é a entalpia de fusão para o PPS 100% cristalino e W_f é a porcentagem em massa de fibras no compósito.

O valor de ΔH_m^o utilizado neste trabalho foi de 150,4J/g, valor determinado pelo fornecedor do laminado compósito, Ten Cate Advanced Composites [26], que obteve este valor em cooperação com a Universidade de Twente através da combinação de difração de raios X e medidas de densidade [34].

2.2.4 Influência do ciclo térmico na cristalinidade do PPS

Quando o PPS fundido é resfriado, a mobilidade das cadeias poliméricas é reduzida e o polímero começa a solidificar. A estrutura sólida inicial formada é aleatória devido à alta mobilidade das cadeias. A uma determinada temperatura, a mobilidade das cadeias é suficientemente baixa para que essas se organizem em um estado de menor energia livre, iniciando a cristalização. A cristalização máxima ocorrerá quando o material for resfriado lentamente (1 - 20 °C/minuto), já quando resfriado a altas taxas, abaixo de 100 °C, a estrutura aleatória do estado fundido será “congelada” resultando em um material amorfo [26].

Geralmente os polímeros cristalizam-se a baixas taxas em temperaturas levemente acima da Tg e abaixo da Tm. No primeiro caso, a cristalização ocorre de maneira lenta devido à baixa mobilidade das cadeias poliméricas. No segundo caso, a baixa taxa de cristalização pode ser explicada pela baixa força motriz para nucleação do cristal. A máxima taxa de cristalização ocorre aproximadamente na temperatura média entre a temperatura de transição vítrea e a temperatura de fusão em equilíbrio onde a combinação de nucleação e taxa de crescimento dos cristais é otimizada. No caso do PPS, dependendo da sua arquitetura (presença de ligação cruzada, linear, ramificada, peso molecular) e cristalinidade, a temperatura de transição vítrea (Tg) ocorre no intervalo entre 80 a 95 °C e a temperatura de fusão no equilíbrio ocorre no intervalo entre 298 a 330 °C. Desta maneira a máxima taxa de cristalização deverá ocorrer no intervalo entre 180 a 190 °C [28].

Lee e colaboradores [33] realizaram um estudo no qual o compósito de PPS reforçado com 20% de fibra de vidro foi fundido a 320 °C por 14 minutos para garantir a completa destruição da estrutura cristalina do material e posteriormente este foi submetido a resfriamento em água fria a 25 °C, o que

garantiu um material completamente amorfo conforme foi verificado nas análises de difração por raios X. As amostras no estado amorfo foram tratadas isotermicamente a diferentes temperaturas (95, 100, 105, 110 e 115 °C) por duas horas e posteriormente analisadas por DSC no qual foi realizado o aquecimento entre 40 e 310 °C a uma taxa de 20 °C por minuto.

A Figura 2.11 mostra que a cristalização a frio durante o aquecimento (exotérmica) ocorre para as amostras previamente recozidas em temperaturas próximas a T_g do material (em torno de 100 °C). A amostra resfriada rapidamente a partir do fundido em água gelada (25 °C), dito *quenched*, apresentou maior pico de cristalização a frio durante o aquecimento já que a fase amorfa era predominante. A amostra previamente recozida a 95 °C apresentou pico de cristalização a frio em temperatura próxima de 135 °C, indicando que a amostra não cristalizou completamente durante o tratamento de recozimento e ainda apresentava material amorfo que se cristalizou durante o aquecimento na análise de DSC. A partir da temperatura de recozimento de 100 °C é possível observar que o pico exotérmico diminui, indicando o aumento no grau de cristalinidade das amostras após o recozimento. O pico exotérmico não é mais observado para as amostras previamente tratadas a temperaturas superiores a 105 °C, indicando que o grau de cristalinidade máximo das amostras foi atingido durante o tratamento de recozimento no qual foram submetidas.

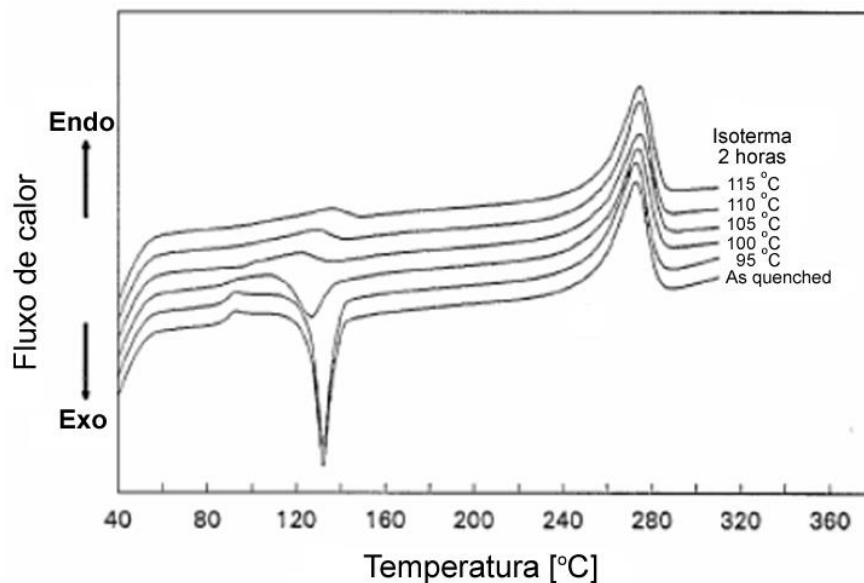


Figura 2.11: Influência da temperatura de recozimento na fração da fase cristalina do PPS. Tempo de recozimento: 2 horas. Adaptado de [33].

Um dos estudos mais citados sobre avaliação da cristalinidade do PPS foi realizado por Brady em 1976 [35]. O pesquisador submeteu amostras inicialmente amorfas a tratamentos de recozimento em várias temperaturas e avaliou a evolução da cristalinidade com o tempo através da técnica de difração de raios X. As amostras apresentaram aumento do grau de cristalinidade com o tempo nas temperaturas avaliadas, sendo que a taxa de cristalização do polímero sofre redução com o tempo, e o grau de cristalinidade tende a um valor máximo. A Figura 2.12 mostra a influência da temperatura do molde na cristalinidade do PPS. Pode-se observar que o nível de cristalinidade da amostra aumenta com o aumento da temperatura do molde, aproximando assintoticamente do valor de cristalinidade obtido através do recozimento da amostra a 204 °C por 120 minutos que é de aproximadamente 60%. Temperaturas do molde abaixo da T_g do PPS (90 °C) resultaram em baixos níveis de cristalinidade do material (<5%) devido à baixa mobilidade das cadeias poliméricas em altas taxas de resfriamento, impossibilitando o seu reordenamento em células unitárias compactas [28] [35].

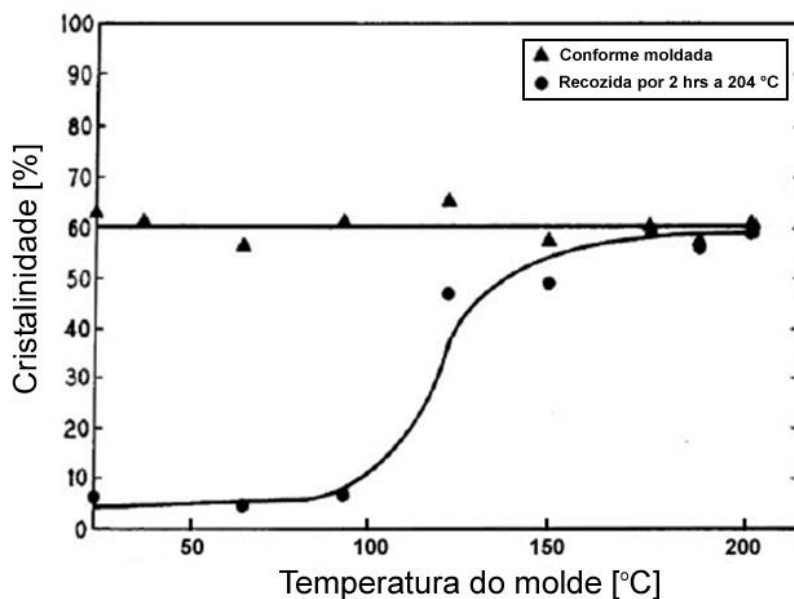


Figura 2.12: Influência da temperatura do molde na cristalinidade do PPS. Adaptado de [35].

Outro interessante estudo de cristalinidade do PPS foi reportado por Deporter e Baird [36] que investigaram o efeito do histórico térmico na estrutura de compósito de PPS reforçado com 66% em peso de fibra de carbono. A matriz utilizada para produção dos compósitos foi de PPS padrão ($M_w \sim 50.000$ g/mol) com fibra de carbono obtida a partir de PAN (Ryton, Phillips Petroleum Company). As amostras foram aquecidas por 10 minutos a 315 °C e depois resfriadas usando diferentes taxas de resfriamento, de $0,4$ °C/minuto até 68 °C/s. Também foram realizadas cristalizações isotérmicas à diferentes temperaturas. A Tabela 2.4 mostra os resultados apresentados no artigo. Os pesquisadores utilizaram a técnica de DSC para determinar a cristalinidade do polímero. Para efeito de padronização os valores de cristalinidade foram recalculados usando o ΔH_m^0 de $150,4$ J/g. Todas as amostras foram cristalizadas a partir do fundido. No caso da cristalização isotérmica, o grau de cristalinidade atinge um máximo na temperatura de 200 °C. No caso da cristalização não isotérmica, a cristalinidade diminui com o aumento da taxa de resfriamento. Este comportamento pode ser explicado pela cinética de cristalização do PPS já que em maiores taxas de resfriamento as cadeias poliméricas não possuem tempo suficiente para se

ordenar de forma regular em células unitárias, reduzindo desta maneira o grau de cristalinidade das amostras [28] [36].

Tabela 2.4: Efeito do histórico térmico no grau de cristalinidade do PPS em compósito reforçado com fibra de carbono [28] [36].

Temperatura de cristalização isotérmica °C	Taxa de resfriamento (cristalização não-isotérmica) °C/min	Grau de Cristalinidade (Xc) %
140		14
160		15
180		17
200		22
220		20
	0,4	32
	1,0	20
	4,0	21
	10,0	20
	68	07

2.2.5 Influência da cristalinidade nas propriedades mecânicas do PPS

A camada polimérica formada durante o processo de FSpJ pode assumir diferentes graus de cristalinidade dependendo da taxa de resfriamento utilizada na última etapa do processo. A alteração do grau de cristalinidade do PPS localizado na interface poderá afetar de maneira significativa as suas propriedades mecânicas.

A empresa Ticona, fabricante do PPS, realizou um estudo no qual uma amostra de PPS foi moldada por injeção com diferentes temperaturas do molde e analisadas com relação à resistência à tração [37]. Adicionalmente, algumas amostras foram recozidas após moldagem por aquecimento à 200°C por 3 horas. A Figura 2.13 mostra a influência da temperatura do molde na resistência à tração de amostras recozidas e não recozidas. Para as amostras não recozidas, a resistência à tração aumenta com o aumento da temperatura do molde já que maiores temperaturas do molde resultam em menores taxas de resfriamento e, portanto, maiores graus de cristalinidade. Amostras recozidas sofreram

cristalização a frio, resultando num grau máximo de cristalinidade e, portanto, de resistência à tração.

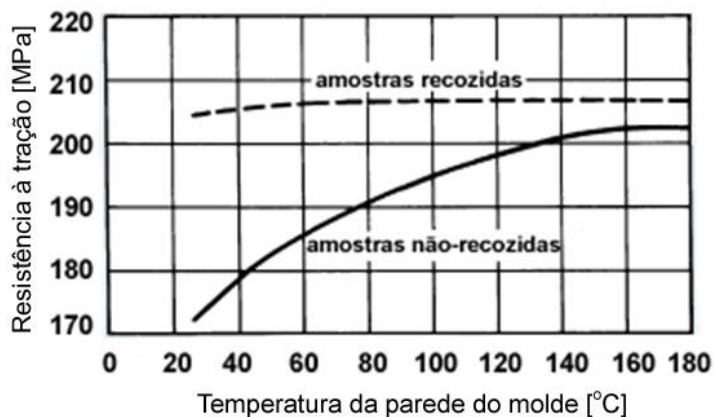


Figura 2.13: Influência da temperatura da parede do molde na resistência à tração do PPS. Adaptado de [37].

2.2.6 Degradação do PPS

Durante o processo de união pontual por fricção, o calor gerado pela fricção da ferramenta no metal é transferido por condução para a superfície do compósito polimérico, promovendo o aquecimento em temperaturas acima da temperatura de fusão do PPS. Desta maneira, o estudo da degradação do PPS é importante, já que as propriedades mecânicas da camada polimérica consolidada formada pela fusão do PPS podem ser negativamente alteradas caso haja degradação térmica.

Costa [38] realizou análises termogravimétricas dinâmicas de 25 até 1000 °C com taxa de aquecimento de 20°C/min para os compósitos laminados de PPS/Fibra de Carbono e PEI/Fibra de Carbono. Para o compósito PPS/Fibra de Carbono foi observado que a perda de massa até 400 °C foi de apenas 0,5% e que a perda de massa significativa ocorreu somente após 400 °C (Figura 2.14).

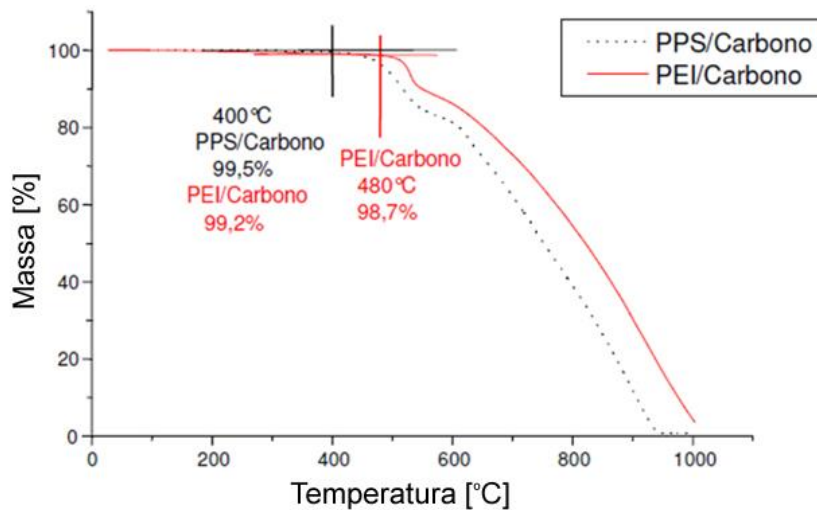


Figura 2.14: Perda de massa em ensaio de TGA para os compósitos PPS/Fibra de Carbono e PEI/Fibra de Carbono, em ar atmosférico. Adaptado de [38].

Costa [38] também estudou a estabilidade térmica de compósito com matriz de PPS reforçada com fibra de vidro quando submetido à isoterma por 100 minutos a diferentes temperaturas (280, 320, 350 e 400 °C). No estudo foi mostrado que o compósito de PPS/fibra de vidro possui relativa estabilidade até a temperatura de 320 °C conforme mostrado na Figura 2.15. A partir de 350°C foi notada uma perda de massa significativa após 40 minutos de exposição, que se acentua para o tratamento a 400°C (perda de aproximadamente 4% em massa).

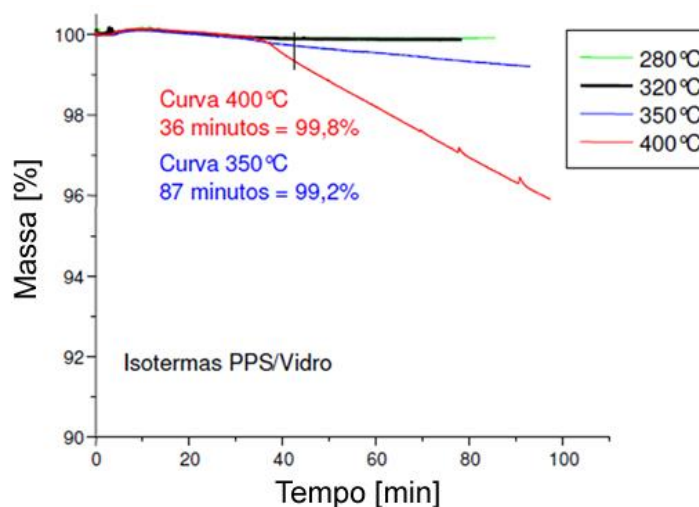


Figura 2.15: Perda de massa do laminado de PPS/Vidro quando submetido a isoterma sob ar atmosférico. Adaptado de [38].

A técnica de TGA é limitada na determinação do início da degradação do PPS, já que o polímero sofre reticulação da cadeia polimérica em temperaturas entre 300 e 350 °C. A ocorrência de reações de cura induz mudanças nas propriedades termo-mecânicas do material [39]. O processo de decomposição predominante no PPS é a quebra aleatória de ligações da cadeia principal do polímero, seguido de ciclização em temperaturas até 550 °C e depolimerização em temperaturas superiores [40]. Desta maneira a análise TGA é utilizada apenas como estimativa da estabilidade térmica do material.

2.3 Métodos de união metal - compósito polimérico

Existe uma grande dificuldade na produção de juntas híbridas polímero-metal devido a grande dissimilaridade de propriedades mecânicas, térmicas e químicas entre esses materiais [41]. As tecnologias de produção de juntas híbridas são baseadas em técnicas já utilizadas para a união metal-metal e polímero-polímero, sendo apenas adaptada de forma a obter juntas resistentes [42].

Os principais métodos para produção de juntas híbridas polímero-metal são: fixação mecânica (pino, rebite, parafuso), colagem adesiva e processos de soldagem. Também é comum a utilização de métodos de união híbridos, onde são empregados mais de um processo de união, como por exemplo, a utilização de adesivo combinado com rebite [5]. A Figura 2.16 mostra os possíveis métodos que podem ser utilizados para a produção de juntas híbridas polímero/compósito polimérico - metal.

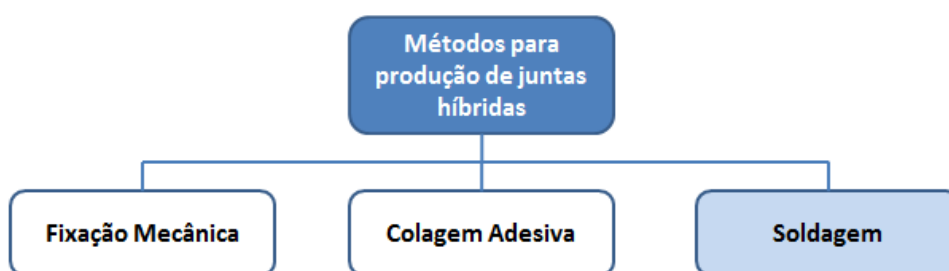


Figura 2.16: Métodos de união para juntas híbridas.

Os processos de soldagem de compósitos com matrizes de polímeros termoplásticos consistem basicamente na aplicação de um ciclo pressão-temperatura na região onde se pretende fazer a união dos materiais. Após a fusão/amolecimento do material polimérico, este é conformado com a aplicação de pressão e posteriormente a junta é consolidada através do resfriamento sob pressão. As etapas do processo de soldagem são: (1) preparação superficial; (2) aquecimento; (3) consolidação da junta geralmente com aplicação de pressão e (4) resfriamento [43].

A Tabela 2.5 apresenta algumas técnicas de soldagem utilizadas para união de polímero-polímero, podendo ser estendidas, em alguns casos, para produção de juntas híbridas compósito polimérico - metal. A grande diferença entre as técnicas é a forma em que o aquecimento é realizado.

Tabela 2.5: Processos para soldagem de polímeros termoplásticos [5] [42].

Meio de aquecimento	Técnica
Acesso direto as superfícies de união	Ferramenta/Gás Quente
	Extrusão
	Calor Radiante
Fricção	Movimento relativo (FSpJ, FricRiveting, FSW)
	Ultrasom
Elétrica ou eletromagnética	Resistência
	Indução
	Dielétrico
	Microondas
	Soldagem a laser e infravermelho

2.4 União Pontual por Fricção (“*Friction Spot Joining*”)

2.4.1 Descrição da técnica

A união pontual por fricção, do inglês *friction spot joining* (FSpJ), é uma tecnologia inovadora para produção de juntas híbridas metal-polímero que foi desenvolvida e patenteada pela HZG [8]. A técnica foi desenvolvida baseada na soldagem pontual por fricção (FSpW) utilizada para soldagem de metais e de polímeros termoplásticos [44]. A principal diferença entre as duas técnicas é que

no caso da união pontual por fricção, a profundidade de penetração da ferramenta se limita a espessura da placa metálica superior, evitando desta forma que a estrutura do reforço fibroso do compósito seja danificada [9]. Adicionalmente os mecanismos de união da junta são diferentes. No FSpJ há uma combinação de ancoragem mecânica do metal no compósito e forças adesivas relacionadas a matriz polimérica fundida consolidada na interface metal-composito [11]. Não há difusão atômica ou macromolecular detectável na região da interface, fenômeno esse responsável pela formação das soldas pontuais obtidas por FSpW [44] [45]. A Seção 2.4.2 irá discorrer em detalhes tais mecanismos de união.

O FSpJ faz uso de ferramentas metálicas não-consumíveis (ver Figura 2.17). O maquinário é constituído basicamente por três ferramentas: pino ('*pin*'), camisa ('*sleeve*') e anel de fixação ('*clamping ring*'). O pino e a camisa possuem movimentos rotacionais e axiais, controlados por atuadores independentes, e são montados coaxialmente com o anel de fixação. O pino e a camisa são responsáveis pela plastificação do metal (altas temperaturas, mas abaixo da temperatura de fusão da liga) e formação de um filme polimérico oriundo da fusão da camada superficial da matriz termoplástica do compósito durante o processamento das juntas. O anel de fixação tem a função de garantir o contato entre as partes que serão unidas durante o processo e evitar a perda de material na forma de rebarba [46].



Figura 2.17: Ferramentas utilizadas no equipamento de FSpJ com as respectivas dimensões. Adaptado de [9].

As partes a serem unidas são sobrepostas e fixadas utilizando um porta-amostra especial no qual a placa metálica fica sobreposta ao polímero / compósito polimérico. O porta-amostra é projetado de forma que as juntas tenham reprodutibilidade dimensional e que problemas de ângulo entre as superfícies sejam evitados. Esse também tem a função de manter um contato íntimo entre as partes sobrepostas dissimilares, para evitar a separação delas durante a etapa de resfriamento, devido às diferenças de coeficientes de expansão térmico dos materiais.

A técnica possui duas variantes, em função do elemento da ferramenta – pino ou camisa - que penetra a chapa metálica superior. O processo FSpJ na variante penetração da camisa se divide em quatro etapas. Na Etapa 1, as placas são inseridas no porta-amostra e fixadas pelo anel de fixação contra um substrato rígido. Nesta etapa o pino e a camisa rotacionam com uma velocidade pré-determinada e deslocam-se em direção à superfície da placa metálica superior (Figura 2.18-A). Durante a Etapa 2, a camisa penetra a placa metálica até uma profundidade pré-determinada e, simultaneamente, o pino é deslocado no sentido oposto a esta (Figura 2.18-B) formando uma cavidade cilíndrica que é preenchida por metal plastificado pelo calor gerado pela fricção da ferramenta. A profundidade de penetração da ferramenta se limita à espessura da chapa metálica como forma de evitar o seu rompimento por deformação plástica, e evitando a ruptura dos reforços fibrosos no caso da união com compósitos poliméricos, os quais comprometeriam o desempenho mecânico das juntas. Na Etapa 3 ocorre o retorno do pino e da camisa até a superfície superior da chapa metálica e o pino empurra de volta o metal plastificado preenchendo a cavidade gerada pela penetração da camisa (Figura 2.18-C). Na Etapa 4, a pressão aplicada contra o anel de fixação é aliviada e as ferramentas são removidas da superfície da chapa metálica (Figura 2.18-D) [9] [47].

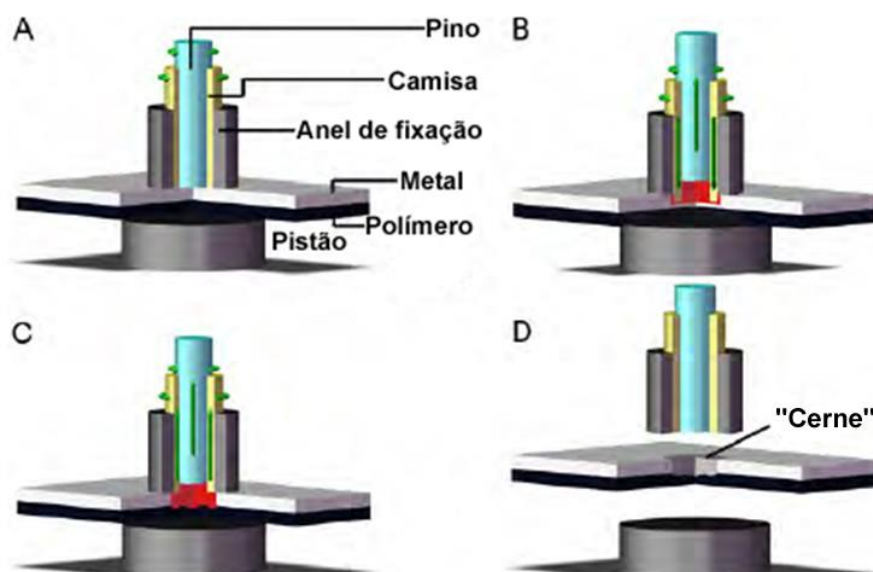


Figura 2.18: Ilustração das fases do processo de união pontual por fricção (FSpJ/penetração da camisa). A) Pino e camisa deslocam-se em direção à superfície da chapa metálica em velocidade pré determinada; B) A camisa penetra a chapa metálica até profundidade determinada e o pino é deslocado em sentido oposto à esta; C) Pino e camisa retornam à superfície da chapa metálica; D) Pressão aplicada contra o anel de fixação é aliviada e as ferramentas são removidas da superfície da junta. Adaptado de [10].

No modo penetração do pino, o pino penetra a placa metálica superior ao mesmo tempo em que a camisa é retraída, criando uma cavidade anular que é preenchida pelo material empurrado pelo pino no retorno da ferramenta até a chapa superior [46].

Os dois modos possuem vantagens e desvantagens. No modo penetração do pino, as forças nas quais as ferramentas são submetidas são inferiores em relação ao modo penetração da camisa, exigindo menor potência da máquina de soldagem e aumentando a vida útil das ferramentas. No modo penetração da camisa, a área de soldagem é maior resultando em juntas mais resistentes, sendo assim o método mais utilizado [46].

Os principais parâmetros da FSpJ são: velocidade de rotação da ferramenta (VR), profundidade de penetração (PP), tempo (TU) e força de união (FU). Estes parâmetros de processo influenciam diretamente os mecanismos de

união e, conseqüentemente, a microestrutura e o desempenho mecânico das juntas. Brevemente, a velocidade rotacional e o tempo de união controlam a geração de calor das juntas (aporte térmico) e a quantidade de polímero fundido assim como sua viscosidade. A profundidade de penetração é responsável pelo formato e profundidade da deformação da chapa metálica endentada no polímero, conhecido como cerne ('nub') metálico. A força de união garante o contato íntimo entre as chapas e controla o fluxo do polímero fundido na interface metal-polímero. Outros parâmetros que podem influenciar a formação de uma junta FSpJ são a pressão de fixação do porta-amostra, taxa de resfriamento, a geometria e o acabamento superficial das partes a serem unidas, além das propriedades físico-químicas e térmicas dos materiais a serem unidos.

A técnica FSpJ apresenta como vantagens: a ausência de furos que atuam como concentradores de tensão, como no caso de fixação mecânica, preparação superficial simples, tempos curtos de produção das juntas, equipamento disponível comercialmente, a não necessidade de consumíveis e ausência de emissões de voláteis como no caso de adesivos termofixos. Entretanto, há algumas desvantagens associadas ao processo: limitado ao uso de compósitos com matriz termoplástica (uma exceção ocorre quando se faz uso de pré-tratamentos superficiais específicos que venham a ativar a área a ser unida, tais como uso de filme adesivo ou de primers na superfície metálica), dificuldade na união de chapas metálicas muito finas ao compósito, juntas não desmontáveis e indisponibilidade de informações úteis para design de projeto estrutural, por exemplo, estudos sobre desempenho das juntas sob fadiga e fluência e propriedades sob corrosão.

2.4.2 Mecanismos de união

Os dois principais mecanismos responsáveis pela resistência mecânica de juntas híbridas metal-compósito polimérico produzidas por união pontual por fricção (FSpJ) são [9] [48]:

a) Forças adesivas: O calor gerado pela fricção da ferramenta contra o metal é conduzido para a superfície do compósito polimérico promovendo a fusão/amolecimento e conseqüente formação de um filme polimérico adesivo na interface da junta, induzindo forças adesivas que possuem grande importância na resistência ao cisalhamento das juntas.

b) Travamento mecânico: A leve deformação da placa metálica na interface com o compósito polimérico gera uma endentação conhecida como "cerne" metálico ou *nub* (Figura 2.19-A) em juntas produzidas por FSpJ. O cerne metálico é responsável pelo aumento na resistência mecânica em cisalhamento já que promove o intertravamento entre as placas no momento da solicitação (travamento macroscópico). O travamento mecânico também ocorre em nível microscópico devido ao preenchimento da rugosidade superficial da chapa metálica pelo polímero fundido/amolecido durante o processo, conforme mostrado na Figura 2.19-B. Desta maneira, o tratamento superficial do metal tem grande importância na resistência mecânica final das juntas. Existe uma divergência nos estudos presentes na literatura quanto à importância do intertravamento mecânico na resistência adesiva das juntas. Alguns pesquisadores [49] acreditam que o aumento na resistência das juntas coladas se deve ao travamento mecânico fornecido pela rugosidade superficial do substrato, já outros [50] [51] acreditam que o aumento da resistência das juntas está associado puramente ao aumento da área superficial propiciando maiores interações moleculares entre o adesivo e o substrato. Já foi publicado na literatura que tratamentos de abrasão de superfícies lisas aumentam a resistência adesiva das juntas [49].

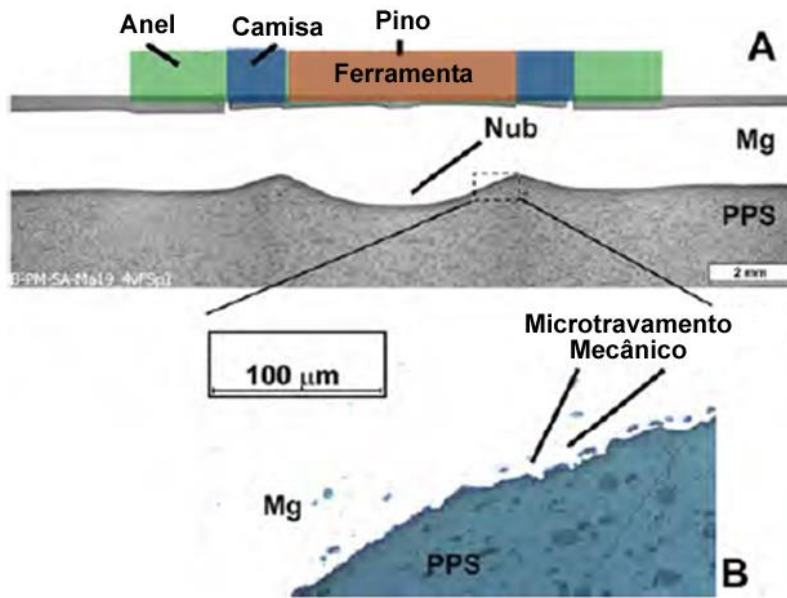


Figura 2.19: A) Secção transversal da junta magnésio AZ31 e compósito PPS/ Fibra de vidro; B) Intertravamento micromecânico. Adaptado de [10].

2.4.3 Mudanças microestruturais resultantes do FSpJ

As temperaturas e taxas deformacionais impostas durante o processamento de juntas híbridas metal-polímero por FSpJ provocam mudanças microestruturais em relação aos materiais de base. As zonas afetadas durante o processo são mostradas esquematicamente na Figura 2.20 e descritas a seguir.



Figura 2.20: Macrografia da seção transversal de uma junta metal-compósito polimérico com delimitação esquemática das zonas afetadas na junta. Reproduzido de [52].

2.4.3.1 Mudanças microestruturais no metal

No metal a microestrutura final pode ser dividida em quatro regiões [9] [53]: zona de mistura (*Stir Zone*, SZ), zona termo-mecanicamente afetada (*Thermo-Mechanically Affected Zone*, TMAZ), zona termicamente afetada (*Heat Affected Zone*, HAZ) e o material de base. Essas são zonas tipicamente encontradas em soldas metálicas obtidas via processos de fricção [46] [54] [55] [56] apresentando assim transformações metalúrgicas semelhantes. As características microestruturais destas zonas são descritas a seguir.

a) Zona de mistura (*Stir Zone*, SZ)

A zona de mistura localiza-se em uma região no qual ocorre a atuação do pino e da camisa. Nessa região é verificada a ocorrência de intensa modificação microestrutural devido às altas temperaturas e taxas deformacionais impostas durante o processo. A microestrutura final é caracterizada pela presença de grãos equiaxiais refinados devido à ocorrência de recristalização dinâmica do material. Em algumas ligas de alumínio, a temperatura do processo causa dissolução dos precipitados, e no caso de ligas com partículas intermetálicas, estes podem ser quebrados devido aos esforços de fricção impostos, dissolvendo ou dispersando-os homoganeamente. Durante o resfriamento, pode ocorrer reprecipitação e crescimento dos precipitados resultando em aumento de dureza do material. Também é possível a ocorrência de envelhecimento natural nesta região. [20] [54] [56] [57]

b) Zona termo-mecanicamente afetada (TMAZ)

Essa zona é submetida a um menor grau de deformação plástica e temperatura em relação à zona de mistura. A microestrutura é caracterizada por grãos alongados e rotacionados quando comparados aos presentes no material base, devido à deformação causada pela rotação da ferramenta. Nas regiões de maiores temperaturas pode ser observada a presença de grãos equiaxiais devido à ocorrência de recristalização dinâmica. Pequenos precipitados podem ser dissolvidos provocando a desestabilização do tratamento térmico de ligas

endurecidas por precipitação. Transformações metalúrgicas como recuperação dinâmica com ocorrência ou não de crescimento de grão além de refinamento de grãos poderão ocorrer na fronteira entre a zona de mistura e a zona termo-mecanicamente afetada. [20] [58] [59]

c) Zona termicamente afetada (TAZ)

A zona termicamente afetada é uma região no qual os grãos e partículas do metal são afetados apenas pela temperatura do processo. Nessa região não é observada a ocorrência de deformação dos grãos ou recristalização como na TMAZ ou SZ, não apresentando mudança visual em relação ao material base. A região pode sofrer recozimento, e eventualmente recuperação estática com a possível coalescência de precipitados gerando uma alteração na resistência local. Desta maneira a ZTA poderá ser detectada através da análise de microdureza. [17] [20]

d) Material de base

Essa é a região do material metálico de base que não sofre mudanças microestruturais e nas suas propriedades mecânicas.

2.4.3.2 Mudanças microestruturais no polímero

No polímero é verificada a formação de três regiões [9] [11]: zona polimérica termo-mecanicamente afetada (*Polymer Thermo-Mechanically Affected Zone*, PTMAZ), a zona polimérica afetada termicamente (*Polymer Heat Affected Zones*, PHAZ) e o material base (*Base Material*, BM).

a) Zona polimérica termo-mecanicamente afetada

Essa zona é submetida a deformações mecânicas e temperaturas acima da temperatura de fusão/amolecimento do polímero. Desta maneira nesta região ocorre o amolecimento, no caso de polímeros amorfos, ou fusão, no caso de termoplásticos semicristalinos, seguido pela solidificação durante o seu resfriamento, podendo ocorrer alterações no grau de orientação molecular ou na

cristalinidade, resultando na modificação das propriedades mecânicas finais do polímero. No caso de compósitos poliméricos reforçados com fibras, nesta região pode ocorrer o desalinhamento e leve rearranjo da rede de fibras, devido às deformações provocadas pela ferramenta e transferidas através do metal. Também é observada a presença de vazios resultantes de: a) degradação térmica do polímero; b) evolução de água estrutural no caso de polímeros higroscópicos; c) aprisionamento de ar devido à alta viscosidade do fundido. Outro defeito encontrado nesta zona é o deslocamento da fibra da matriz devido à contração diferencial entre os dois materiais [53]. Esta zona pode ser detectada através de técnicas analíticas como microscopia óptica e ensaio de resistência mecânica localizada, como micro- e nanodureza.

b) Zona polimérica termicamente afetada

É a região em que o calor não é suficiente para fundir/amolecer a matriz termoplástica, porém, podem ocorrer fenômenos físicos como relaxação das cadeias poliméricas e envelhecimento físico, os quais podem ser detectados através do ensaio de micro e nanodureza já que a diferença visual entre essa região e o material de base é imperceptível utilizando microscopia ótica.

c) Material de base

Essa é a região do material polimérico de base que não apresenta mudanças microestruturais e nas suas propriedades mecânicas.

2.4.4 Juntas produzidas por FSpJ

Existem poucos trabalhos publicados especificamente na área de FSpJ até a data da defesa. Os estudos publicados demonstram a viabilidade técnica de produzir juntas de ligas metálicas leves unidas com compósitos poliméricos com reforço de fibras, de carbono ou vidro [9] [11] [47] [60] [61] [62] [63].

Um dos primeiros trabalhos publicados sobre a técnica FSpJ mostrou a viabilidade do processo para união da liga de magnésio AZ31 com compósito de PPS reforçado com fibra de vidro curta (GF-PPS) e com compósito laminado de

PPS reforçado com tecido de fibra de carbono (CF-PPS) [9]. O estudo mostrou que a combinação de parâmetros utilizada (velocidade rotacional: 1500 rpm, profundidade de penetração: 0,25 mm, tempo de união: 8 s e força de união: 3 bar) para produção de juntas Mg AZ31/ CF-PPS gerou temperaturas máximas entre 400-440 °C nas regiões mais próximas à ferramenta. As Figura 2.21-A e B mostram, respectivamente, micrografias das seções transversais de juntas AZ31/GF-PPS e AZ31/CF-PPS. Os parâmetros utilizados para produção das juntas foram: 1500 rpm / 0,25 mm / 8s /3 bar (sistema AZ31/CF-PPS) e 3000 rpm / 0,25 mm / 8s / 2 bar (sistema AZ31/GF-PPS). A formação do cerne metálico na junta AZ31/CF-PPS foi menos acentuada em relação à junta AZ31/GF-PPS, o que foi atribuído à maior rigidez da fibra de carbono em relação à fibra de vidro.

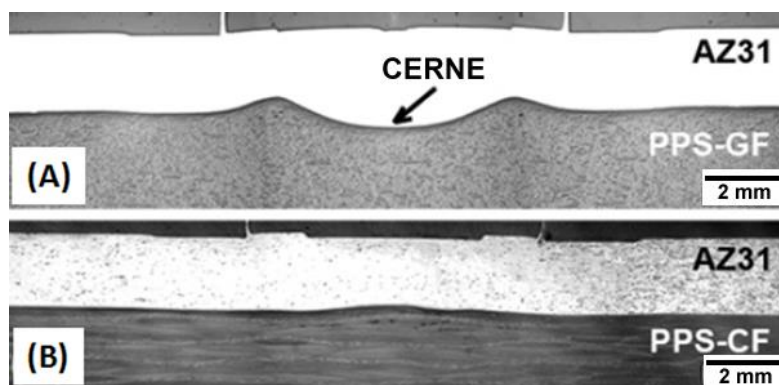


Figura 2.21: Micrografias das seções transversais de juntas obtidas por FSpJ: A) Mg AZ31/GF-PPS e B) Mg AZ31/CF-PPS. Adaptado de [9].

O modo de falha nas juntas AZ31/CF-PPS foi uma mistura entre falha coesiva-adesiva. Também foi identificada a presença de fibras aderidas à chapa de magnésio [9].

Em outro artigo publicado posteriormente Amancio-Filho [47] mostrou que juntas AA5754/CF-PPS apresentam mecanismos de falha semelhantes aos apresentados pelo sistema AZ31/CF-PPS, ou seja, mistura de falha coesiva-adesiva. Também foi apresentado um estudo mostrando o efeito do tratamento superficial da liga de alumínio na resistência ao cisalhamento das juntas AA5754/CF-PPS conforme apresentado na Figura 2.22. As amostras avaliadas foram: A) Condição sem tratamento superficial; B) "P1200" – amostras lixadas

com lixa grão P1200 SiC para remoção da camada natural de óxido e C) "P1200/HNO₃" – amostras lixadas com lixa P1200 SiC e posteriormente submetidas à decapagem ácida com HNO₃ 60% durante 15 minutos e depois lavadas em água destilada. O estudo mostrou que houve aumento da rugosidade média R_a em ambas as amostras tratadas. A rugosidade média R_a aumentou de 0,17 μm para a condição não tratada para 0,29 μm e 0,33 μm para as condições "P1200" e "P1200/HNO₃", respectivamente. Também foi observado o aumento na resistência ao cisalhamento das juntas após o tratamento superficial da chapa de alumínio. A condição "P1200/HNO₃" apresentou resistência média ao cisalhamento de 29,1 ± 4,9 MPa enquanto a amostra não tratada apresentou resistência média de apenas 16,6 ± 2,6 Mpa, indicando a eficiência do tratamento superficial do alumínio no aumento da resistência ao cisalhamento de juntas sobrepostas produzidas por FSpJ.

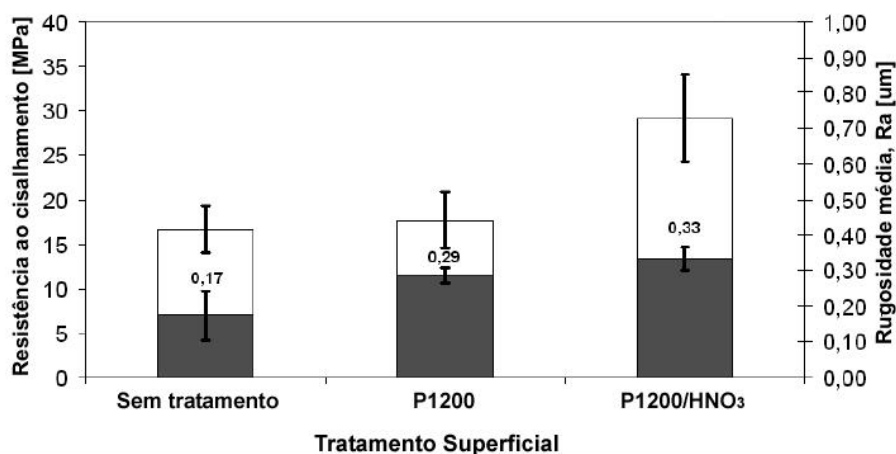


Figura 2.22: Influência do tratamento superficial do alumínio na resistência ao cisalhamento de juntas AA5754/CF-PPS produzidas por FSpJ. Parâmetros utilizados: 900 rpm/0,5 mm/4s/2,5 bar. Reproduzido de [47].

Yusof e colaboradores publicaram estudo [60] mostrando a utilização de uma técnica similar ao FSpJ para união da liga de alumínio AA5052 com poli(tereftalato de etileno) (PET). O trabalho mostrou que a velocidade de penetração da ferramenta possui efeito significativo na área afetada pelo calor. A área diminui com o aumento da velocidade de penetração. Esta diminuição da

área afetada pelo calor foi associada a menores interações entre a ferramenta e a amostra, resultando em menor geração de calor para a condição com maior velocidade de penetração. O estudo também verificou a influência da profundidade de penetração na resistência ao cisalhamento, que foi significativamente maior para a amostra produzida com profundidade de penetração de 0,7 mm em relação à amostra produzida com 0,4 mm, para todas as velocidades de penetração testadas (5, 10, 20 e 40 mm/min).

Goushegir e colaboradores [61] publicaram um estudo mostrando a utilização da técnica de união pontual por fricção (FSpJ) para a liga de alumínio AA2024-T3 com o compósito laminado de PPS e fibra de carbono. Análises estatísticas mostraram que a velocidade rotacional da ferramenta tem a maior influência no desempenho final das juntas em ensaio mecânico de cisalhamento, seguido pela pressão de união, tempo de união e profundidade de penetração. A otimização dos parâmetros de processo resultou em juntas com resistência ao cisalhamento de 43 MPa em amostras produzidas com alumínio tratado por jateamento com Al_2O_3 com a seguinte combinação de parâmetros: velocidade rotacional de 2900 rpm, tempo de união de 4,8 s, profundidade de penetração de 0,5 mm e força de união de 8,5 kN. As juntas apresentaram uma mistura de falha adesiva e coesiva (Figura 2.23) assim como nos estudos publicados anteriormente em FSpJ. Nesse mesmo trabalho foi mostrado também que o envolvimento das fibras pelo metal plastificado na interface com o compósito durante o processo de FSpJ contribuiu para o aumento da falha coesiva por micro-travamento mecânico.

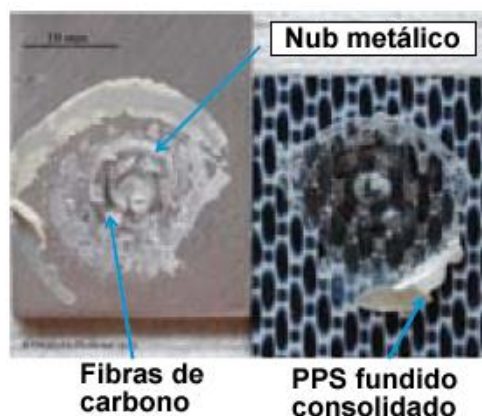


Figura 2.23: Superfície de fratura da junta AA2024-T3/CF-PPS produzida por FSpJ: Mistura de falha coesiva e adesiva. Adaptado de [61].

Em outro estudo recentemente publicado, Goushegir e colaboradores [11] estudaram a relação entre os parâmetros velocidade rotacional, profundidade de penetração e tempo de união na resistência mecânica e na área de união em juntas AA2024-T3/CF-PPS produzidas por FSpJ. Nesse estudo foi verificado que a resistência ao cisalhamento aumenta continuamente com o aumento da velocidade rotacional no intervalo analisado. Este aumento foi justificado pelo aumento do calor gerado pela rotação da ferramenta e conseqüentemente maior área de união. Comportamento similar foi observado com o aumento dos parâmetros profundidade de penetração da ferramenta e tempo de união. O aumento da resistência ao cisalhamento com o aumento da profundidade de penetração da ferramenta foi associado ao maior contato íntimo da interface que resulta em maiores forças por travamento mecânico. Em maiores profundidades de penetração utilizadas também foi verificada uma maior quantidade de fibras aderidas ao alumínio resultando em maior resistência das juntas.

Manente e colaboradores [62] [63] estudaram a viabilidade técnica da produção de juntas AA2024-T3/CF-PPS com adição de filme intermediário de PPS. Foi verificado que a adição do filme intermediário aumentou a área de união em 33%, resultando no aumento em 11% da resistência ao cisalhamento em relação às juntas produzidas sem o filme. O aumento da resistência ao cisalhamento foi associado à melhor distribuição de tensões. Também foi avaliada a influência dos parâmetros de processo velocidade rotacional e

profundidade de penetração no comportamento mecânico das juntas. Foi verificado pequeno aumento de 9% na resistência das juntas, de 1799 para 1967 N, com o aumento da velocidade rotacional de 1300 rpm para 1900 rpm, o que foi justificado pelo aumento da temperatura de processo que resultou em uma maior camada de PPS na interface da junta. Entretanto, quando a rotação foi aumentada para 2500 rpm foi verificada diminuição na resistência das juntas em 11%, de 1967 para 1765N, associada ao aumento da temperatura do processo o que provocou a redução excessiva da viscosidade do PPS que foi expulso para fora da junta, diminuindo assim a espessura do filme consolidado na interface.

2.5 Teoria da adesão

Conforme apresentado anteriormente na Seção 2.4.2, o desempenho mecânico de juntas híbridas metal-polímero produzidas por FSpJ dependem de dois principais mecanismos de união: intertravamento mecânico e forças adesivas estabelecidas na interface metal-polímero. Desta maneira, é importante o conhecimento da teoria da adesão e como os seus mecanismos influenciam no desempenho mecânico final das juntas híbridas. A adesão pode ser definida como a interação interatômica e intramolecular na interface entre duas superfícies [64]. A adesão é um tópico multidisciplinar que inclui química de superfície, reologia, química dos polímeros, mecânica dos materiais, física dos polímeros, mecânica da fratura e outros assuntos afins. Devido à complexidade do fenômeno, não existe nenhuma teoria global que descreva todos os fenômenos de adesão ou mecanismos em detalhes. Os seis principais mecanismos ou modelos (ou teorias) que podem ajudar a explicar o fenômeno de adesão são [65] [66] [67]: (a) Modelo de travamento mecânico (*mechanical interlocking*), (b) teoria eletrônica ou teoria eletrostática, (c) teoria da camada fraca de adesão, (d) teoria da adsorção, (e) teoria da difusão ou interdifusão e (f) teoria da ligação química. Normalmente o fenômeno de adesão em uma junta colada será resultante de uma combinação de diferentes mecanismos. A importância individual de cada mecanismo no desempenho da junta colada será

dependente do sistema utilizado, ou seja, substratos e tipo de adesivo. A Tabela 2.6 apresenta a escala de ação de cada mecanismo [67].

Tabela 2.6: Escala de ação dos mecanismos de adesão.

Mecanismo / Modelo / Teoria	Escala de ação
Travamento mecânico	Microscópica
Eletrostática / Eletrônica	Macroscópica
Camada fraca de adesão	Molecular
Adsorção	Molecular
Difusão/Interdifusão	Molecular
Ligação química	Atômica

Os mecanismos de adesão serão tratados individualmente nos tópicos a seguir.

2.5.1 Travamento mecânico (*'mechanical interlocking'*)

Esse modelo considera que a adesão é resultado do travamento mecânico do adesivo dentro dos poros, cavidades, e irregularidades superficiais do substrato. A rugosidade e porosidade do substrato serão fatores relevantes para a adesão apenas quando houver molhamento suficiente do adesivo sobre o substrato, como mostrado esquematicamente na Figura 2.24 [68].

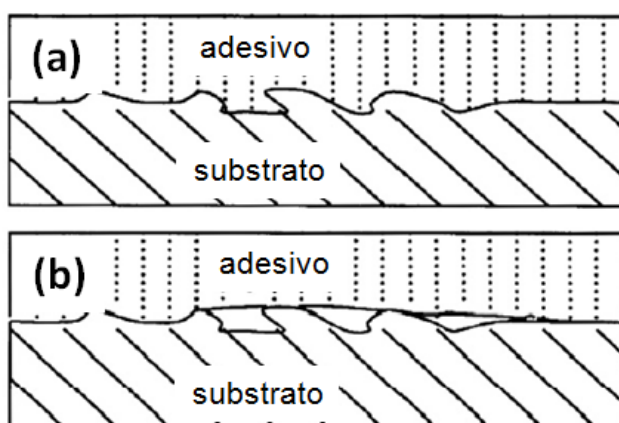


Figura 2.24: (a) Molhamento eficiente, (b) fraco molhamento. Adaptado de [66].

A adesão resultante do travamento mecânico após o lixamento da superfície do substrato pode ser associada com (1) travamento mecânico, (2)

formação de uma superfície limpa, (3) formação de uma superfície altamente reativa (adsorção do adesivo) e (4) aumento da área superficial de contato disponível para formação de ligações químicas [67]. A resistência à tração de juntas unidas por adesivos dependerá da morfologia da rugosidade formada. É esperado aumento da resistência ao cisalhamento com o aumento da rugosidade superficial. Esse aumento também é observado no FSpJ, devido às similaridades físicas de ambos processos; no FSpJ há a formação do filme polimérico consolidado na interface metal-compósito que funciona como um filme adesivo, como descrito anteriormente na Seção 2.4.2. Segundo Maeve e colaboradores [69], para se obter um bom desempenho de adesão é necessário que o adesivo, além de molhar o substrato, também possua propriedades reológicas apropriadas para penetrar nos poros/irregularidades superficiais em tempo razoável. O modelo de travamento mecânico não é universalmente aceito já que é possível a obtenção de juntas adesivas com bom desempenho mesmo possuindo superfícies lisas [70].

2.5.2 Teoria eletrostática (ou eletrônica)

Essa teoria descreve que a adesão entre dois materiais é resultante do efeito eletrostático entre o adesivo e o substrato [67]. O efeito eletrostático ocorre devido à transferência de elétrons entre os materiais com estruturas de banda eletrônica diferentes. Forças eletrostáticas são formadas na interface adesivo-substrato resultando em uma resistência à separação. O mecanismo é apenas aplicável para materiais dissimilares, por exemplo, em uma junta polímero-metal. É esperado uma pequena contribuição do mecanismo no desempenho mecânico das juntas produzidas por FSpJ. No caso de sistemas não-metálicos a contribuição para a adesão é muito pequena quando comparada à ligação química [71].

2.5.3 Modelo da camada fraca de adesão ('Weak Boundary Layer – WBL')

A teoria da camada fraca de ligação descrita por Bikerman considera que a falha em uma junta adesiva ocorre na interface adesivo-substrato devido à falha coesiva ou à uma camada fraca de ligação [72]. A camada fraca de ligação pode ter origem no adesivo, substrato, ambiente, ou combinação de alguns desses fatores. A Figura 2.25 apresenta de forma esquemática as sete classes de camadas fracas de ligação que foram consideradas por Bikerman em seu modelo.

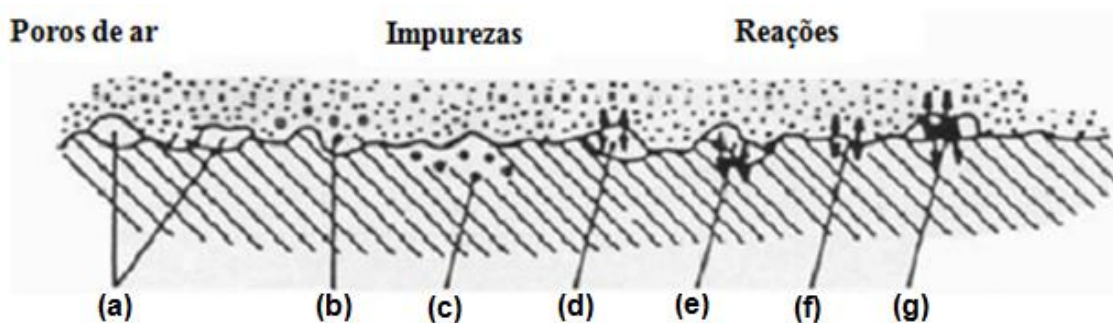


Figura 2.25: Representação esquemática das sete classes de camada de ligação fraca do modelo de Bikerman: (a) Poros de ar; (b) e (c) impurezas na interface; (d) a (g) reações entre componentes e meio. Adaptado de [73].

As camadas fracas de ligação presentes nas juntas produzidas por FSpJ podem ter origem no processo como: poros de ar, presença de impurezas ou então, serem provenientes do substrato como é o caso de juntas produzidas com alumínio sem nenhum tratamento superficial no qual ocorre a fraca ligação entre o óxido e o substrato de alumínio. A formação de óxidos metálicos na superfície dos substratos pode ser considerada uma camada fraca de ligação. Alguns óxidos são fracamente ligados ao seu metal base e a falha de juntas adesivas formadas por esses substratos ocorrem coesivamente através do óxido. A camada fraca de ligação poderá ser removida ou fortalecida através de tratamentos superficiais como é o caso do lixamento ou tratamentos químicos para remoção da camada de óxido do seu metal base.

2.5.4 Teoria da adsorção (molhamento)

A teoria da adsorção propõe que os materiais se aderem devido às forças interatômicas que são estabelecidas entre os átomos e moléculas na superfície do adesivo e substrato depois do contato íntimo entre eles [68] [74]. A teoria engloba vários modelos que são tratados separadamente: (a) molhabilidade, (b) reológico, e (c) adesão química. A teoria da adsorção também é conhecida como teoria termodinâmica (também citada como molhabilidade e teoria ácido-base [49]). O processo de obtenção de contato contínuo entre o adesivo e o substrato é conhecido como molhamento. Segundo essa teoria, para obtenção de juntas com bom desempenho de adesão é necessário que o adesivo molhe eficientemente o substrato espalhando e penetrando os vales e irregularidades sobre a superfície [69]. A maioria dos adesivos orgânicos possui facilidade em molhar substratos metálicos [67]. O molhamento da camada de polímero amolecido/fundido, formada durante o processo de FSpJ sobre a superfície metálica poderá ser melhorado através do controle dos parâmetros de processo e/ou do tratamento superficial da superfície metálica.

2.5.5 Teoria da difusão/interdifusão

A teoria propõe que a adesão é resultado da interdifusão das macromoléculas entre a interface adesivo/substrato. A teoria é aplicável quando ambos, adesivo e substrato, são polímeros com cadeias moleculares relativamente longas, capazes de se movimentar [67] e miscíveis. No caso de adesão entre metal e polímero, a difusão através da interface polímero/metal ocorre apenas quando o metal é evaporado para dentro do substrato polimérico. Desta maneira o efeito deste mecanismo de adesão para juntas metal-polímero como as produzidas por FSpJ é desprezível [75].

2.5.6 Teoria da ligação química

A teoria da ligação química propõe que a adesão é resultado da ligação química formada entre as moléculas do adesivo e do substrato [67]. As ligações químicas dependerão do contato íntimo entre os dois substratos. Além do contato íntimo é necessário que a interface esteja livre da presença de defeitos, trincas e bolhas de ar para garantir uma boa adesão [76]. A importância deste mecanismo irá depender do número de ligações químicas formadas, tipo de ligações e também tipo de falha. As forças resultantes das ligações químicas entre adesivo e substrato incluem: (a) ligações secundárias: (i) forças de van der Waals, e (ii) ligação de hidrogênio, (b) ligações primárias: (i) covalente, (ii) iônica, (iii) metálica e (c) interações ácido-base, dependendo dos grupamentos químicos presentes na interface onde ocorre a ligação química [66]. A alteração química da superfície através de tratamentos superficiais poderá resultar na formação de ligações químicas na interface metal-polímero que poderão ser benéficas para a resistência mecânica das juntas produzidas por FSpJ.

2.6 Tensão superficial e molhamento

A tensão superficial é a medida direta das forças de interação entre os átomos e moléculas que resultam na adesão entre o adesivo e substrato [67]. No presente estudo o PPS fundido e a superfície de alumínio fazem papel do adesivo e substrato, respectivamente. De modo simples, pode-se considerar a energia livre da superfície como sendo o excesso de energia associado com a presença da superfície. Devido à complexidade da medida da energia livre da superfície, é comum considerar a tensão superficial e energia livre da superfície como sendo a mesma coisa, referindo a elas como energia livre da superfície [66].

A relação entre a energia livre de uma superfície sólida e o ângulo formado quando um líquido é gotejado sobre essa superfície pode ser dada através da equação de Young [67] [77] (Eq. 2.2).

$$\gamma_s = \gamma_{sl} + \gamma_l \cdot \cos \theta \quad (2.2)$$

Onde γ_s é a energia livre da superfície do substrato sólido (mJ/m^2), γ_l é a energia livre da superfície do líquido gotejado (ou tensão superficial do líquido mN/m), γ_{sl} é a energia livre interfacial entre o substrato sólido e a gota líquida e o θ é o molhamento (Young-Dupré) ou ângulo de contato entre a interface sólido-líquido. A Figura 2.26 apresenta a representação gráfica da equação de Young.

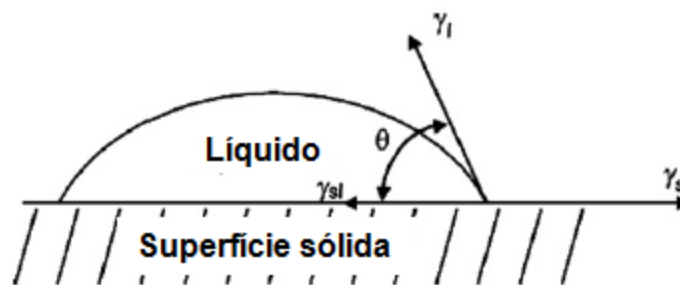


Figura 2.26: Representação gráfica da equação de Young. Adaptado de [66].

O molhamento de superfícies sólidas é extremamente sensível à morfologia (rugosidade) e química da superfície (incluindo contaminantes). Portanto, o seu conhecimento é fundamental para otimizar as características superficiais do substrato de modo a se obter melhores propriedades mecânicas das juntas híbridas. Desta maneira, o ângulo de molhamento é um bom parâmetro para avaliar a influência da rugosidade no molhamento do adesivo sobre o substrato [66]. De acordo com Volpe e colaboradores [78] existe uma dificuldade em se encontrar publicações na literatura que estudem a relação entre a morfologia (rugosidade) e química superficial com o ângulo de contato de líquidos comuns.

O molhamento do substrato pelo adesivo ocorrerá devido à uma ou mais interação, do tipo [69]: (a) interações ácido-base, (b) ligações de hidrogênio ou (c) forças de van der Waals (dipolo-dipolo e forças de dispersão). O nível de molhamento dependerá das diferenças entre as energias superficiais do sólido, líquido e também da interface. Para que o molhamento ocorra, a Equação 2.3 deverá ser obedecida [66] [67]:

$$\gamma_{sv} \geq \gamma_{sl} + \gamma_{lv} \quad (2.3)$$

Onde γ_{sv} , γ_{sl} e γ_{lv} são, respectivamente, a energia superficial livre das interfaces sólido-vapor, sólido-líquido e líquido-vapor. Caso γ_{sl} não seja significativa a Equação 2.4 poderá ser simplificada para:

$$\gamma_{sv} \geq \gamma_{lv} \text{ ou } \gamma_{substrato} \geq \gamma_{adesivo} \quad (2.4)$$

A Equação 2.4 mostra que para que ocorra o espalhamento do adesivo sobre o substrato, a energia livre da superfície do substrato deverá ser maior ou igual à do adesivo. O pobre molhamento do adesivo sobre o substrato resultará em uma menor área de contato e, conseqüentemente, menor resistência da junta adesiva. Sharpe e Shonhorn [74] mostraram que a resistência de uma junta adesiva é influenciada pela habilidade do adesivo espalhar espontaneamente sobre a superfície quando a junta é formada.

O molhamento e energia superficial do adesivo sobre um substrato poderão ser avaliados através do ângulo de contato. Em geral um líquido polar ou não polar é despejado em cima da superfície a ser avaliada e o ângulo formado é medido. Quanto menor o ângulo de contato, maior o molhamento da superfície, resultando em maior trabalho de adesão [66]. O ângulo de contato fornece uma medida indireta de adesão já que a energia superficial e o molhamento estão relacionados com a adesão. Sendo assim, podem-se fazer correlações entre a eficiência de adesão e o ângulo de contato.

2.7 Tratamento superficial do alumínio

O tratamento superficial aumenta a resistência das juntas alterando a superfície do substrato de diferentes maneiras incluindo o aumento da tensão superficial, da rugosidade superficial, ou modificando a química da superfície.

O aumento da rugosidade promove a ampliação da área superficial que permite o intertravamento mecânico devido à penetração do adesivo dentro das irregularidades da superfície conforme foi mostrado na Seção 2.5.1. A

modificação da química superficial pode resultar na formação de ligações químicas entre as moléculas do polímero e a camada de óxido do substrato metálico [66] [79].

Pesquisas anteriores mostram aumento significativo na resistência mecânica adesiva de juntas coladas [79] e unidas por indução [80], com o aumento da rugosidade superficial do alumínio. De forma diferente, a realização de tratamentos superficiais em compósitos termoplásticos não demonstrou aumento significativo na resistência mecânica e/ou durabilidade das juntas, devido ao fato de alguns compósitos possuírem superfícies com energias superficiais muito baixas [77] [81] [82]. Na FSpJ observa-se a destruição de grande parte do tratamento superficial do componente polimérico devido à fusão da camada polimérica superficial presente no compósito, não contribuindo desta forma para aumentar a adesão [83].

O tratamento superficial do alumínio possui um papel fundamental na resistência mecânica, durabilidade e na redução dos danos provocados pela exposição em ambientes úmidos e corrosivos de juntas adesivas [79] [84]. O alumínio tem alta energia superficial garantindo a facilidade de molhamento por adesivos orgânicos além de ser bastante resistente na maioria dos ambientes comuns. Como resultado da combinação de propriedades citadas anteriormente e da facilidade na utilização de adesivos, juntas de alumínio unidas por adesivos são comumente encontradas em aplicação nas indústrias automotivas e aeronáutica e também em outras aplicações estruturais e não estruturais [85]. No caso da indústria automotiva buscam-se tratamentos simples, baratos e ambientalmente corretos [79]. A camada natural de óxido formado sobre o alumínio é instável, irregular e fracamente ligada, resultando em alguns casos na falha na interface óxido-metal base dependendo do adesivo utilizado. O tratamento superficial no alumínio é responsável pela substituição da camada natural de óxido por uma camada estável, contínua, sólida e resistente à corrosão, no caso, dos *coatings* e tratamentos químicos. O alumínio é bastante reativo e a camada de óxido é formada quase que instantaneamente quando uma superfície usinada é exposta à atmosfera ambiente. O óxido formado adere ao metal base e é relativamente estável e possui resistência maior que a maioria

dos adesivos. O óxido é também forte coesivamente e eletricamente não condutor. A fina camada de óxido formada (0,001 mm) protege o metal base da corrosão atmosférica. Os tratamentos superficiais mais utilizados podem ser segregados dentro de três grupos: 1) limpeza simples e abrasão; 2) ataque químico e 3) *primers* e *coatings* [49] [80] [86].

Vários estudos [49] [80] [87] [88] [89] [90] descrevem os tipos de tratamentos superficiais para o alumínio e suas influências nas propriedades de juntas adesivadas. Porém, essas teorias são complexas e estão fora do escopo desta revisão de literatura.

2.7.1 Rugosidade superficial

Existem várias maneiras de se avaliar a eficiência do tratamento superficial do alumínio e a mais simples dentre elas é a avaliação da rugosidade. A rugosidade é o conjunto de irregularidades superficiais, isto é, pequenas saliências (picos) e reentrâncias (vales) que caracterizam a superfície. Essas irregularidades superficiais podem ser avaliadas utilizando aparelhos eletrônicos, a exemplo do rugosímetro. A rugosidade desempenha um papel importante no desempenho mecânico das juntas produzidas por FSpJ, como será mostrado nos resultados deste trabalho.

A rugosidade média (R_a) é o parâmetro de rugosidade mais utilizado. R_a é calculado através da média aritmética dos valores absolutos das ordenadas de afastamento (y_i), dos pontos de perfil de rugosidade em relação à linha média, dentro do percurso no qual a medida é realizada (l_m). Essa grandeza pode corresponder à altura de um retângulo e pela linha média, tendo por comprimento o percurso de medição (l_m). Na Figura 2.27, pode-se observar a representação gráfica da rugosidade média (R_a).

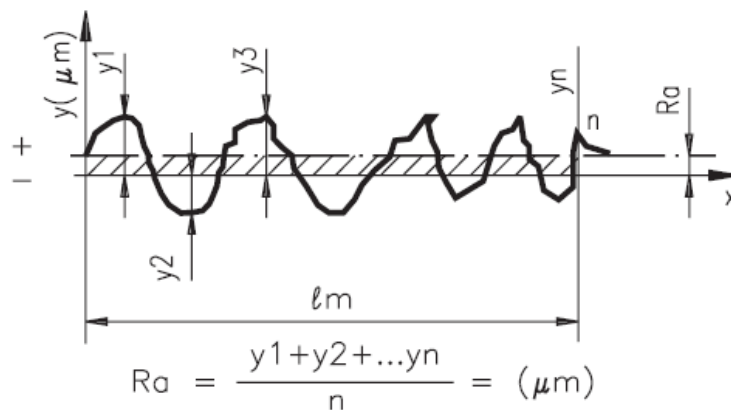


Figura 2.27: Representação gráfica da rugosidade média (R_a) [91].

2.8 Juntas adesivas

As juntas adesivas e as produzidas pelo processo de FSpJ apresentam mecanismos de união similares, podendo também apresentar tipos de fraturas e geometria de juntas semelhantes. Desta forma, o estudo das juntas adesivas é pertinente. O adesivo deve realizar duas funções quando aplicado entre duas superfícies a serem unidas. Inicialmente, ele deve molhar as superfícies de forma que ocorra o espalhamento, e depois deve endurecer de modo a formar um sólido resistente. O molhamento irá resultar no contato íntimo entre as moléculas do adesivo com a superfície a ser molhada (substrato) [92]. O endurecimento poderá ocorrer por formação de reação química, eliminação de solvente ou água, ou por solidificação do material a partir do fundido, como ocorre no caso da FSpJ. A seguir, é realizada uma breve descrição sobre os possíveis tipos de fratura em juntas adesivas e também sobre as possíveis configurações de juntas utilizadas.

a) Tipos de fratura

As falhas em juntas adesivas ocorrem essencialmente de duas maneiras, adesiva e coesiva, podendo também existir a combinação destas [93] [94] [95].

A adesão é a atração entre duas substâncias resultante de forças intermoleculares. A coesão é definida como as forças intermoleculares dentro da mesma substância. A falha adesiva, também conhecida como descolamento, é caracterizada pela separação na interface entre o adesivo e o substrato. A falha

coesiva ocorre quando as forças adesivas entre o substrato-adesivo são maiores que a resistência interna do adesivo, desta maneira a falha se propaga através do adesivo. Este tipo de falha pode ser identificado facilmente já que uma camada de adesivo permanece em ambos os substratos. Quando ocorre falha do substrato e a área de união do adesivo permanece intacta, a falha é conhecida como falha coesiva do substrato [94].

A falha na interface adesivo-substrato (falha interfacial) geralmente resulta em juntas com baixa resistência mecânica. Juntas coladas de qualidade devem falhar através do adesivo (falha coesiva) ou romper no substrato (falha interlaminar) [93] [94] [95]. A Figura 2.28 apresenta representações esquemáticas dos principais tipos de falhas em juntas adesivas.

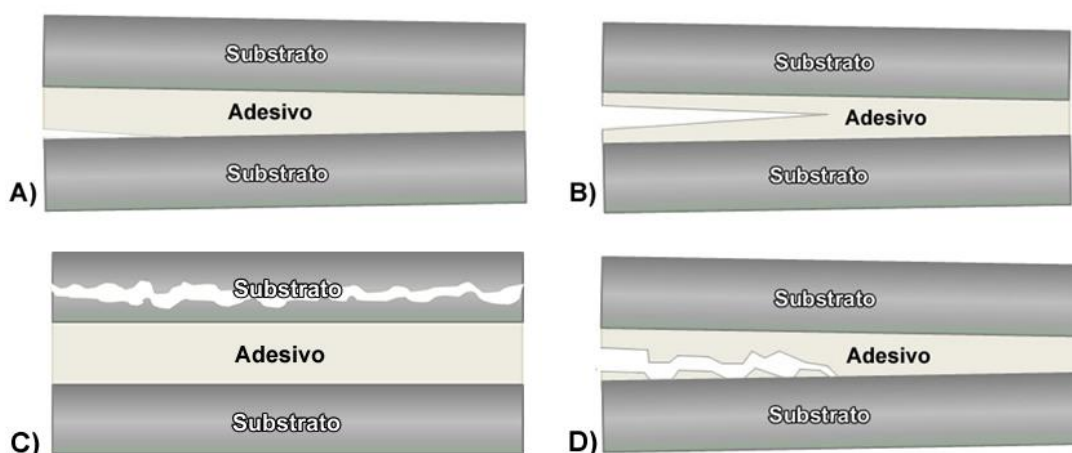


Figura 2.28: Representação esquemática de tipos de falhas em juntas coladas. A) Falha adesiva; B) Falha coesiva no adesivo; C) Falha coesiva no substrato e D) Falha mista adesiva-coesiva. [93]

b) Geometrias de juntas

Juntas sobrepostas podem ser produzidas em diversas geometrias dependendo do que se deseja analisar. As juntas sobrepostas do tipo simples (*'single lap'*), duplas (*'double lap'*), chanfro exterior (*'beveled lap'*) e de encaixe (*'joggle lap'*) são as configurações mais comuns dentre as juntas dessa família [96]. A Figura 2.29 apresenta algumas das principais configurações de juntas adesivas sobrepostas [97]. Existe uma forte influência entre a geometria da junta

e o seu desempenho mecânico devido às diferenças nas distribuições de esforços de arrancamento (*'peel stresses'*) e de cisalhamento nas juntas [98].

A geometria de teste de junta de sobreposição simples (*'single-lap'*) é a mais utilizada para obter a resistência ao cisalhamento para juntas adesivas coladas [99]. O corpo de prova na geometria *single-lap* é facilmente produzido e testado, justificando desta maneira a sua grande utilização [100]. A geometria *double-lap* é uma variante simétrica da geometria *single-lap* que elimina ou reduz as cargas que provocam a flexão dos substratos e exercem tensão de arrancamento (peel) na região colada. Por isso, juntas adesivas na geometria *double-lap* são em regra duas vezes mais resistentes mecanicamente em relação à geometria *single-lap* devido à eliminação/redução dos esforços de arrancamento (*'peel stresses'*) [99].

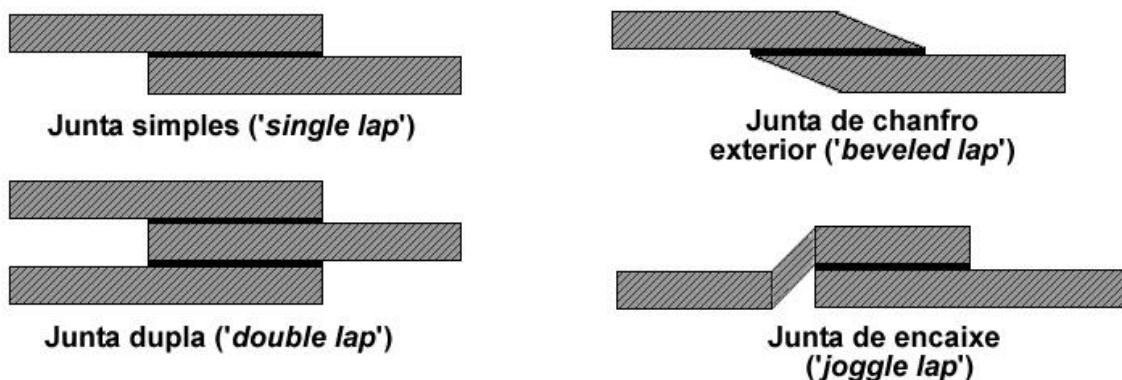


Figura 2.29: Geometrias de juntas sobrepostas: junta simples (*'single lap'*), junta dupla (*'double lap'*), junta de chanfro exterior (*'beveled lap'*) e junta de encaixe (*'joggle lap'*) [97] [101].

2.9 Planejamento de experimentos: Taguchi

O planejamento de experimentos é uma importante metodologia que torna possível a maximização do conhecimento extraído a partir de dados experimentais [102]. Essa metodologia fornece uma poderosa ferramenta para planejar e analisar experimentos, eliminando observações redundantes e reduzindo o tempo e recursos para realização dos experimentos [103]. No presente estudo será avaliada a influência dos parâmetros de processo na

resposta força máxima de cisalhamento das juntas híbridas utilizando um número reduzido de experimentos.

O método Taguchi é uma ferramenta estatística que possibilita a otimização do desempenho de um produto, processo, projeto ou sistema com uma significativa redução de tempo e custo através da identificação e ajuste dos fatores controláveis que irão minimizar a variação do processo em relação ao que é desejado [104]. Através do ajuste dos fatores no seu nível ótimo, é possível tornar o processo mais robusto e reduzir a sensibilidade deste a qualquer mudança que possa ocorrer e ser incontrolável (condições ambientais, mudanças dimensionais, mudanças no material, etc.) [105].

O método Taguchi determina os parâmetros que mais influenciam no desempenho final da característica que se deseja otimizar. Os parâmetros ótimos de processo obtidos através desse método são insensíveis a variações nas condições ambientais e outros fatores ditos ruídos. A otimização de parâmetros é uma forma de reduzir custos e melhorar o desempenho sem remover as causas da variação.

O método Taguchi utiliza uma matriz ortogonal para estudar os parâmetros de processo com um pequeno número de experimentos. Segundo Taguchi existem três categorias de características de qualidade na análise da razão sinal/ruído (S/R): maior-é-melhor ('larger-the-better'), menor-é-melhor ('lower-the-better') e nominal-é-melhor ('nominal-the-better'). A razão S/R para cada parâmetro de processo é computada baseada na análise S/R. Independente da categoria da característica de qualidade, quanto maior for a razão S/R melhor a característica de qualidade (o que se deseja otimizar). Dessa maneira, o nível ótimo do parâmetro de processo corresponde ao nível com maior razão S/R [104].

Na literatura podem ser encontrados diversos estudos de otimização de parâmetros de processo na área de soldagem utilizando a metodologia Taguchi [102] [106] [107] [108]. Campanelli e colaboradores [106] encontraram que a profundidade de penetração da ferramenta é o parâmetro que possui maior influência na resistência ao cisalhamento de juntas sobrepostas da liga de magnésio AZ31 produzidas por soldagem pontual por fricção (FSpW).

Lakshminarayanan e colaboradores [108] utilizaram a metodologia Taguchi para determinar os parâmetros de soldagem por fricção linear ('Friction Stir Welding - FSW') que resultaram em juntas da liga de alumínio RDE-40 com maiores resistências à tração. Além disso, os mesmos pesquisadores utilizaram o método para determinar a porcentagem de contribuição de cada parâmetro na característica de qualidade avaliada (resistência à tração).

2.10 Síntese da revisão bibliográfica

As técnicas atuais para união de materiais híbridos do tipo metal e polímero são de aplicação específica, produzem juntas com desempenho limitado e/ou são poluentes ao meio ambiente. Desta forma, existe grande interesse no desenvolvimento de tecnologias alternativas que produzam juntas com desempenho adequado, com rapidez e que sejam ambientalmente sustentáveis [5].

No presente estudo juntas da liga de alumínio 6181-T4 e o compósito termoplástico de PPS foram produzidas utilizando a técnica de união pontual por fricção. A técnica utiliza como fonte de calor a fricção da ferramenta sobre o alumínio, resultando na fusão/plastificação do polímero localizado na interface que induz forças adesivas, mantendo as placas unidas. Ao mesmo tempo, também são geradas forças resultantes do travamento mecânico entre as placas do metal e compósito devido a característica geométrica da junta conhecida como cerne metálico ou 'nub'. O 'nub' é formado devido ao aumento da formabilidade do alumínio com o aumento da temperatura, produzindo uma endentação do alumínio no compósito durante a penetração da ferramenta.

A avaliação das mudanças estruturais provocadas pelo calor e cisalhamento durante o processo de FSpJ é importante para entender e otimizar as propriedades resultantes das juntas híbridas formadas. Durante o processo, um determinado volume de PPS localizado na região interfacial das juntas é fundido e posteriormente resfriado provocando alteração no grau de cristalinidade, nível de relaxação das cadeias poliméricas, morfologia cristalina e outras características estruturais do PPS, resultando em mudanças nas propriedades físicas do material como resistência à tração, microdureza e outras.

Assim como no polímero, o metal que forma a junta híbrida também sofrerá mudanças microestruturais devido às altas taxas de cisalhamento e temperaturas envolvidas no processo, resultando em alterações das propriedades deste.

O presente estudo estendeu a utilização dos mecanismos de união de juntas coladas para as juntas produzidas por FSpJ. O desempenho mecânico das juntas híbridas produzidas por FSpJ dependem de dois principais mecanismos de união baseados no(a): (1) travamento mecânico e (2) teoria de adsorção (molhamento). Outros mecanismos dependentes da interdifusão de materiais e teoria eletrostática possuem pouca ou nenhuma contribuição no desempenho mecânico das juntas híbridas. O molhamento de superfícies sólidas é extremamente sensível à morfologia (rugosidade) e química da superfície. Desta maneira, tratamentos superficiais no alumínio foram realizados de modo a obter maior desempenho mecânico das juntas produzidas. O tratamento superficial aumenta a resistência das juntas alterando a superfície do substrato de diferentes maneiras incluindo o aumento da tensão superficial, da rugosidade superficial, ou modificando a química da superfície.

O estudo combinou o conhecimento das propriedades dos materiais, da ciência de adesão e do controle dos parâmetros de processo para avaliar a influência desses na estrutura e resistência ao cisalhamento das juntas híbridas produzidas por FSpJ.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

Foram utilizadas chapas da liga de alumínio 6181 na condição T4 com diferentes espessuras (1,0; 1,5 e 2,5 mm). A Tabela 3.1 apresenta as espessuras das chapas utilizadas em cada etapa do trabalho e a configuração do corpo de prova utilizado.

Tabela 3.1: Espessura das chapas de alumínio utilizadas no trabalho.

Etapa	Espessura da chapa de alumínio [mm]
1	1,0 e 1,5 (Configuração junta dupla)
2	2,5 (Configuração junta simples)
3	2,5 (Configuração junta simples)

A composição química média para a liga AA6181-T4 utilizada neste trabalho é mostrada na Tabela 3.2.

Tabela 3.2: Composição química nominal da liga 6181-T4.

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Al
0,85	0,25	0,074	0,098	0,78	0,013	0,004	0,004	0,028	Balanço

A Tabela 3.3 apresenta algumas importantes propriedades mecânicas e físicas da liga 6181-T4 [13, 106].

Tabela 3.3: Propriedades mecânicas e físicas da liga de alumínio 6181-T4.

Propriedades Mecânicas e físicas	
Tensão de escoamento – DL*	161 MPa
Resistência à tração – DL*	267 MPa
Alongamento na ruptura	25%
Densidade	2,7 g/cm ³
Dureza Vickers	85 HV
Temperatura <i>Liquidus</i>	645-655 °C

*DL: Direção de laminação

A Figura 3.1 apresenta micrografias ópticas nas direções longitudinal e transversal à direção de laminação da liga 6181-T4. Os grãos se apresentam levemente alongados devido ao processo de laminação.

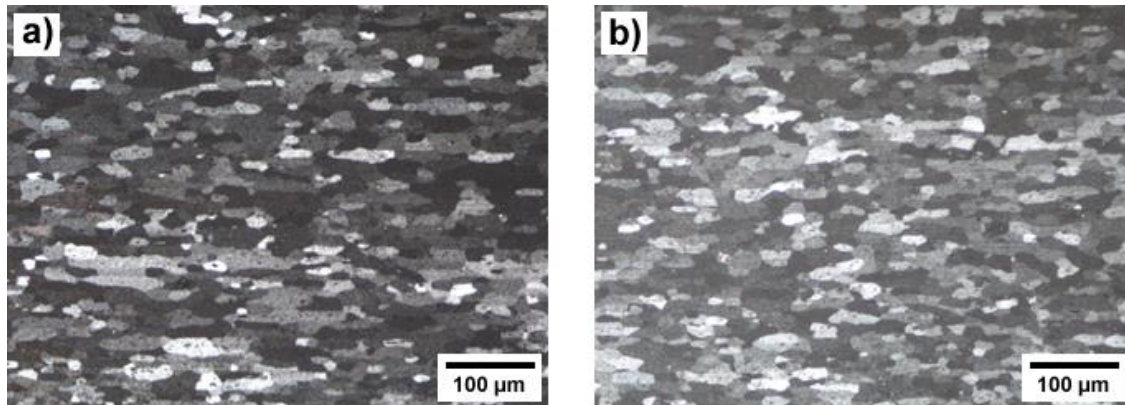


Figura 3.1: Micrografias ópticas da liga AA6181-T4 na condição laminada: (a) direção longitudinal à de laminação e (b) direção transversal à de laminação.

O compósito utilizado foi o laminado de poli(sulfeto de fenileno) reforçado com 43% em massa na forma de tecido de fibra de carbono (CF-PPS), com 2,17 mm de espessura nominal, designado CETEX[®], fornecido pela TenCate Composites [27]. As fibras de carbono estão organizadas na configuração 5H *Satin Weave* conforme apresentado na Figura 3.2. O tipo 5H *Satin* significa que o urdume (fios ao longo do comprimento) passa por quatro tramas (fios ao longo da largura) e as cruzam na quinta. As camadas de tecidos estão na seguinte disposição: $[(0,90)/(\pm 45)]_3/(0,90)$, no qual 0, 45 e 90° indicam os ângulos no qual as camadas dos tecidos (*plies*) estão dispostas na formação do laminado.

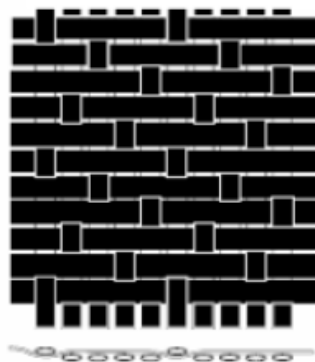


Figura 3.2: Configuração de tecido 5H *Satin Weave* do compósito laminado de poli(sulfeto de fenileno) e fibra de carbono (CF-PPS) [109].

3.2 Planejamento experimental

O estudo foi dividido em três etapas para facilitar o seu entendimento. Na Etapa 1 a janela de processamento para a produção das juntas foi definida através do método OFAT (*one factor at a time*) no qual um único parâmetro é variado por vez enquanto os outros são mantidos fixos. Baseando-se nas macrografias das juntas, três diferentes níveis para cada parâmetro de processo foram selecionados. Ainda nesta etapa foi avaliada, através do planejamento de experimentos Taguchi, a influência individual dos parâmetros de processo na força máxima de cisalhamento das juntas híbridas. Os parâmetros de processo avaliados foram velocidade rotacional (VR), profundidade de penetração (PP), tempo de união (TU) e força de união (FU). Como resultado da Etapa 1 foram definidas duas combinações de parâmetros de processo utilizadas nas Etapas 2 e 3 do estudo: a) alto aporte térmico - AAT (VR: 1600 rpm, TU: 6 s, PP: 0,8 mm e FU: 8,6 kN) e b) baixo aporte térmico - BAT (VR: 1200 rpm, TU: 2 s, PP: 0,8 mm e FU: 8,6 kN).

A Etapa 2 consistiu no estudo da influência da vazão de ar de resfriamento no desempenho mecânico das juntas. A vazão de ar de resfriamento que resultou na maior resistência ao cisalhamento das juntas foi utilizada na Etapa 3 do estudo.

A Etapa 3 consistiu no estudo da influência do tratamento superficial da chapa de alumínio na força máxima de cisalhamento das juntas.

O fluxograma resumido das etapas e as análises envolvidas são apresentados na Figura 3.3. As análises são representadas pelo símbolo da instituição onde foram realizadas.

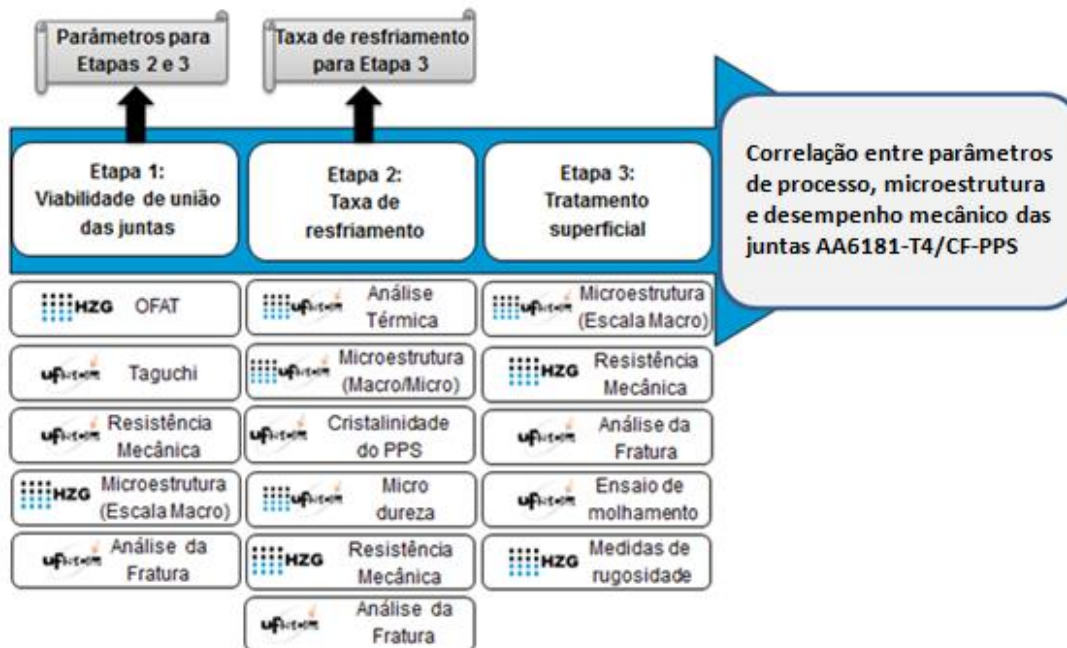


Figura 3.3: Fluxograma do planejamento experimental do trabalho.

3.3 Tratamentos superficiais dos materiais

O tratamento superficial do compósito laminado CF-PPS restringiu-se apenas à limpeza com acetona. Mitschang e colaboradores [80] mostraram que o tratamento superficial do compósito como, por exemplo, abrasão mecânica, pode remover parte da camada superficial de PPS disponível para o processo de união das superfícies, o que poderia provocar a exposição das fibras e diminuição da área de adesão nas juntas. Tal fato também foi reportado por Bueno [83] para as juntas de CF-PPS unidas à liga de magnésio AZ31. Além disso, a fusão do PPS durante a união por FSpJ destruiria qualquer tipo de pré-tratamento superficial, justificando a opção pela não realização deste.

Dessa forma, o tratamento superficial do alumínio foi explorado neste estudo. A Tabela 3.4 resume os tratamentos superficiais utilizados em cada etapa do trabalho. O procedimento padrão adotado no trabalho para o tratamento

superficial das chapas de alumínio foi o de abrasão mecânica utilizando lixa P1200 SiC, seguido por limpeza com acetona. Além deste, foram utilizados os seguintes tratamentos superficiais: limpeza com acetona, decapagem ácida com HNO_3 65%, ranhuramento por usinagem (fresagem), e tratamentos combinados.

Tabela 3.4: Tratamentos superficiais utilizados em cada etapa do trabalho.

Etapa	Tratamento superficial
1	<u>Alumínio</u> : Lixa P1200 SiC e limpeza com acetona <u>Compósito</u> : Limpeza com acetona
2	<u>Alumínio</u> : Lixa P1200 SiC e limpeza com acetona <u>Compósito</u> : Limpeza com acetona
3	<u>Alumínio</u> : Como recebido / Lixa P1200 SiC/ Superfície lisa/ Decapagem ácida / Tratamentos combinados <u>Compósito</u> : Limpeza com acetona

O procedimento padrão foi utilizado nas Etapas 1 e 2 do trabalho e foi escolhido devido a sua facilidade e a não necessidade de reagentes químicos. Na Etapa 3 do trabalho, a influência do tratamento superficial da chapa de alumínio no desempenho das juntas em cisalhamento foi estudada. Nesta etapa, os seguintes tratamentos foram analisados: abrasão mecânica com lixa P1200 SiC, decapagem ácida com HNO_3 65% tempos e ranhuramento por usinagem, além de tratamentos combinados.

A abrasão mecânica com lixa foi realizada visando eliminar a camada natural não uniforme do óxido de Al_2O_3 presente na superfície da chapa de alumínio [110] [111]. O lixamento manual foi realizado em três direções (Figura 3.4) com o objetivo de garantir acabamento superficial uniforme e evitar direções preferenciais.

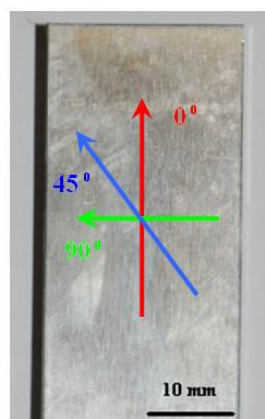


Figura 3.4: Direções de lixamento da chapa de alumínio [112].

O tratamento de decapagem ácida foi realizado imergindo a área de união da chapa de alumínio em um béquer com HNO_3 65% e, após o tempo de tratamento (15, 20 ou 25 minutos), estas foram removidas e limpas com água destilada. O tempo otimizado de tratamento foi definido através do ensaio de cisalhamento sob tração das juntas híbridas, no qual foi selecionada a junta com maior resistência ao cisalhamento após o tratamento.

A Tabela 3.5 apresenta os tratamentos superficiais realizados no alumínio e o que se espera de cada um baseando-se na literatura [80].

Tabela 3.5: Tratamentos superficiais utilizados.

Tratamentos Superficiais	O que é esperado
Limpeza com acetona	Remoção dos contaminantes presentes na superfície do alumínio
Abrasão superficial com lixa P1200	Modificação da estrutura superficial do alumínio: Rugosidade e eliminação da camada natural de óxido Al_2O_3 formada
Decapagem com HNO_3 65%	Modificação química superficial do alumínio e eliminação da camada natural de óxido Al_2O_3 formada
Ranhuramento por usinagem	Modificação do perfil superficial da chapa de alumínio
Tratamentos combinados	Avaliação da combinação dos tratamentos na resistência ao cisalhamento das juntas

3.4 União Pontual por Fricção (FSpJ)

3.4.1 Procedimento experimental

As juntas híbridas AA6181-T4/CF-PPS foram produzidas na HZG utilizando um equipamento em escala de laboratório (RPS 100, Harms & Wende). A ferramenta foi produzida em aço UHB Marax ESR (Grade 1.6358). A Figura 3.5-A apresenta uma fotografia do equipamento FSpJ. A Figura 3.5-B apresenta fotografias das ferramentas com suas respectivas dimensões e na Figura 3.5-C é mostrado um desenho esquemático da ferramenta, no qual é possível observar os detalhes da sua geometria. A camisa possui rosca inversa com a função de facilitar o fluxo de material e diminuir a remoção por transporte do material metálico plastificado. O pino possui ranhuras para facilitar o seu deslizamento com a camisa.



Figura 3.5: A) Equipamento FSpJ; B) Geometria das ferramentas; C) Detalhes das ferramentas de FSpJ. Adaptado de [46] [10]

Os materiais, fornecidos na forma de chapas, foram cortados em amostras com 100 mm de comprimento e 25,4 mm de largura para obtenção dos corpos de prova utilizados no ensaio de cisalhamento sob tração.

A placa de alumínio foi sobreposta ao compósito laminado CF-PPS e fixada usando porta-amostra especialmente projetado para este fim (Figura 3.6). O porta-amostra tem a função de garantir o contato íntimo entre as superfícies das placas e prevenir o descolamento da junta durante o resfriamento devido ao

encolhimento diferencial dos materiais. As amostras foram removidas 3 minutos após o fim do processo de união. Este tempo foi suficiente para o resfriamento das juntas até temperaturas abaixo da temperatura de transição vítrea (T_g) do PPS.

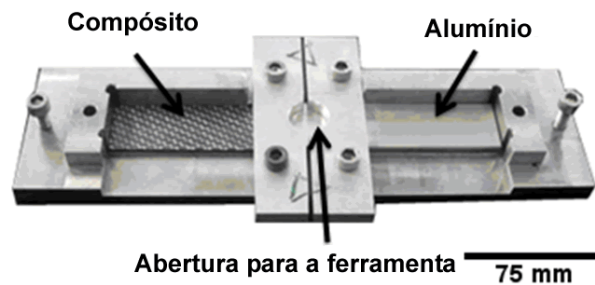


Figura 3.6: Porta-amostra utilizado para a preparação das juntas híbridas AA6184-T4/CF-PPS por FSpJ. Adaptado de [112].

O resfriamento do conjunto ferramenta – junta foi realizado através da cabeça de resfriamento conforme apresentado na Figura 3.7, no qual em a-1 é realizado o fornecimento do ar comprimido e em a-2 é realizada a exaustão do ar. Na Figura 3.7-b é mostrado em 3 os pontos de exaustão de ar responsáveis pelo resfriamento da junta.

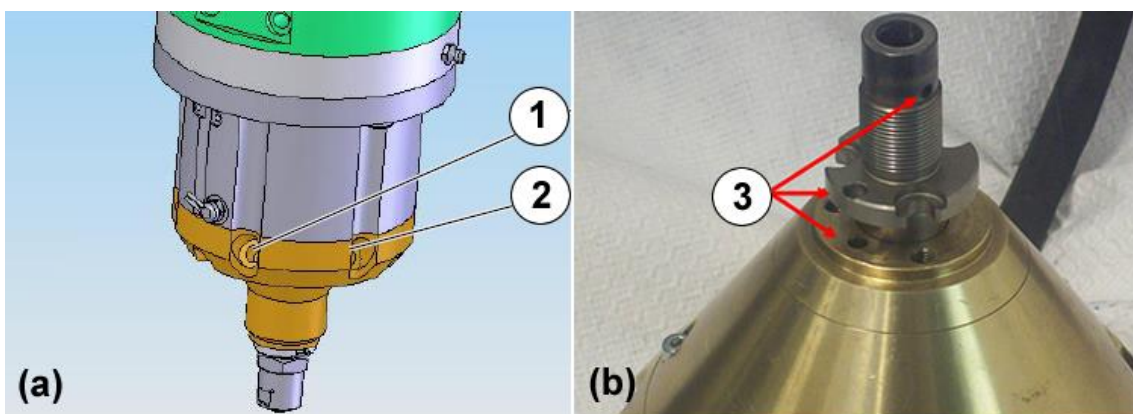


Figura 3.7: (a) Cabeça de resfriamento. 1- Entrada de ar e 2- Exaustão de ar. (b) 3 - Pontos de exaustão de ar responsáveis pelo resfriamento da junta. Adaptado de [113].

3.4.2 Parâmetros de processo

O estudo para identificar a janela de parâmetros FSpJ para a fabricação das juntas híbridas AA6181-T4/CF-PPS foi realizado utilizando a análise estatística de variância um fator por vez (*'one-factor-at-a-time approach'*, OFAT), no qual um único parâmetro é variado por vez enquanto os outros são mantidos fixos. As variáveis de resposta selecionadas foram: a ocorrência de defeitos volumétricos (bolhas, poros), deformação excessiva da chapa metálica (empenamento), formação excessiva de rebarba de material polimérico expelido nas extremidades das chapas de alumínio e compósito na região de união, desalinhamento do tecido de fibra de carbono do compósito e acoplamento mecânico das chapas.

Baseado no estudo preliminar, foi definido o intervalo de parâmetros de FSpJ para a fabricação das juntas híbridas AA6181-T4/CF-PPS (Tabela 3.6).

Tabela 3.6: Parâmetros de FSpJ selecionados para a fabricação das juntas híbridas AA6181-T4/CF-PPS na Etapa 1 do estudo.

Parâmetros	Níveis
Velocidade rotacional, VR [rpm]	1200 / 1400 / 1600
Profundidade de penetração, PP [mm]	0,75 / 1,00 / 1,15
Tempo de união, TU [s]	2 / 4 / 6
Força de união, FU [kN]	6,8 / 7,5 / 8,3

Para compreender o comportamento mecânico e estrutural das juntas em condições diferentes de geração de calor, duas combinações foram selecionadas, de acordo com o aporte térmico, para serem utilizadas nas etapas posteriores do trabalho (Etapas 2 e 3) como mostrado na Tabela 3.7.

Tabela 3.7: Parâmetros de soldagem utilizados nas Etapas 2 e 3.

Combinação	Parâmetros
Baixo aporte térmico (BAT)	1200 rpm / 2 s / 0,8 mm / 8,6 kN
Alto aporte térmico (AAT)	1600 rpm / 6 s / 0,8 mm / 8,6 kN

3.5 Medidas de rugosidade superficial

A rugosidade média R_a da superfície do alumínio foi medida utilizando o rugosímetro por contato (Hommer test T1000, HZG) em três direções em cada amostra: 0, 45 e 90° em relação a direção de laminação da chapa de alumínio. O percurso de medida (l_m) foi de 15 mm e a velocidade de varredura de 1 mm/s.

3.6 Medidas de temperatura

A temperatura do processo foi monitorada usando três termopares tipo K (Cr-Ni) com 0,5 mm de diâmetro, que foram posicionados nas amostras conforme representado esquematicamente na Figura 3.8.

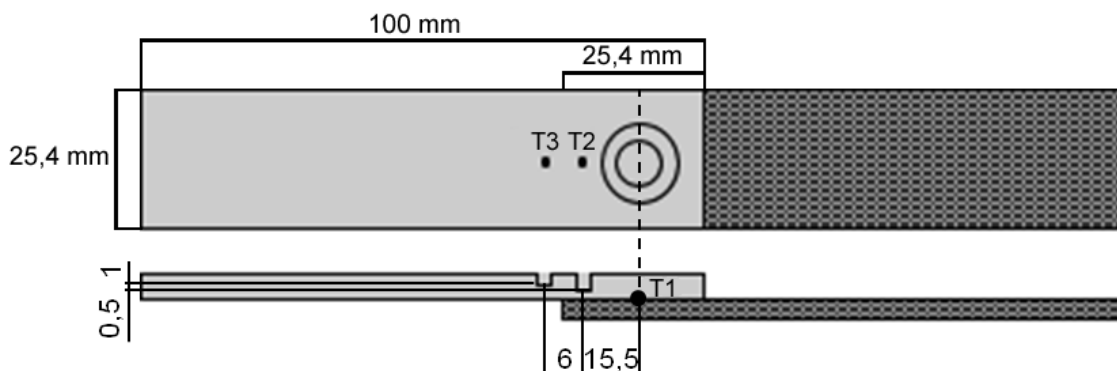


Figura 3.8: Representação esquemática do posicionamento dos termopares nas amostras (alumínio sobre compósito CF-PPS) para medidas de temperatura durante a FSpJ.

A temperatura do processo também foi monitorada no intervalo de 150 a 700°C utilizando uma termocâmara de infravermelho (VarioTHERM camera, Jenoptik) com resolução de 256 x 256 pixels em 50 Hz. A montagem do equipamento é mostrada na Figura 3.9. A temperatura foi medida pontualmente com intuito de identificar a região com a maior temperatura de processo.

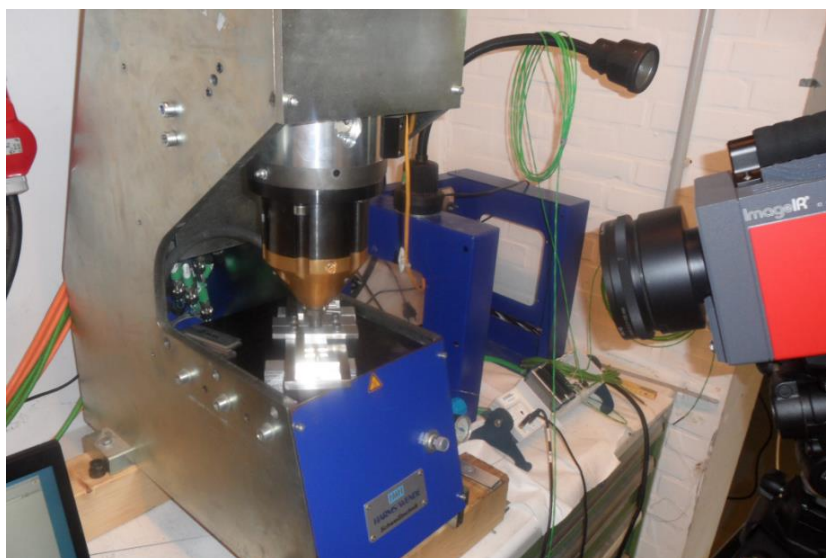


Figura 3.9: Montagem da câmara de infravermelho durante medição de temperatura do processo.

3.7 Ensaio mecânico de cisalhamento sob tração

A avaliação do desempenho mecânico das juntas foi realizada através de ensaio mecânico de cisalhamento sob tração utilizando corpos de prova na configuração de junta sobreposta simples (*'single lap'*) (ASTM D1002-05) [114] e na configuração de junta sobreposta dupla (*'double lap'*) (ASTM D3528) [115]. As Figura 3.10-A e B mostram, respectivamente, as configurações das juntas sobrepostas simples e duplas utilizadas. A junta sobreposta dupla foi utilizada apenas na etapa 1 do estudo, enquanto que nas etapas restantes a junta sobreposta simples foi utilizada, devido a sua maior facilidade de produção. Uma placa de alumínio com a espessura de 1,5 mm foi utilizada como calço nos ensaios dos corpos de prova na geometria de junta sobreposta dupla. O calço foi utilizado para evitar os movimentos de flexão nas juntas. As garras da máquina universal de ensaios mecânicos foram deslocadas para compensar o desalinhamento na junta sobreposta simples. A área de fixação da garra nas amostras foi de 25,4 x 25,4 mm² (Figura 3.10C).

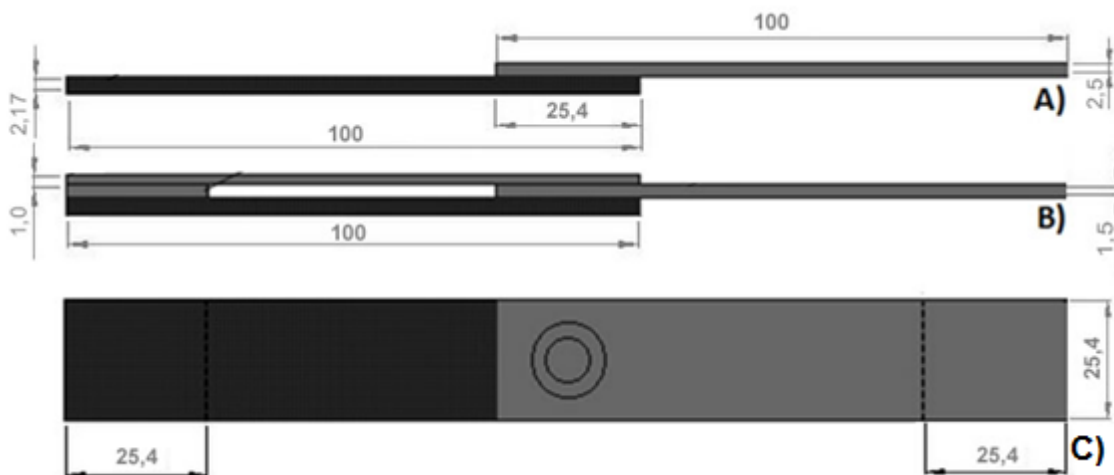


Figura 3.10: Geometria das juntas utilizadas nos ensaios mecânicos de cisalhamento: A) Configuração *single lap*; B) Configuração *double lap*; C) Configuração *single lap* - visão superior.

Os ensaios mecânicos foram realizados em máquina universal de ensaios Zwick-Roell modelo 1478 com velocidade da travessa de 2 mm/min para as juntas na configuração sobreposta simples e de 1,27 mm/min para juntas na configuração sobreposta dupla, a temperatura de 21°C. Ao final do ensaio as superfícies de fratura foram fotografadas para posterior análise. O Apêndice A apresenta todas as curvas força - deslocamento das juntas produzidas nas Etapas 1, 2 e 3 do estudo.

O modo de falha típico observado nas juntas foi a fratura frágil. Desta forma e também devido à dificuldade de medição da área real de união, a resistência mecânica das juntas foi considerada como sendo o valor da força máxima resistida pela junta no ensaio de cisalhamento sob tração, em Newtons. Para cada condição foram ensaiadas cinco réplicas. Os valores de força de cisalhamento média assim como o deslocamento na força máxima, com os respectivos desvios padrões, foram calculados.

3.8 Medidas de microdureza das juntas

As zonas microestruturais das juntas híbridas afetadas pelo calor e fricção durante a FSpJ foram analisadas através do ensaio de microdureza Vickers. Os

dados de microdureza foram utilizados para ajudar na compreensão das mudanças microestruturais em virtude de diferentes condições de processamento das juntas produzidas por FSpJ. Para as medições de microdureza foi utilizado um microdurômetro (ZHV Zwick Roel) seguindo a norma ASTM E384-992e1 [116]. As medições no compósito foram realizadas nas seguintes condições baseando-se na publicação de Calleja [117]: carga de HV0,05 - 50 gf (0,49 N), tempo de endentação de 15 s e distância entre endentações de 0,3 mm. As medições no alumínio foram realizadas nas condições: carga de HV0,5 - 500 gf, tempo de endentação de 10 s e distância entre endentações de 0,3 mm.

3.9 Análise microestrutural das juntas

Microscopia óptica foi utilizada para investigação microestrutural das juntas. A secção transversal de cada junta foi extraída da região central e preparada seguindo procedimentos padrões de metalografia (corte, embutimento, lixamento e polimento) e depois visualizada em um microscópio óptico DM IR (Leica, Alemanha). Microscópio confocal à laser (VK 9700, Keyence, Japão) foi utilizado para observação da interface alumínio-compósito, avaliação da eventual presença de defeitos, e análise da topografia da superfície das chapas de alumínio.

As amostras foram seccionadas utilizando uma serra de baixa velocidade (Isomet, Buehler, Alemanha) com disco de diamante. Durante o corte, utilizou-se uma solução de água e detergente como lubrificante evitando a ocorrência de mudanças microestruturais decorrentes do calor gerado pelo atrito do disco de diamante com a amostra. Após a obtenção da secção transversal da junta, esta foi embutida em resina de cura fria (Epoxicure, Buehler, Alemanha). Com a amostra embutida, esta foi submetida ao lixamento em lixas de SiC (P320 a P4000) e posteriormente ao polimento em uma máquina automática modelo Buehler Phoenix 4000.

Após o lixamento das amostras, estas foram polidas usando OPS neutro formado por partículas de SiO₂ com 0,05 µm em um pano de polimento do tipo

G-touch (Buehler). O processo é realizado na ausência de água corrente. OPS e água destilada são adicionados alternadamente por 10 minutos enquanto a amostra é polida. Nos últimos 1'30" de polimento, a amostra é lavada com água destilada. Os parâmetros da máquina durante o polimento foram: 200 rpm (co-rotação), 7 lbs/amostra, durante 10 minutos.

Após o polimento as amostras foram atacadas com processo eletrolítico utilizando solução Barker (1,8% de ácido fluorbórico em H₂O). O ataque com reagente Barker foi utilizado para a revelação de grãos no alumínio. As micrografias foram obtidas através do microscópio óptico com luz polarizada.

3.10 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

As análises de calorimetria exploratória diferencial (DSC) foram realizadas em um equipamento da TA Instruments, modelo Q100. A técnica foi utilizada para determinação das temperaturas de fusão (T_m), transição vítrea (T_g) e cristalização (T_c), além do grau de cristalinidade do PPS na região de união (equação 2.1), em função das condições de processamento FSpJ utilizadas.

As amostras foram extraídas com auxílio de uma ferramenta de corte, do filme de PPS formado na interface alumínio-compósito polimérico durante o processo de FSpJ, conforme indicado na Figura 3.11. Tomou-se cuidado para não remover material do volume não afetado do compósito. As amostras retiradas foram pesadas com massa entre 5 a 10 mg, encapsuladas em cadinhos de alumínio, e aquecidas no DSC de 25°C até 320 °C à taxa de 20 °C/min, segundo a norma AITM 1.0027 [118], utilizada na indústria aeronáutica e indicada pelo fornecedor da matéria-prima [26]. As análises foram realizadas com fluxo constante de nitrogênio de 20 mL/min. Também foram avaliadas amostras do material de base do compósito laminado CF-PPS para efeito de comparação com os resultados das juntas.

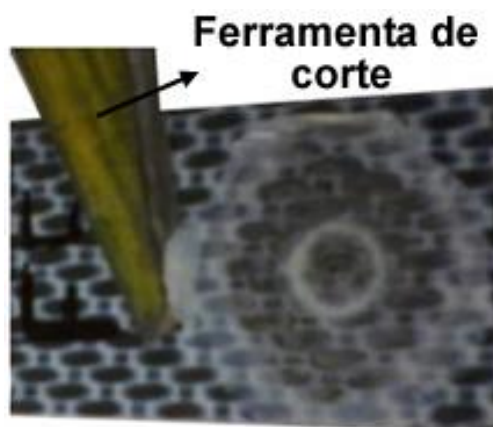


Figura 3.11: Extração do filme de PPS formado na interface da junta durante o processo FSpJ para análise via DSC.

3.11 Ensaio de molhamento por ângulo de contato

O ensaio de ângulo de contato foi realizado para avaliação da molhabilidade do PPS fundido na chapa de alumínio e assim estimar o efeito do tratamento superficial aplicado. Utilizou-se um goniômetro modelo DSHAT HTM Reetz GmbH marca Kruss que permite a variação de temperatura do ensaio. As amostras de alumínio avaliadas foram: condição de recebimento (limpeza com acetona), abrasão mecânica com lixa P1200, decapagem ácida com HNO_3 por 30 min e tratamento combinado de abrasão mecânica e decapagem ácida. O método utilizado para medida do ângulo de contato foi o tangente. O método tangente é o mais utilizado para medição do ângulo de contato. Esse consiste na observação direta do perfil da gota sobre a superfície sólida analisada. O ângulo de contato é obtido medindo o ângulo formado entre a reta tangente ao perfil da gota e a superfície sólida no ponto de contato entre eles [119]. O método foi escolhido, pois permitiu a medição de ângulos de contato na faixa de 10° a 180° , possibilitou a medição dinâmica do ângulo de contato, além de não haver necessidade da presença de simetria da gota formada. Para avaliação do molhamento foi utilizado grânulos de PPS (Fortron 0317C1 Natural, Ticona) com características similares ao PPS do compósito laminado CF-PPS utilizado neste trabalho. O grânulo foi colocado sobre a superfície metálica e o sistema foi aquecido a taxa de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ até a temperatura de 320°C , que foi mantida

durante 15 minutos. O ângulo de contato foi medido dinamicamente a cada 15 segundos. O ângulo de contato de molhamento do PPS fundido na superfície metálica foi calculado a partir da média dos ângulos formados após a estabilização da gota (total fusão do polímero). A Figura 3.12 mostra o esquema da medição do ângulo de contato pelo método de tangente.

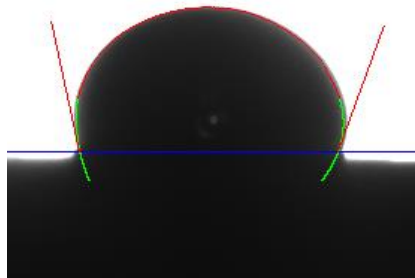


Figura 3.12: Exemplo de medida da molhabilidade por ângulo de contato do PPS em superfície de alumínio pelo método tangente.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Estudo da união de alumínio 6181-T4 com o compósito CF-PPS

4.1.1 Estudo da janela de processo da junta AA6181-T4/CF-PPS

A seleção preliminar dos parâmetros de união foi realizada utilizando a metodologia 'one-factor-at-a-time' (OFAT), onde foi determinada a janela de processamento para produção das juntas (Etapa 1). A Tabela 4.1 apresenta as combinações de parâmetros utilizadas nesta etapa do estudo.

Tabela 4.1: Combinações de parâmetros FSpJ utilizadas no estudo de união das juntas sobrepostas duplas AA6181-T4/CF-PPS utilizando a metodologia OFAT (Etapa 1).

Parâmetro	VR [rpm]	PP [mm]	TU [s]	FU [kN]
Velocidade rotacional (VR)	1000	0,75	4	6,8
	1200	0,75	4	6,8
	1400	0,75	4	6,8
	1600	0,75	4	6,8
	1800	0,75	4	6,8
Profundidade de penetração (PP)	1200	0,75	4	6,8
	1200	1	4	6,8
	1200	1,15	4	6,8
	1200	1,25	4	6,8
Tempo de união (TU)	1200	0,75	2	6,8
	1200	0,75	3	6,8
	1200	0,75	4	6,8
	1200	0,75	5	6,8
	1200	0,75	6	6,8
Força de união (FU)	1200	0,75	4	6,8
	1200	0,75	4	7,5
	1200	0,75	4	8,3

Os parâmetros do processo FSpJ foram analisados individualmente e, para cada parâmetro, foram selecionados três valores, baseando-se nas microestruturas das juntas formadas. Estas combinações de parâmetros foram utilizadas nas etapas posteriores.

a) Velocidade rotacional e tempo de união:

Os níveis de velocidade rotacional foram selecionados baseando-se na qualidade das juntas cujo aporte térmico fosse suficiente para formar uma camada de PPS fundido na interface da junta sem a ocorrência de rebarbas nas extremidades e sem excessiva deformação da chapa de alumínio e do compósito CF-PPS.

A Figura 4.1 apresenta o acabamento superficial (esquerda) e a micrografia da seção transversal central (direita) das juntas AA6181-T4/CF-PPS mostrando a influência da velocidade rotacional. Os níveis estudados para a velocidade rotacional (VR) foram: 1000 (Figura 4.1-a), 1200 (Figura 4.1-b), 1400 (Figura 4.1-c), 1600 (Figura 4.1-d) e 1800 rpm (Figura 4.1-e). Os demais parâmetros foram mantidos constantes (PP: 0,75 mm; TU: 4 s e FU: 6,8 kN). As amostras avaliadas apresentaram acabamento superficial similar, com exceção da amostra produzida com velocidade rotacional de 1800 rpm (Figura 4.1-e) que apresentou maior deformação plástica da sua superfície. Na velocidade rotacional de 1800 rpm também foi verificada a expulsão de parte do polímero fundido para as extremidades da junta formando rebarba. Além disso, também foi observado o desalinhamento das camadas do compósito (setas azuis, Figura 4.1-e) e deformação excessiva da chapa de alumínio (setas brancas, Figura 4.1-e). Sendo assim, os níveis de velocidade rotacional selecionados foram 1200, 1400 e 1600 rpm.

Os níveis para o parâmetro tempo de união foram selecionados baseando-se nos mesmos critérios adotados para a velocidade rotacional, uma vez que a influência no aporte térmico é similar. Os tempos de união selecionados foram de 2, 4 e 6 segundos. A partir do TU de 6 s foi verificada a deformação excessiva da chapa de alumínio e expulsão do polímero fundido através das laterais da junta. Sendo assim, tempos superiores a 6 segundos não foram testados.

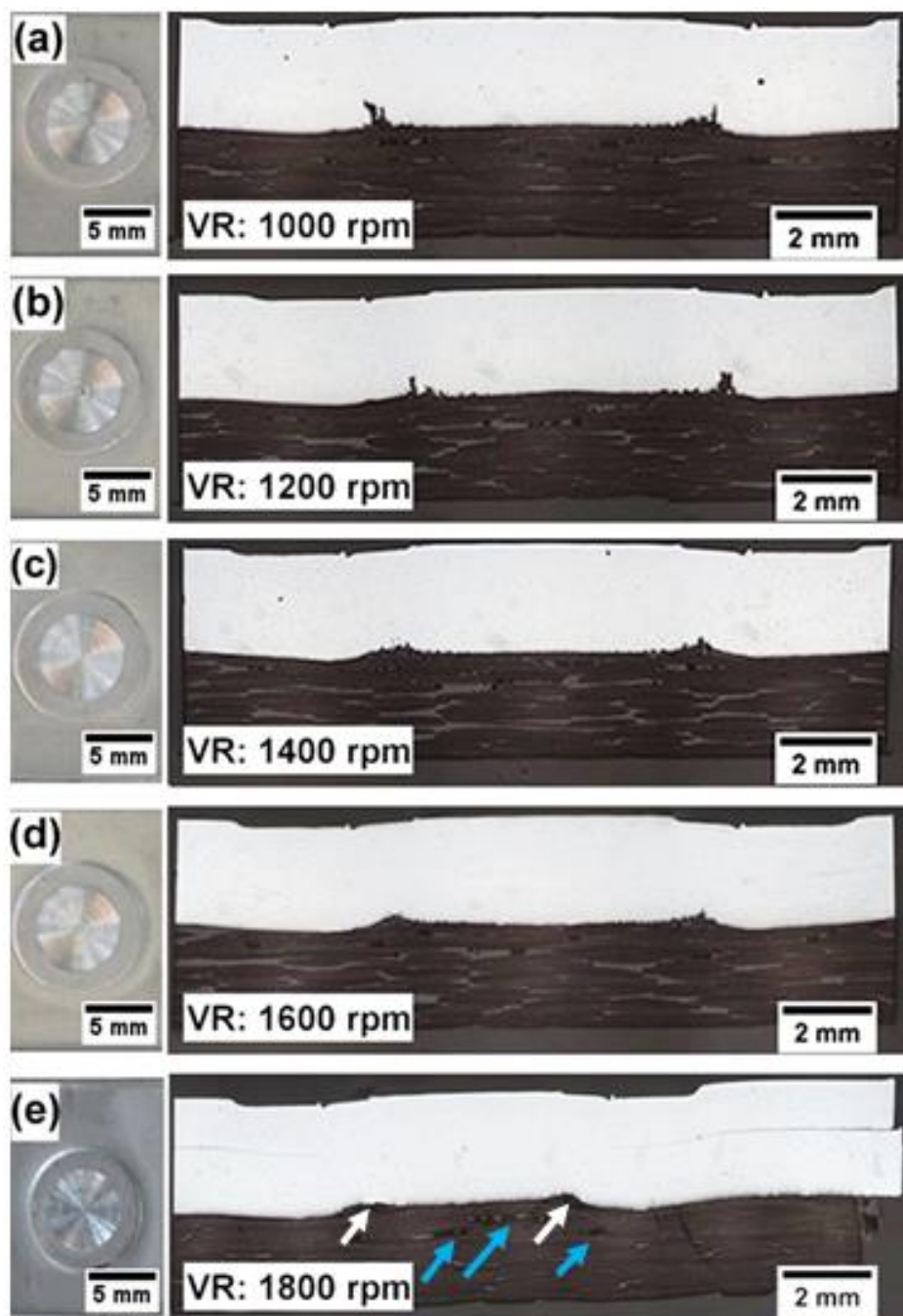


Figura 4.1: Acabamento superficial (esquerda) e secção transversal (direita) das juntas sobrepostas duplas AA6181-T4 / CF-PPS preparadas na condição TU: 4 s; PP: 0,75 mm e FU: 2,5 kN mostrando a influência da velocidade rotacional (VR): A) VR: 1000 rpm, B) VR: 1200 rpm, C) VR: 1400 rpm, D) VR: 1600 rpm e E) VR: 1800 rpm.

b) Profundidade de penetração:

A Figura 4.2 apresenta o acabamento superficial (esquerda) e a micrografia da seção transversal (direita) das juntas AA6181-T4/CF-PPS mostrando a influência da profundidade de penetração da ferramenta. Foram analisados quatro níveis de profundidade de penetração da ferramenta: 0,75 mm (Figura 4.2-a); 1,00 mm (Figura 4.2-b); 1,15 mm; (Figura 4.2-c) e 1,25 mm (Figura 4.2-d). Os demais parâmetros foram fixados (VR: 1200 rpm, TU: 4 s e FU: 6,8 kN). Na profundidade de penetração de 1,25 mm houve a ruptura da região central da placa de alumínio durante a remoção da ferramenta. Este fenômeno foi nomeado como *broken stir zone (bsz)*, em português, “ruptura da zona de mistura”.

A Figura 4.3 mostra esquematicamente as etapas da ocorrência da ruptura da zona de mistura (bsz) propostas neste estudo. A fratura da placa de alumínio ocorre durante a penetração da camisa que provoca a redução da resistência relativa do alumínio devido à redução da espessura da parede de alumínio, facilitando a nucleação e propagação de trincas, e levando a ocorrência do defeito. A ocorrência da ruptura da região central da junta também pode estar associada ao aporte térmico resultante da combinação de parâmetros selecionada. Para a mesma combinação de materiais, em níveis inferiores de aporte térmico a bsz ocorre em menores profundidades de penetração da ferramenta. Juntas produzidas em combinação de baixo aporte térmico (VR: 900 rpm e TU: 4 s) apresentaram ruptura em profundidade de penetração de 1 mm. Em baixas combinações de aporte térmico pode ocorrer a formação de trincas que são concentradores de tensão e podem provocar a ruptura da região central no momento da extração da ferramenta durante o processo de FSpJ, devido à menor formabilidade do alumínio.

Os níveis de profundidade de penetração selecionados foram: 0,75 mm; 1,00 mm e 1,15 mm.

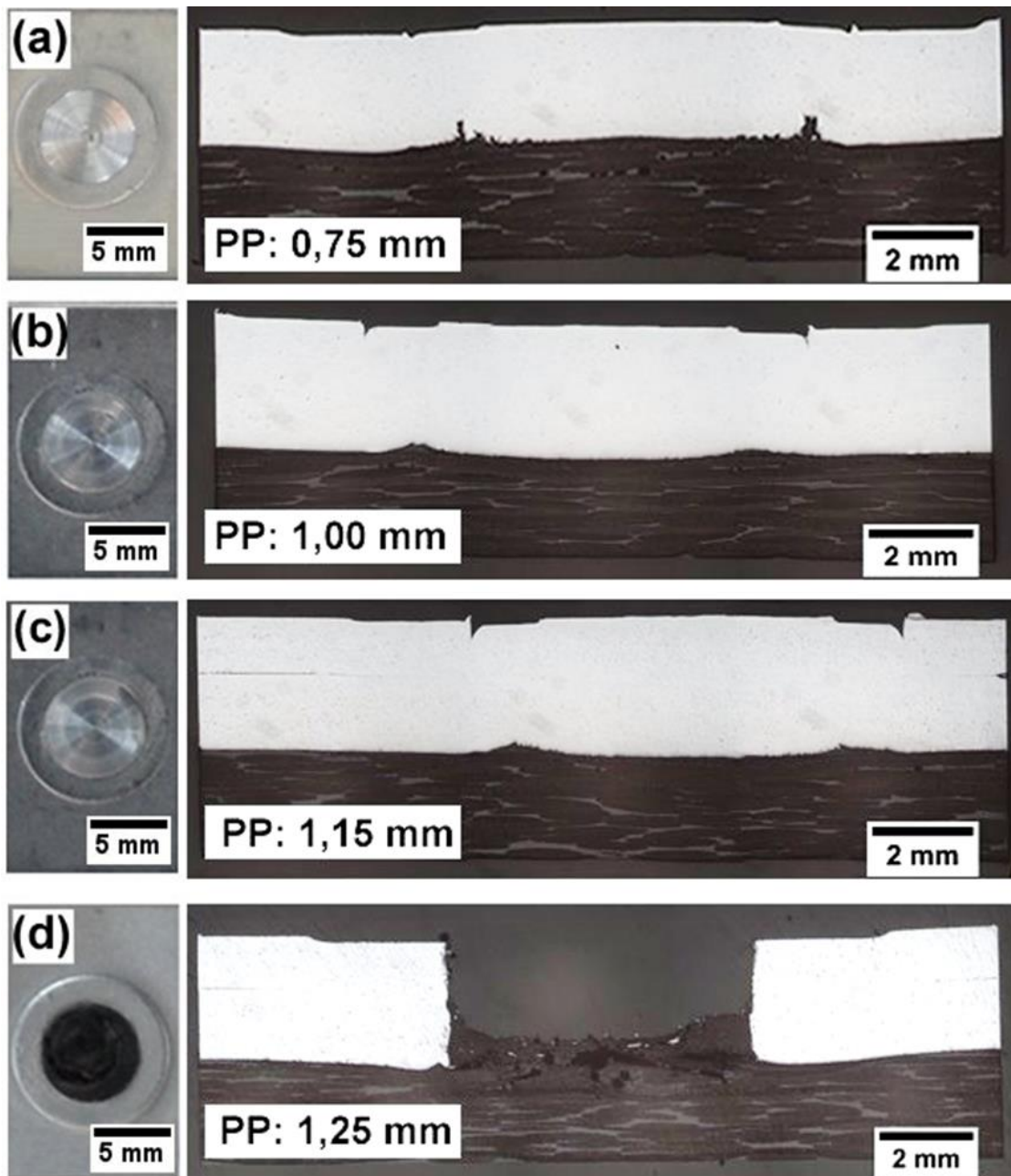


Figura 4.2: Acabamento superficial (esquerda) e macrografia da seção transversal (direita) das juntas sobrepostas duplas AA6181-T4 / CF-PPS preparadas na condição TU: 4 s; VR: 1200 rpm e FU: 2,5 kN mostrando a influência da profundidade de penetração da ferramenta (PP): A) PP: 0,75 mm, B) PP: 1,00 mm, C) PP: 1,15 mm, e D) PP: 1,25 mm.

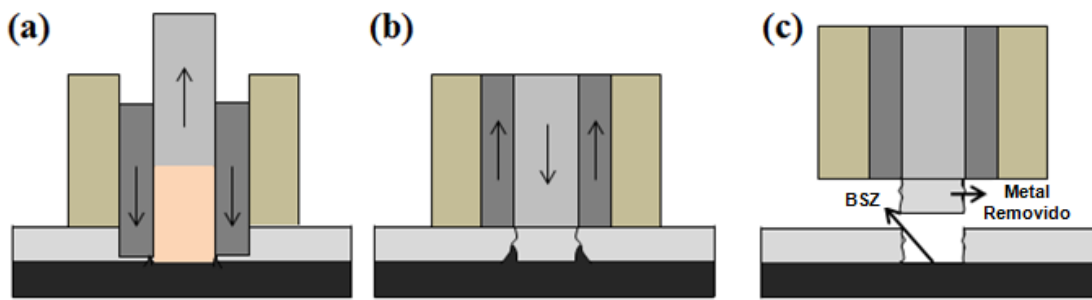


Figura 4.3: Ilustração do fenômeno de ruptura da região de mistura (bsz) de uma junta metal-polímero produzida por FSpJ: (a) a profundidade de penetração máxima é atingida e a trinca se inicia, (b) a trinca se propaga abaixo do pino durante a extração da camisa, (c) a região central da junta sofre ruptura e permanece aderida ao pino. Reproduzido de [120].

c) Força de união:

A Figura 4.4 apresenta o acabamento superficial (esquerda) e micrografia da seção transversal (direita) das juntas AA6181-T4/CF-PPS mostrando a influência da força de união. A força de união é a força que o anel de fixação faz contra as placas durante o processo FSpJ. No equipamento usado, essa serve como um indicativo indireto da força com que a camisa penetra a chapa metálica. Os níveis selecionados para o parâmetro força de união foram de: 6,8 (Figura 4.4-a), 7,5 (Figura 4.4-b) e 8,3 kN (Figura 4.4-c). Os demais parâmetros (VR: 1200 rpm; TU: 4 s e PP: 0,75 mm) foram mantidos constantes. Para o intervalo de forças de união analisadas não foram notadas mudanças significativas no acabamento superficial e na microestrutura das juntas, conforme mostrado nas macrografias da Figura 4.4.

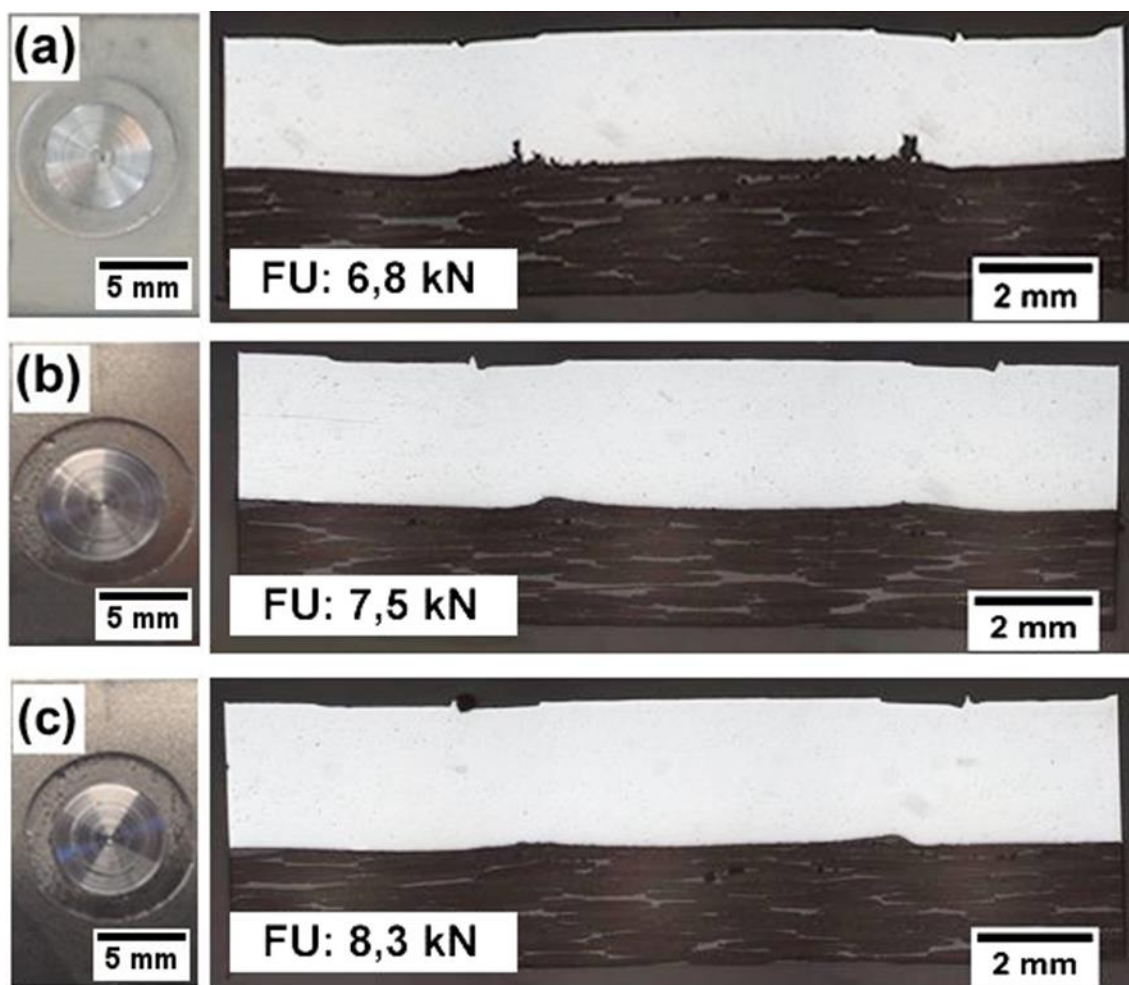


Figura 4.4: Acabamento superficial (esquerda) e macrografia da secção transversal (direita) das juntas sobrepostas duplas AA6181-T4 / CF-PPS preparadas na condição TU: 4 s; VR: 1200 rpm e PP: 0,75 mm mostrando a influência da força de união (FU): A) FU: 6,8 kN, B) FU: 7,5 kN e C) FU: 8,3 kN.

A Tabela 4.2 apresenta os níveis selecionados para cada parâmetro de processo FSpJ analisado através do método OFAT. Os níveis foram selecionados por resultarem em soldas ótimas, sem defeitos volumétricos excessivos, formação de rebarba ou presença de bsz. Os níveis selecionados foram utilizados no planejamento de experimento Taguchi que será apresentado na Seção 4.1.2.

Tabela 4.2: Níveis dos parâmetros selecionados através do método OFAT para utilização no planejamento de experimento Taguchi.

Parâmetro	Níveis selecionados
Velocidade Rotacional (rpm)	1200, 1400 e 1600
Profundidade de Penetração (mm)	1,00 ; 1,15 e 1,25
Tempo de União (s)	2 ; 4 e 6
Força de União (kN)	6,8 ; 7,5 e 8,3

4.1.2 Influência dos parâmetros do processo FSpJ na força máxima de cisalhamento sob tração das juntas AA6181-T4/CF-PPS

O estudo da influência dos parâmetros do processo FSpJ na resistência ao cisalhamento sob tração das juntas foi realizado utilizando o planejamento de experimentos Taguchi com matriz ortogonal L9 que é constituída por quatro colunas e nove linhas que resultam em nove combinações de parâmetros. A utilização da matriz Taguchi possibilita a redução de 81 combinações (3^4) para apenas 9, porém, algumas interações secundárias, terciárias e quaternárias entre parâmetros não podem ser avaliadas. A Tabela 4.3 apresenta a matriz ortogonal com as combinações dos parâmetros de processo e os respectivos valores médios e desvios padrões da força máxima de cisalhamento sob tração e deslocamento na força máxima das juntas AA6181-T4/CF-PPS e a razão sinal-ruído (S/R). A razão S/R indica o quanto a resposta (sinal) desvia em relação ao valor desejado em função das variáveis externas do processo (ruído). A razão S/R foi avaliada utilizando o critério "quanto maior melhor" já que o objetivo foi de maximizar o valor da resposta (força máxima de cisalhamento). Quanto maior a razão S/R, maior será a resposta investigada [121]. O Apêndice C apresenta os valores e gráficos do Taguchi calculados pelo software Minitab.

As juntas apresentaram força máxima de cisalhamento média entre 2107 N (condição 1) e 3523 kN (condição 3) e deslocamento na força máxima entre 0,7 mm (condição 1) e 0,9 mm (condição 3). As condições 1 e 2 apresentaram os menores valores dessas propriedades, o que é resultado do baixo aporte térmico fornecido pelas combinações de parâmetros, conforme será explicado posteriormente. Todas as outras condições (3-9) apresentaram valores similares dessas propriedades. A condição 3 apresentou a maior razão S/R, resultado da

combinação de parâmetros de processo utilizada, que gerou alto aporte térmico e grande penetração da ferramenta.

Tabela 4.3: Valores médios experimentais e desvio padrão da força máxima de cisalhamento sob tração, deslocamento na força máxima e razão S/R para as juntas sobrepostas duplas AA6181-T4/CF-PPS em função dos parâmetros de processo.

Condição	VR (rpm)	PP (mm)	TU (s)	FU (kN)	Força máxima de cisalhamento(N)	Deslocamento na força máxima (mm)	Razão S/R (dB)
1	1200	0,75	2	6,8	2107 ± 470	0,66 ± 0,06	65,85
2	1200	1	4	7,5	2480 ± 286	0,69 ± 0,09	67,75
3	1200	1,15	6	8,3	3523 ± 527	0,89 ± 0,09	70,69
4	1400	0,75	4	8,3	3241 ± 662	0,85 ± 0,11	69,68
5	1400	1	6	6,8	3460 ± 381	0,87 ± 0,08	70,65
6	1400	1,15	2	7,5	3254 ± 485	0,87 ± 0,10	69,97
7	1600	0,75	6	7,5	3153 ± 282	0,80 ± 0,05	69,88
8	1600	1	2	8,3	3112 ± 523	0,82 ± 0,16	69,47
9	1600	1,15	4	6,8	3248 ± 722	0,86 ± 0,17	69,63

Baseado-se nas similaridades do processo FSpJ com outros processos de soldagem por fricção como *Friction Stir Spot Welding*, é possível estender a aplicação da equação simplificada para a geração de calor [122]:

$$Q = \sum_{n=1}^{n=N} M(n) \cdot \omega(n) \cdot \Delta t \quad (4.1) .$$

Na Equação 4.1, M é o torque da máquina [N.m], ω é a velocidade rotacional [rad/s], Δt é o tempo de união [s] e n é o número do experimento.

Segundo a Equação 4.1, os parâmetros de processo velocidade rotacional e tempo de união possuem papéis de grande importância na geração de calor na junta durante o processamento. Maiores valores desses parâmetros resultam em maior aporte térmico gerado, resultando em maior camada de PPS na interface bem como uma maior área de união, e maior formabilidade do alumínio (maior cerne metálico) devido à maior temperatura atingida no processo,

resultando respectivamente, em maiores forças adesivas e travamento mecânico.

As juntas produzidas na condição 3 apresentaram área adesiva formada visivelmente superior, conforme é indicado por flechas brancas na Figura 4.5-a, com relação às juntas unidas na condição 1 (Figura 4.5-b), resultado do maior aporte térmico devido ao maior tempo de união ($TU_{C3} = 6$ s e $TU_{C1} = 2$ s) no qual as juntas da condição 3 foram produzidas. Essa combinação de alto aporte térmico e maior profundidade de penetração da ferramenta ($PP_{C3} = 1,15$ mm e $PP_{C1} = 0,75$ mm) resultou na formação do cerne metálico mais pronunciado nas juntas (setas pretas, Figura 4.5-c), enquanto na condição 1 a presença do cerne é quase inexistente devido a combinação de baixo aporte térmico e profundidade de penetração de apenas 0,75 mm (setas pretas, Figura 4.5-d).

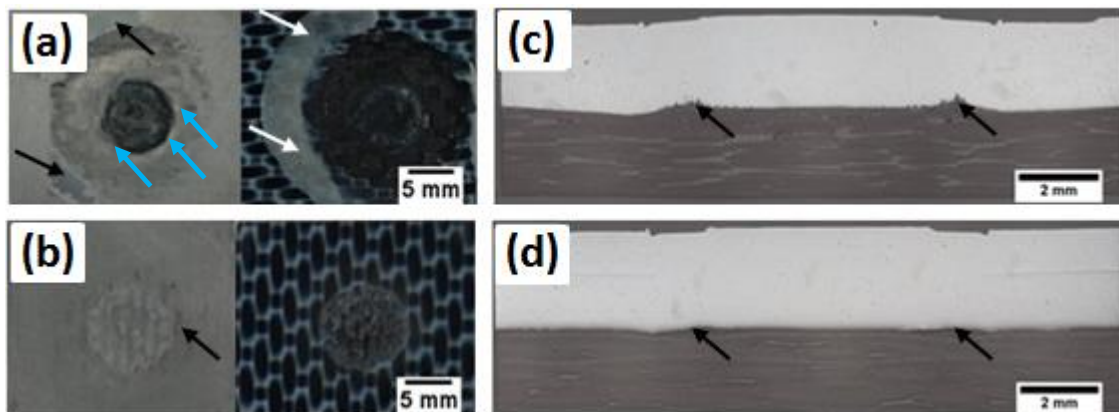


Figura 4.5: Superfície de fratura das juntas depois do ensaio de cisalhamento (esquerda): (a) condição 3; (b) condição 1. Seção transversal das juntas (direita): (c) condição 3; (d) condição 1.

As juntas produzidas na condição 1 (baixo aporte térmico) falharam predominantemente de forma adesiva, enquanto que as juntas produzidas na condição 3 (alto aporte térmico) apresentaram falha predominantemente coesiva. Na falha coesiva, a fratura ocorre através da camada de PPS, onde parte permanece aderida ao compósito e parte ao alumínio. A falha adesiva ocorre por descolamento da camada de PPS formada sobre a chapa metálica indicando baixa ancoragem da camada de PPS consolidada, no alumínio. Na

superfície de fratura da junta produzida na condição 3 foi verificado a presença de fibras de carbono aderidas à superfície de alumínio, que possivelmente foram destacadas durante o ensaio mecânico, conforme indicado pelas setas azuis na Figura 4.5-a. A presença de fibras aprisionadas na rugosidade superficial do alumínio resulta em maior resistência ao cisalhamento das juntas já que funcionam como reforço, como reportado por Goushegir e colaboradores [11]. Esse tipo de comportamento de fratura também foi observado por Amancio e colaboradores em juntas Magnésio AZ31/CF-PPS [9] e também por Manente e colaboradores em juntas AA2024-T3/PPS/CF-PPS produzidas por FSpJ [62].

A matriz ortogonal do planejamento de experimento Taguchi permitiu a avaliação da influência individual de cada parâmetro de processo FSpJ na resistência ao cisalhamento das juntas. Os valores médios da razão S/R foram calculados para cada parâmetro de processo nos níveis 1 (mínimo), 2 (médio) e 3 (máximo) e são listados na Tabela 4.4. A diferença máxima entre as razões S/R nos três níveis testados foi calculada para cada parâmetro de processo conforme é apresentada pela linha “Delta max” na Tabela 4.4. Esta diferença indica quanto a resposta selecionada é sensível à variação do dado parâmetro de processo, permitindo ranquear a importância individual de cada parâmetro de processo na resistência ao cisalhamento das juntas, representada pela razão S/R.

Tabela 4.4: Efeitos principais dos parâmetros de processamento FSpJ na força máxima de cisalhamento das juntas sobrepostas duplas AA6181-T4/CF-PPS em termos da razão S/R

Nível	VR	PP	TU	FU
1	68,1	68,47	68,43	68,71
2	70,1	69,29	69,02	69,2
3	69,66	70,09	70,41	69,94
Delta max	2	1,62	1,98	1,24
Classificação	1	3	2	4

A Figura 4.6 é uma representação gráfica da Tabela 4.4 que mostra os efeitos principais em termos da razão S/R. A linha tracejada indica o valor médio para as razões S/R de todas as condições analisadas, que foi de 69,3 db.

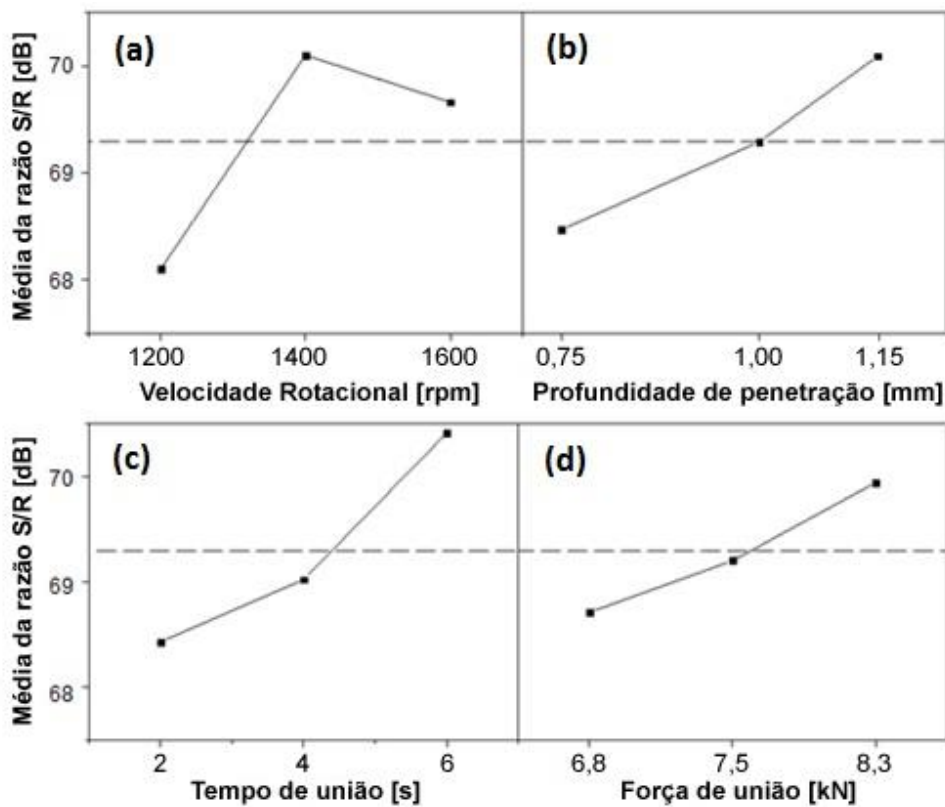


Figura 4.6: Gráficos para os efeitos principais dos parâmetros de processamento FSpJ na resistência ao cisalhamento das juntas sobrepostas duplas AA6181-T4/CF-PPS em termos da razão S/R. Média da razão S/R para o parâmetro: (a) Velocidade rotacional; (b) Profundidade de penetração; (c) Tempo de união e (d) Força de união.

De acordo com o ranqueamento apresentado na Tabela 4.4 e representado graficamente na Figura 4.6, a velocidade rotacional (VR) é o parâmetro que possui maior influência na resistência ao cisalhamento das juntas, seguido pelo tempo de união, profundidade de penetração da ferramenta e força de união. As análises mostram que o controle dos parâmetros de processo responsáveis pelo aporte térmico (velocidade rotacional e tempo de união) é fundamental para garantir níveis adequados de PPS fundido na interface alumínio-compósito resultando em maiores forças de adesão interfacial e, conseqüentemente, maior desempenho mecânico das juntas. O aporte térmico também tem sua importância, juntamente com a profundidade de penetração da ferramenta e força de união, na formação do cerne metálico que é responsável

pelo travamento mecânico das chapas e que também possui papel fundamental na resistência ao cisalhamento das juntas.

A análise de variância (ANOVA) foi realizada com o objetivo de determinar a importância relativa dos parâmetros sobre a resistência ao cisalhamento das juntas. A porcentagem de contribuição P% foi calculada através da razão das somas dos quadrados do fator selecionado dividida pela soma total dos quadrados. A porcentagem de contribuição representa a capacidade de um dado parâmetro de processo em reduzir a variância total da resposta [108]. A Tabela 4.5 lista os resultados da ANOVA para a razão S/R. O erro não foi considerado pelo modelo estatístico neste caso, pois o grau de liberdade do erro é zero. O quadrado médio (QM) foi calculado pela soma dos quadrados (SQ) dividido pelo número de graus de liberdade associado com o parâmetro de processo (GL).

Tabela 4.5: Análise de variância para os efeitos principais dos parâmetros de processo FSpJ na força máxima de cisalhamento das juntas sobrepostas duplas AA6181-T4/CF-PPS em termos da razão S/R.

Fonte	GL	SQ	QM	P%
VR	2	6,65	3,33	34,77
PP	2	3,96	1,98	20,70
TU	2	6,19	3,10	32,37
FU	2	2,32	1,16	12,15
Erro	0	-	-	-
Total	8	19,13	-	100

Os resultados apresentados na Tabela 4.5 estão de acordo com as análises que foram mostradas anteriormente na Tabela 4.4 e a Figura 4.6, ou seja, a velocidade rotacional apresenta a maior porcentagem de contribuição na razão S/R seguidos pelo tempo de união, profundidade de penetração e por último a força de união. A influência individual dos parâmetros de processo na resistência ao cisalhamento e na microestrutura das juntas foi analisada e é apresentada a seguir. Os valores médios da área de adesão e área do cerne foram calculados para cada parâmetro nos níveis 1 (mínimo), 2 (médio) e 3 (máximo) de acordo com a metodologia apresentada no Apêndice B.

a) Velocidade rotacional

No gráfico apresentado na Figura 4.6-a, a força máxima de cisalhamento, representada pela razão S/R, aumenta entre os níveis de VR entre 1200 e 1400 rpm devido ao aumento do aporte térmico, que resulta em maior área adesiva (Figura 4.7-a e b). O mesmo comportamento foi reportado por Goushegir [61] para juntas AA2024-T3/CF-PPS, no qual foi mostrado que a área de adesão e a resistência das juntas aumentam continuamente com o aumento da velocidade rotacional da ferramenta. Entretanto, neste estudo foi observado que a resistência ao cisalhamento das juntas sofre redução para VR superior a 1400 rpm. Este fenômeno é conhecido na literatura como transição adesão/deslizamento, e foi observado em juntas de alumínio soldadas pelo processo Solda Ponto por Fricção ('Friction Stir Spot Welding') [122] [123]. Em determinados níveis de velocidade rotacional, o aumento da temperatura reduz a viscosidade do metal plastificado, que passa a deslizar em volta da ferramenta, reduzindo o torque e, conseqüentemente, a geração de calor. A redução do aporte térmico leva à formação de menores áreas de adesão conforme mostrado na Figura 4.7-c, o que leva à redução do desempenho mecânico das juntas, conforme apresentado nas curvas da Figura 4.8.

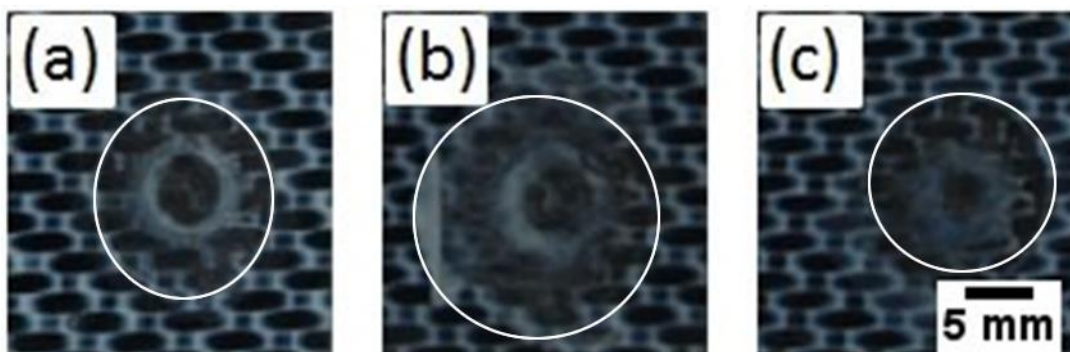


Figura 4.7: Superfícies de fratura do compósito nas juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas por FSpJ mostrando a influência da velocidade rotacional (VR) sobre a área de adesão das juntas. VR: (a) 1200 rpm, (b) 1400 rpm e (c) 1600 rpm.

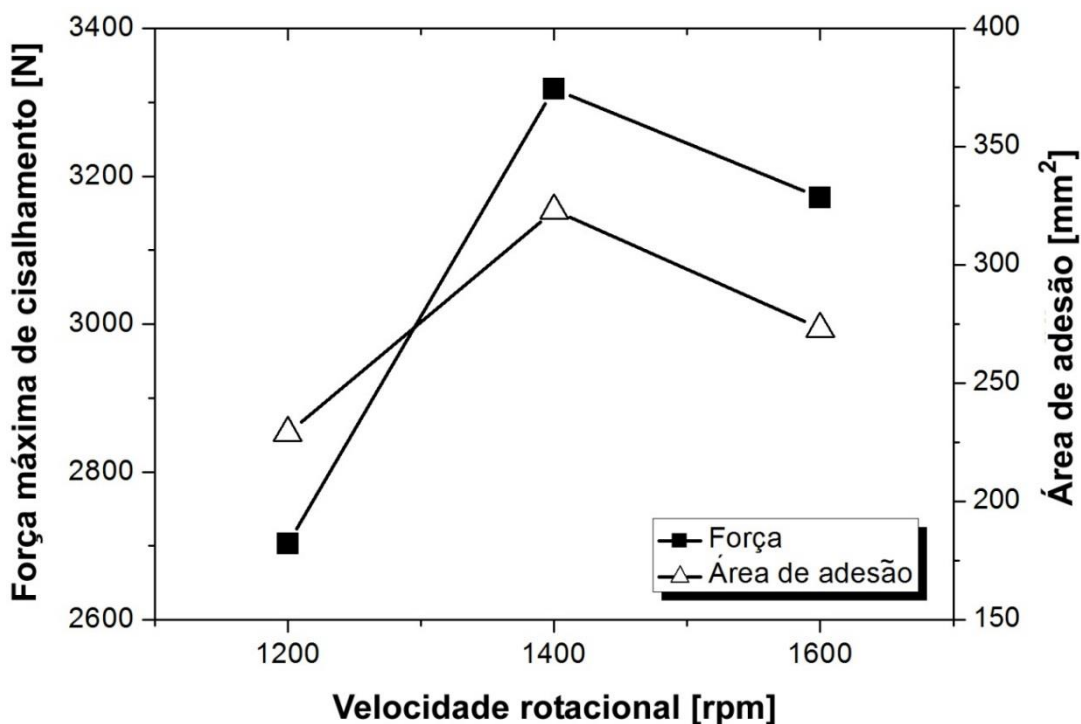


Figura 4.8: Influência da velocidade rotacional na força máxima de cisalhamento e na área de adesão das juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas por FSpJ.

b) Tempo de união

O tempo de união apresenta papel similar ao da velocidade de rotação na geração de calor, conforme indicado pela Equação 4.1. O tempo de união é o segundo parâmetro com maior influência sobre a resistência ao cisalhamento das juntas conforme foi mostrado anteriormente na Tabela 4.4. A força máxima de cisalhamento das juntas, representada pela razão S/R , aumenta com o aumento do tempo de união (Figura 4.6-c). Maiores tempos de união resultam em maior aporte térmico promovendo a formação de uma maior área adesiva de PPS conforme mostrado na Figura 4.9 e, por consequência, maior resistência ao cisalhamento das juntas (Figura 4.10).

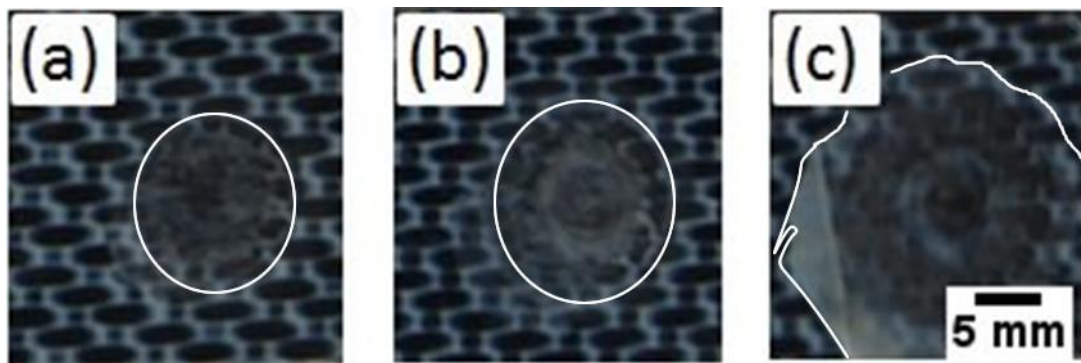


Figura 4.9: Superfícies de fratura do compósito nas juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas por FSpJ mostrando a influência do tempo de união (TU) sobre a área de adesão das juntas. TU: (a) 2 s; (b) 4 s e (c) 6 s.

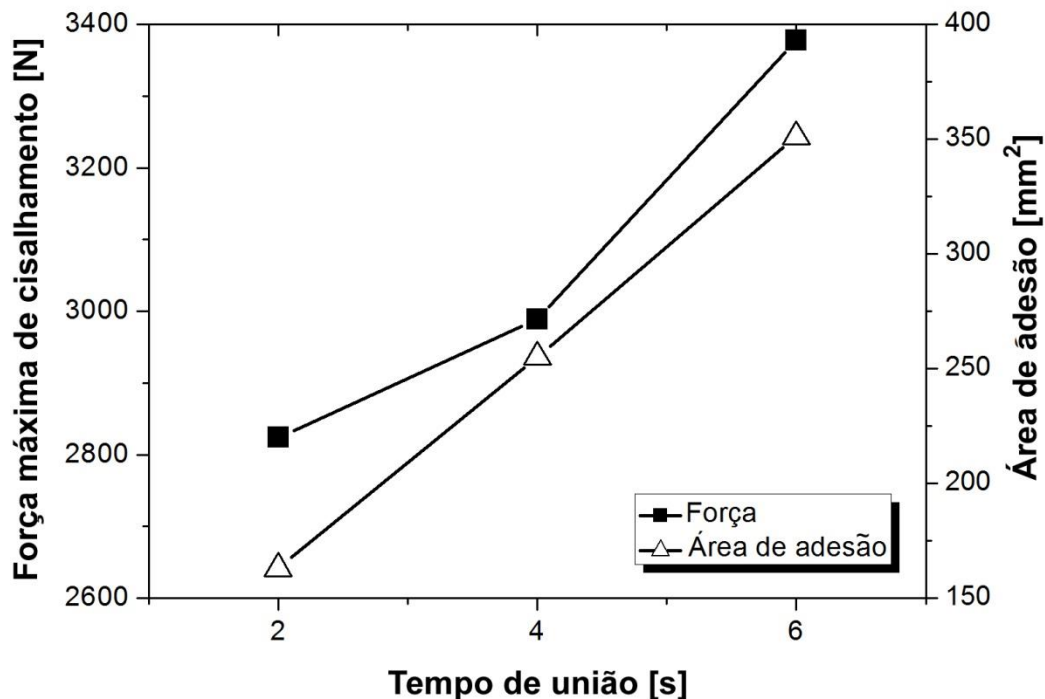


Figura 4.10: Influência do tempo de união (TU) na força máxima de cisalhamento e na área de adesão das juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas por FSpJ.

c) Profundidade de penetração da ferramenta

Conforme apresentado na revisão bibliográfica deste trabalho, a resistência ao cisalhamento de juntas híbridas produzidas por FSpJ é resultado da combinação das forças adesivas, geradas na interface devido à formação do adesivo polimérico, e do travamento mecânico promovido pelo “cerne metálico”.

O aumento do nível de profundidade de penetração da ferramenta, dentro do intervalo analisado neste estudo, resultou no aumento da resistência ao cisalhamento das juntas (Figura 4.6-b e Figura 4.11) como resultado da maior área de travamento mecânico gerado pela formação do cerne metálico, conforme verificado na Figura 4.11 e na Figura 4.12. Nas juntas produzidas com nível de PP superior à 1,0 mm foi verificada a presença de fibras de carbono aderidas ao alumínio na zona de mistura abaixo do cerne metálico (regiões marcadas com setas na Figura 4.12-c) levando ao aumento da resistência ao cisalhamento das juntas, representado pela inclinação mais acentuada da curva entre os níveis de PP de 1,00 mm até 1,15 mm (Figura 4.11). Este comportamento mostra a eficiência das fibras de carbono no aumento da resistência das juntas quando ancoradas no alumínio, assim como foi observado por Goushegir em juntas de AA2024-T3/CF-PPS produzidas por FSpJ [11].

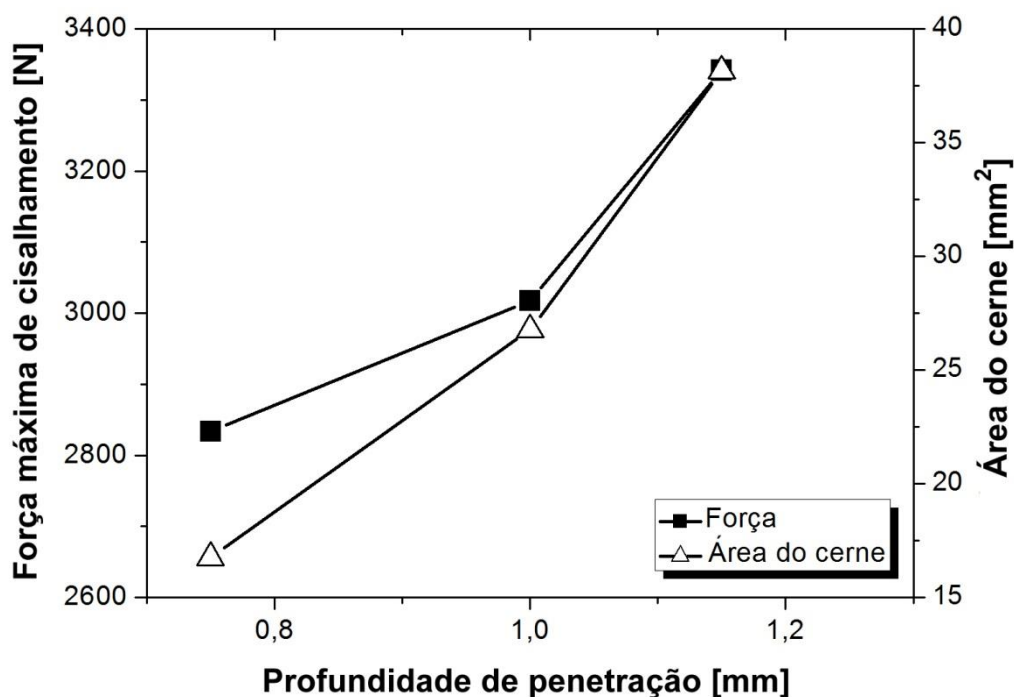


Figura 4.11: Influência da profundidade de penetração (PP) na força máxima de cisalhamento e na área do cerne das juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas por FSpJ.

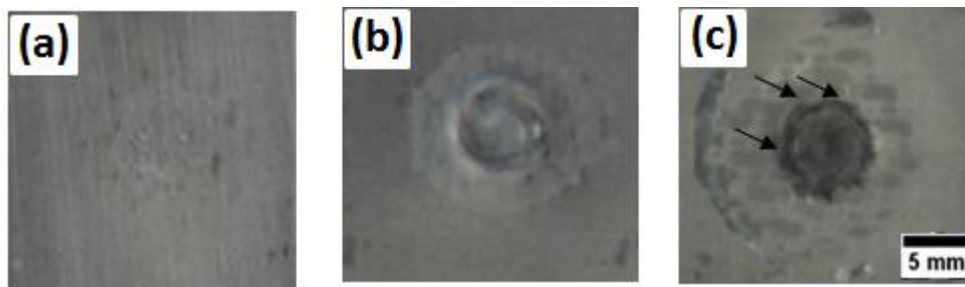


Figura 4.12: Representação das superfícies de fratura do alumínio em juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas por FSpJ mostrando a influência da profundidade de penetração (PP) sobre a área do cerne metálico formada. PP: (a) 0,75 mm; (b) 1,00 mm; (c) 1,15 mm.

A formação do cerne metálico ainda não é bem entendida, contudo, este estudo mostrou que o seu tamanho e a sua forma são influenciados não somente pelo parâmetro profundidade de penetração, como acreditava-se anteriormente [61], mas também pela formabilidade local do metal. Desta maneira, diferentes níveis de aporte térmico resultam na mudança da geometria e profundidade do cerne metálico para juntas produzidas com o mesmo nível de profundidade de penetração da ferramenta. Por exemplo, as juntas produzidas na Condição 1 (Figura 4.13-a) e na Condição 7 (Figura 4.13-b) foram processadas utilizando a mesma profundidade de penetração de 0,75 mm, no entanto, foi observado um cerne metálico mais pronunciado na Condição 7 com maior aporte térmico ($VR_{c7} = 1600$ rpm; $TU_{c7} = 6$ s), enquanto que na Condição 1 ($VR_{c1} = 1200$ rpm; $TU_{c1} = 2$ s) o cerne é quase inexistente. A diferença neste caso está relacionada com o aporte térmico, já que maiores níveis de aporte térmico, relacionados com maiores VR e TU, resultam em maior formabilidade do metal. Desta forma, é esperada maior facilidade na deformação do metal e formação do cerne. Como já discutido anteriormente, a formação do cerne metálico é um dos principais mecanismos de união nas juntas híbridas produzidas por FSpJ resultando em maior resistência ao cisalhamento, conforme mostrado na Figura 4.13-c.

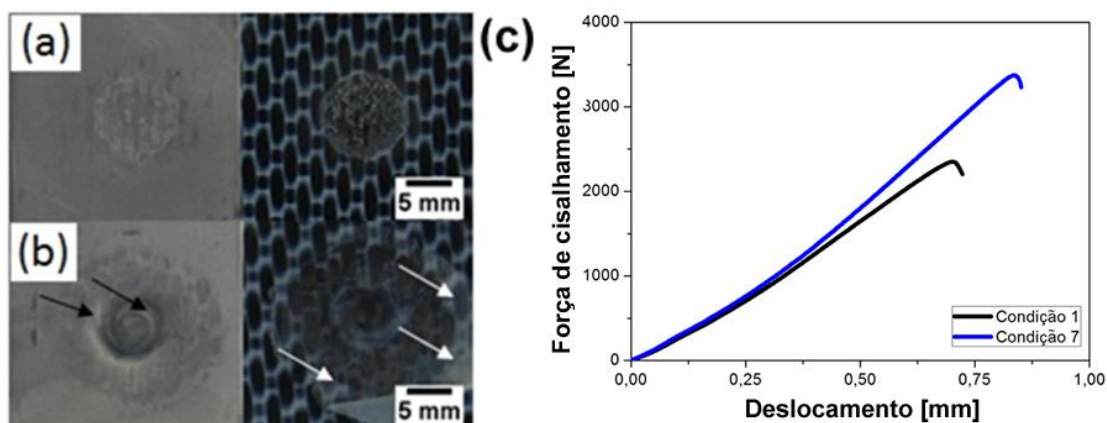


Figura 4.13: Superfícies de fratura das juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas por FSpJ na Condição 1 (a) e na Condição 7 (b). Curvas força-deslocamento nos ensaios de cisalhamento das juntas produzidas nas Condições 1 e 7 (c).

d) Força de união

No intervalo de parâmetros de processamento FSpJ analisados não foi possível verificar influência acentuada da força de união na resistência ao cisalhamento das juntas AA6181-T4/CF-PPS, conforme mostrado na Figura 4.6 e ANOVA (Tabela 4.5). O gráfico apresentado na Figura 4.14 mostra a média da área de adesão para os níveis de força de união estudados. A área de adesão formada durante o processo não apresentou variações significativas no intervalo de força de união estudado.

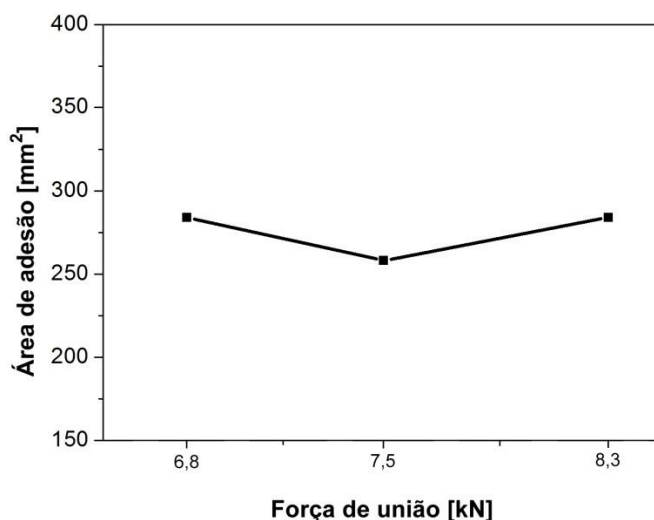


Figura 4.14: Influência da força de união na área de adesão formada durante o processo FSpJ para as juntas AA6181-T4/CF-PPS

Goushegir e colaboradores [61] recentemente reportaram a influência da força de união sobre os micromecanismos de união na interface da junta AA2024-T3/CF-PPS produzida por FSpJ. As forças hidrostáticas resultantes da aplicação da força de união possuem a função de controlar o fluxo do polímero fundido e de preencher as irregularidades superficiais do alumínio. Altas forças de união aumentam o espalhamento da camada de PPS fundido resultando em uma maior área de adesão e também maior molhamento das irregularidades superficiais do alumínio, resultando em juntas com melhores desempenhos mecânicos. Entretanto, forças excessivas de união podem reduzir a espessura da camada de PPS fundido devido à expulsão lateral do polímero fundido durante o processamento, resultando na formação de rebarbas. Filmes adesivos muito finos irão reduzir as forças adesivas na interface, resultando em menor resistência mecânica da junta.

Para o melhor entendimento do efeito da força de união sobre a resistência das juntas é necessário um estudo em um intervalo mais amplo de variação desse parâmetro que o utilizado neste estudo bem como um estudo detalhado da microestrutura visando determinar o volume de material polimérico fundido consolidado e sua relação com a resistência mecânica na interface das juntas (escala micrométrica).

4.2 Influência da vazão do ar de resfriamento na estrutura e resistência ao cisalhamento das juntas

Esta etapa do estudo (Etapa 2) se dedicou a investigar o efeito da taxa de resfriamento, considerando as variações no aporte térmico e fluxo do ar de resfriamento forçado, na microestrutura e na resistência mecânica das juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas por FSpJ. As juntas foram unidas na configuração de junta sobreposta simples em três diferentes vazões de ar de resfriamento: 1,5; 15,0 e 65,6 L/min. Na Figura 3.7 é mostrado como o ar de resfriamento é aplicado sobre as juntas durante o resfriamento.

As juntas foram produzidas em duas combinações: alto aporte térmico e baixo aporte térmico, com as combinações de parâmetros mostradas na Tabela 4.6. Os parâmetros de processo responsáveis pelo aporte térmico (VR e TU), foram selecionados baseando-se nos níveis escolhidos na Etapa 1 do estudo que resultam em menor aporte térmico (VR: 1200 rpm e TU: 2 s) e maior aporte térmico (VR: 1600 rpm e TU: 6 s). A profundidade de penetração da ferramenta foi selecionada de modo a garantir a produção de juntas sem a ocorrência da ruptura da zona de mistura (*bsz*) e com bom nível de ancoramento mecânico entre as chapas. Já a força de união foi selecionada de forma a promover o contato íntimo entre as chapas sem ocorrência de deformação plástica excessiva da placa de alumínio e expulsão do polímero fundido pelas laterais da junta.

Tabela 4.6: Combinações de parâmetros de processamento adotadas na Etapa 2 do estudo para produção das juntas AA6181-T4/CF-PPS por FSpJ.

Condição	Aporte térmico	Vazão do ar de resfriamento [L/min]	VR [rpm]	TU [s]	PP [mm]	FU [kN]
A	Baixo	1,5	1200	2	0,8	8,6
B	Baixo	15,0	1200	2	0,8	8,6
C	Baixo	65,6	1200	2	0,8	8,6
D	Alto	1,5	1600	6	0,8	8,6
E	Alto	15,0	1600	6	0,8	8,6
F	Alto	65,6	1600	6	0,8	8,6

A resistência mecânica das juntas foi avaliada através do ensaio de cisalhamento sob tração. O grau de cristalinidade da camada de polímero fundido formado durante o processo foi avaliado através do DSC para os diferentes níveis de vazão do ar de resfriamento estudados das juntas produzidas na combinação de AAT. Microscopia ótica de luz refletida e confocal a laser foram utilizadas para analisar a microestrutura da secção transversal das juntas. A temperatura processual foi medida utilizando termopares e termocâmara de infravermelho seguindo o procedimento descrito na Seção 3.6.

4.2.1 Análise térmica do processo

A Tabela 4.7 apresenta os valores de temperatura máxima extraída da curva temperatura por tempo dos três termopares de medida para cada condição de união analisada no estudo. A temperatura do processo foi medida pelos termopares duas vezes para cada condição, de acordo com o procedimento apresentado na Seção 3.6. O Apêndice D apresenta as curvas temperatura por tempo para todas as condições analisadas. As juntas produzidas na combinação de BAT (A, B e C) apresentaram temperaturas máximas variando entre 104 ° C e 230 ° C. Já as produzidas na combinação de AAT (D, E e F) apresentaram temperaturas máximas variando entre 190 ° C e 363 ° C. Para ambas as combinações de aporte térmico, os maiores valores de temperatura foram medidos pelo termopar T1 localizado na interface entre o alumínio e o compósito na região mais próxima da zona de fricção, seguido pelos termopares T2 e T3, localizados em pontos de medida mais distantes da região de fricção.

Tabela 4.7: Temperatura máxima medida pelos termopares T1, T2 e T3 para as juntas produzidas na Etapa 2.

	Réplica	T1 max [°C]	T2 max [°C]	T3 max [°C]
A	1	171	151	115
	2	181	138	104
B	1	194	158	112
	2	230	129	105
C	1	164	159	111
	2	222	145	108
D	1	304	297	225
	2	316	227	224
E	1	331	283	213
	2	260	272	226
F	1	359	286	218
	2	363	276	190

O monitoramento dinâmico da temperatura do processo também foi realizado através da termocâmara de infravermelho de acordo com o procedimento apresentado na Seção 3.6. A utilização da termocâmara permitiu

a medida dos picos de temperatura em pontos inacessíveis aos termopares (regiões mais próximas da região de fricção). A Tabela 4.8 apresenta a temperatura máxima de processo medida pontualmente através da termocâmara em regiões mais próximas da ferramenta. As juntas produzidas na mesma combinação de aporte térmico (VR e TU) apresentaram temperaturas máximas de processo similares. As juntas produzidas na combinação de BAT (VR = 1200 rpm e TU = 2 s), ou seja, juntas produzidas nas condições A, B e C, apresentaram temperatura máxima de processo média de 254 ± 1 °C. Já as juntas produzidas utilizando a combinação de AAT (VR = 1600 rpm e TU = 6 s), ou seja, juntas produzidas nas condições D, E e F, apresentaram temperatura máxima de processo média de 416 ± 3 °C

Tabela 4.8: Temperatura máxima de processo medida através da termocâmara para as condições estudadas na Etapa 2.

	Condição	Tmax [°C]
Baixo Aporte Térmico	A	253
	B	255
	C	254
Alto Aporte Térmico	D	414
	E	419
	F	414

As Figura 4.15-a e b apresentam, respectivamente, as termografias comuns para as juntas unidas na combinação de BAT (condições A, B e C) e AAT (condições D, E e F). As setas indicam as regiões de maiores temperaturas de processo, onde as medições foram realizadas.

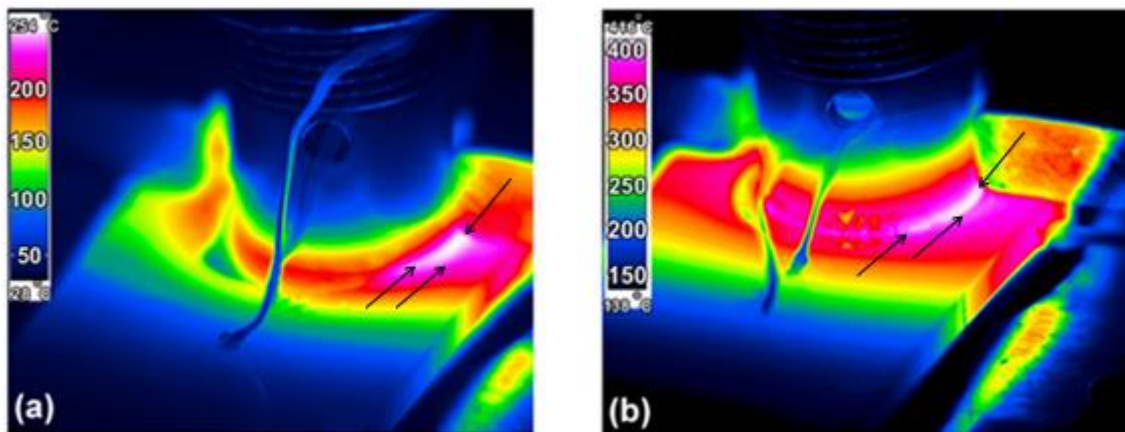


Figura 4.15: Termografias comuns para as juntas produzidas na combinação de: (a) Baixo aporte térmico e (b) Alto aporte térmico.

As taxas de resfriamento médias (TRM) foram calculadas utilizando a Equação 4.2 a partir das curvas de temperatura apresentadas no Apêndice D. Os valores individuais das taxas de resfriamento para cada condição também podem ser consultados no mesmo Apêndice na Tabela D-1:

$$TRM = \frac{T_{pico} - 40}{t_{pico} - t_{40}} \quad (4.2)$$

Na Equação 4.2, T_{pico} corresponde à temperatura máxima medida pelo termopar e o t é o tempo no qual as temperaturas de pico (t_{pico}) e a temperatura de 40 °C (t_{40}) foram obtidas. A temperatura de 40 °C foi escolhida pois é a temperatura no qual o resfriamento se completa e a curva da temperatura se estabiliza. As taxas de resfriamento médias (TRM) foram calculadas para os três termopares utilizados nas medidas de temperatura e são mostradas em forma gráfica na Figura 4.16 – a e b que correspondem às juntas produzidas na combinação de BAT e AAT, respectivamente. Para cada condição foram realizadas duas medições de temperatura.

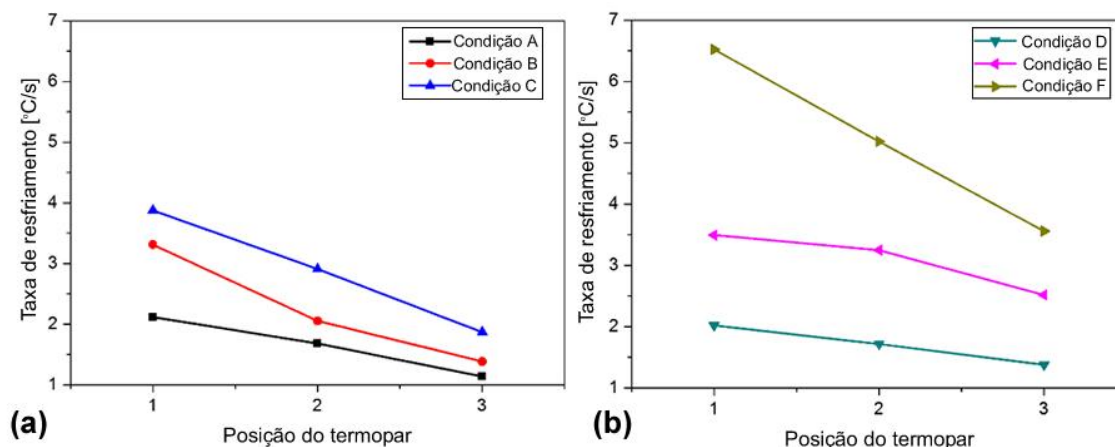


Figura 4.16: Taxas de resfriamento média de acordo com a posição do termopar para: (a) juntas produzidas na combinação de BAT e (b) juntas produzidas na combinação de AAT.

A Figura 4.16 mostra que a taxa de resfriamento das juntas, além de variar com a vazão de ar, também varia com a temperatura máxima atingida no processo e com a posição de medição da temperatura, ou seja, com o posicionamento do termopar. A combinação de maior temperatura máxima de processo e maior vazão de ar de resfriamento resultou em maiores taxas de resfriamento para a condição F. Maiores taxas de resfriamento são observadas para as curvas com maiores picos de temperaturas. A condutividade e difusividade de calor através do alumínio aumentam com o aumento da temperatura conforme foi mostrado na Figura 2.3 e na Figura 2.4. Dessa maneira, é esperado o aumento da taxa de resfriamento em maiores temperaturas conforme foi mostrado no estudo. As taxas de resfriamento tendem a se aproximar com a redução de temperatura até se igualarem quando a temperatura ambiente é atingida. Da mesma maneira, os termopares posicionados a uma maior distância da zona de fricção da ferramenta (Termopar T3) são submetidos a menores temperaturas e, conseqüentemente, menores valores de condutividade e difusividade térmica do alumínio, resultando em menores taxas de resfriamento em relação aos termopares posicionados mais próximos à zona de fricção da ferramenta (Termopares T1 e T2).

Para as juntas produzidas em ambas as combinações de aporte térmico, a taxa de resfriamento aumenta conforme o aumento da vazão volumétrica de

ar de resfriamento, como esperado. Para as juntas produzidas na combinação de BAT (condições A-C), a taxa de resfriamento média apresenta valores bem similares, possivelmente devido ao fato do intervalo de temperatura selecionado ser mais estreito em relação aos intervalos obtidos na combinação de AAT.

4.2.2 Análise microestrutural das juntas

As seções transversais das juntas obtidas nas condições mostradas na Tabela 4.6 foram analisadas por microscopia ótica por luz refletida. Não foram verificadas mudanças significativas na microestrutura da seção transversal das juntas obtidas quando a mesma combinação de aporte térmico foi utilizada em função das taxas de resfriamento selecionadas. Exemplos de micrografias de juntas produzidas com AAT e BAT são apresentados, respectivamente, na Figura 4.17 e na Figura 4.18.

A combinação de parâmetros FSpJ na combinação de AAT desenvolveu temperaturas (ver Seção 4.2.1) e pressões suficientemente altas para aumentar a formabilidade da liga de alumínio (temperaturas médias variando entre 190-419 °C, o que corresponde a 29 - 64% da temperatura de fusão da liga AA6181 [15]). Sendo assim a ferramenta de FSpJ induziu a deformação da chapa metálica para dentro da superfície do compósito, formando o “cerne metálico” (área marcada em azul, Figura 4.17-a). O aporte térmico foi suficientemente alto para o preenchimento da cavidade criada pela camisa como mostrado na Figura 4.17-b.

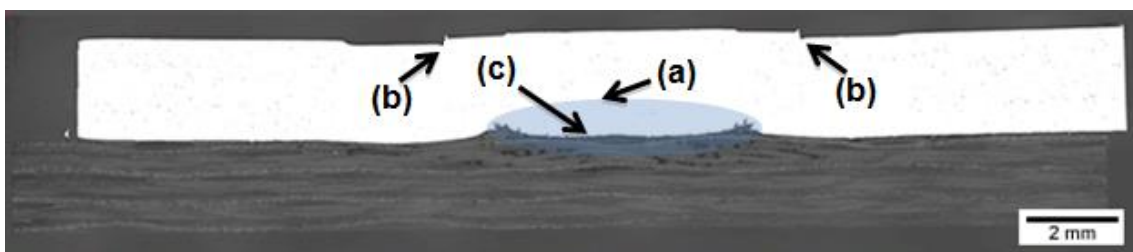


Figura 4.17: Secção transversal típica de juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas na combinação de AAT (condição D, Tabela 4.6). (a) formação do cerne

metálico; (b) repreenchimento da cavidade gerada pela penetração da camisa; (c) interface alumínio-compósito.

A combinação de parâmetros na condição de BAT (Figura 4.18) desenvolveu temperaturas variando entre 104-255 °C, o que corresponde a 16-39% da temperatura de fusão da liga AA6181), sendo insuficiente para formação de cerne metálico expressivo e repreenchimento falho da cavidade criada pela camisa (formação de entalhes na área de repreenchimento), conforme pode ser observado na Figura 4.18-a e b, respectivamente.

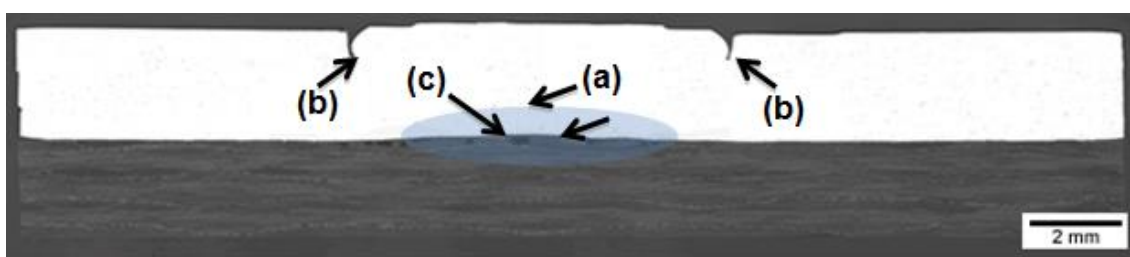


Figura 4.18: Seção transversal típica de juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas na combinação de BAT (condição A, Tabela 4.6). (a) baixa formação do cerne metálico; (b) preenchimento falho da cavidade gerada pela penetração da camisa; (c) interface alumínio-compósito.

A interface alumínio-compósito, indicada pela seta (c) na Figura 4.17 e Figura 4.18, foi analisada através de microscopia confocal a laser. A Figura 4.19 e a Figura 4.20 apresentam as interfaces das juntas produzidas, respectivamente, nas combinações de BAT e AAT.

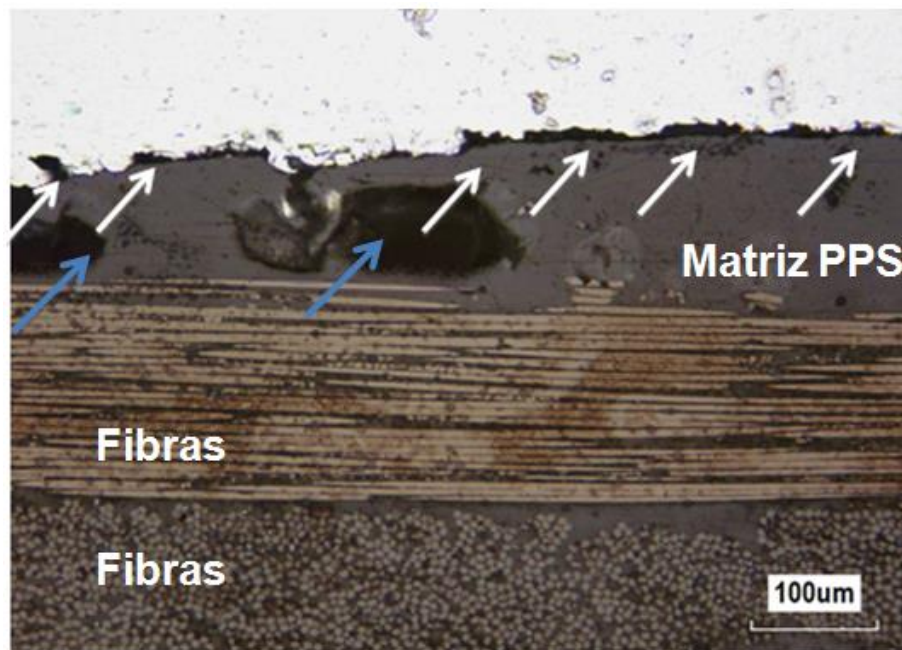


Figura 4.19: Micrografia típica da interface alumínio-compósito de juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas na combinação de BAT.

Conforme apresentado na revisão bibliográfica, para obter um bom desempenho de adesão, o adesivo de PPS formado na interface das juntas AA6181-T4/CF-PPS deverá molhar e penetrar os poros/irregularidades superficiais do alumínio [69]. Apesar da combinação de BAT apresentar temperatura máxima de pico abaixo ou em torno da temperatura de fusão do PPS (104-255 °C), acredita-se que a temperatura real atingida na matriz de PPS na interface tenha ultrapassado a temperatura de fusão do polímero (285 °C), pois observa-se defeitos volumétricos em formas de bolhas oriundos provavelmente de ar aprisionado (setas azuis, Figura 4.19), indicando a fusão do PPS. Entretanto, a temperatura não foi suficiente para gerar um nível de fluidez adequada da camada de PPS fundido, resultando em fraco molhamento e baixa penetração do PPS nas irregularidades superficiais do alumínio, conforme é indicado pelas setas na Figura 4.19.

No caso das juntas produzidas na combinação de AAT, a combinação dos parâmetros FSpJ elevou a temperatura a níveis bem maiores do que a temperatura de fusão do PPS (até 419 °C, Figura 4.14) diminuindo a viscosidade da camada de PPS fundido de maneira mais acentuada em comparação com a

combinação de BAT. Desta forma, a camada polimérica fundida com maior fluidez preenche de forma mais efetiva as irregularidades superficiais do alumínio, conforme indicado pelas setas na Figura 4.20.

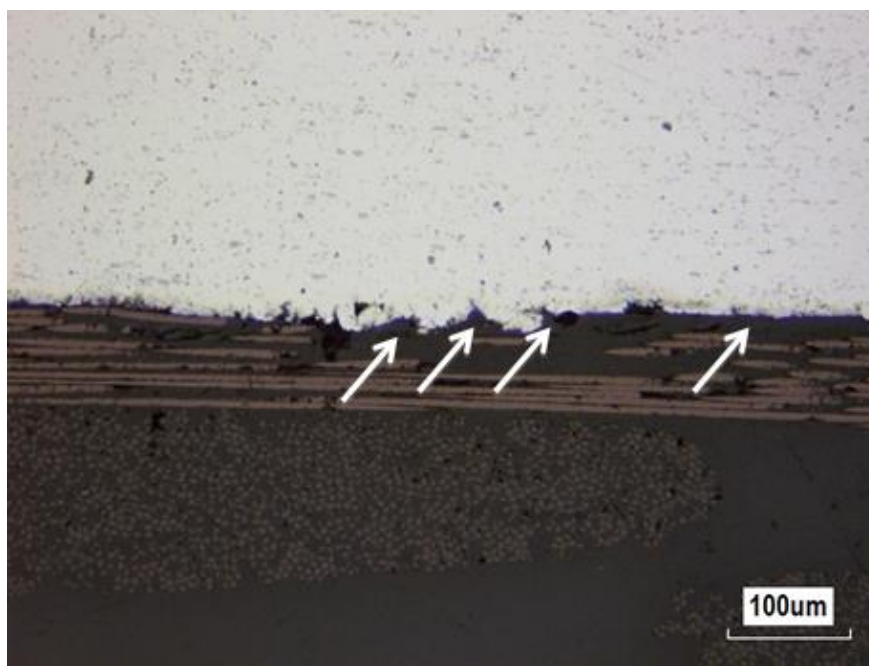


Figura 4.20: Micrografia típica da interface alumínio-compósito de juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas na combinação de AAT.

4.2.3 Grau de cristalinidade do adesivo de PPS formado na interface das juntas

Análises em DSC foram realizadas para determinação do grau de cristalinidade do adesivo de PPS formado na interface das juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas na combinação de AAT. Para as juntas produzidas na combinação de BAT, a extração das amostras para análise não foi possível, pois não ocorreu a formação de volume suficiente de PPS fundido na interface, o qual permaneceu limitado a um pequeno volume embaixo do cerne metálico (ver Figura 4.29-b, Seção 4.2.5). Também foram analisadas por DSC amostras extraídas do material de base do compósito CF-PPS para efeito de comparação. A Figura 4.21 apresenta as curvas de DSC das amostras da camada de PPS extraída de juntas produzidas nas três taxas de resfriamento empregadas (condições D, E e F da Tabela 4.9) e do material de base (CF-PPS). As

temperaturas de cristalização a frio (T_{cf}) e de fusão (T_m) do PPS nestas amostras, a entalpia da fusão do PPS (ΔH_m) e os respectivos graus de cristalinidade obtidos a partir das entalpias desses picos são apresentados na Tabela 4.9.

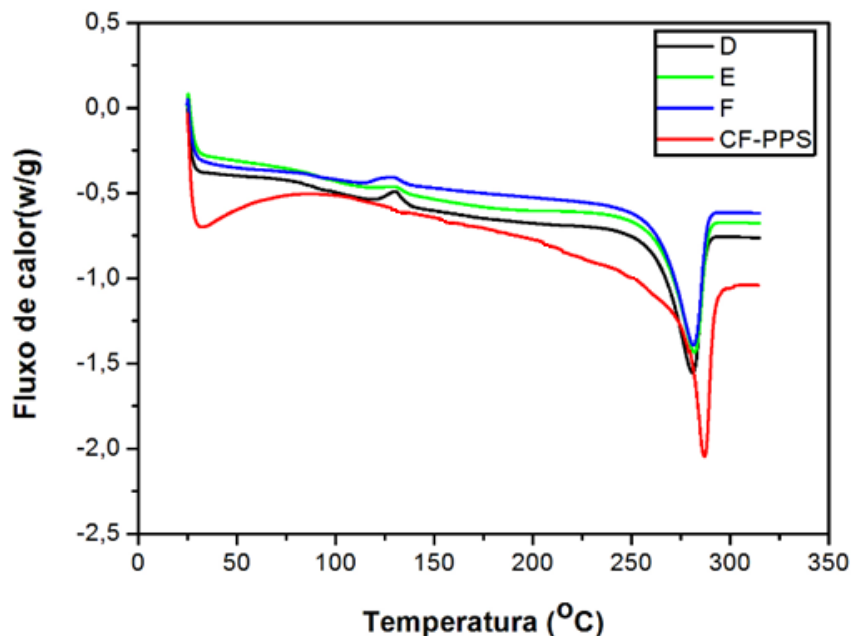


Figura 4.21: Curvas de DSC da camada de PPS formado na interface das juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas nas condições D, E e F e do material de base (CF-PPS).

Para as amostras da camada de PPS das juntas produzidas nas condições D, E e F foi verificada a presença de pico exotérmico relativo à cristalização a frio (T_{cf}) em torno de 130°C, indicando que parte do polímero permaneceu amorfo após o rápido resfriamento no qual foi submetido durante o processo FSpJ, cristalizando durante o aquecimento no DSC. Essas amostras apresentaram T_m em torno de 281°C e grau de cristalinidade (X_c), considerando a área do pico de fusão descontado do pico de cristalização a frio, em torno de 25%, independentemente da taxa de resfriamento empregada. O evento exotérmico, referente à cristalização a frio, não foi verificado para o material de base (CF-PPS). O compósito CF-PPS apresentou X_c em torno de 31% e T_m de 287°C, ambos superiores aos das camadas de PPS extraídas da interface das juntas, indicando degradação por reticulação [39] ou alteração na morfologia

cristalina do PPS após o processo FSpJ. O processo de laminação à quente pelo qual o compósito CF-PPS é obtido envolve etapas de pré-consolidação e consolidação do laminado que levam até 40 minutos em temperaturas tão elevadas quanto 310°C, com posterior resfriamento lento à 5°C/min [26]. Tal procedimento proporciona tempo e temperatura adequados para cristalização mais perfeita do PPS no compósito resultando na cristalinidade máxima.

Tabela 4.9: Temperatura de cristalização a frio (T_{cf}), temperatura de fusão (T_m), entalpia de fusão (ΔH_m) e grau de cristalinidade (X_c) do adesivo de PPS das juntas produzidas em AAT e no material base CF-PPS

Condição	T_{cf} (°C)	T_m (°C)	ΔH_m (J/g)	X_c (%) [*]
D	130,5	281,5	39,2	24,8
E	130,2	281,5	39,0	25,5
F	129,2	281,6	40,0	25,7
CF-PPS	--	287,1	46,9	31,2

*Calculado de acordo com a equação 2.1

4.2.4 Alterações microestruturais e de propriedades mecânicas locais dos componentes das juntas resultantes do processo FSpJ

A Figura 4.22 apresenta micrografias típicas da secção transversal de juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas na combinação de BAT (Tabela 4.6) com destaque para a chapa de alumínio. Duas zonas de transformações microestruturais do alumínio são facilmente identificadas. A zona de mistura (ZM) está localizada no centro da junta e possui granulometria mais refinada com relação ao material base (Figura 4.22-c). Na vizinhança da ZM é observada a zona termo-mecanicamente afetada (ZTMA) que apresenta grãos maiores e alongados (Figura 4.22-d). As Figura 4.22-b e d apresentam as fronteiras entre a ZM e a ZTMA. A Figura 4.22-c apresenta a microestrutura no centro da ZM onde se pode observar grãos refinados resultantes da recristalização dinâmica ocorrida devido as altas taxas de cisalhamento e temperaturas impostas durante o processo FSpJ. A ocorrência de recristalização dinâmica e presença de granulometria refinada na zona de mistura também foi verificada em outros estudos em juntas AA2024-T3/CF-PPS [53] e AZ31/CF-PPS [9] produzidas por

FSpJ. A Figura 4.22-f mostra uma região mais afastada da região de fricção entre ferramenta e o alumínio, apresentando microestrutura com grãos alongados horizontalmente similares aos apresentados no material de base (ver Figura 3.1, Seção 3.1). A Figura 4.22-e mostra a região em torno da interface entre a chapa de alumínio e o compósito laminado CF-PPS. A ZTMA apresenta grãos mais alongados em relação ao material base, devido à ocorrência de trabalho mecânico imposto pelo movimento rotacional da camisa e a geometria em forma de rosca da ferramenta. A transição entre a ZM e a ZTMA não é fácil de definir, já que a transição é rápida e também pode ser observada a presença parcial de grãos recristalizados entre os grãos alongados da ZTMA.

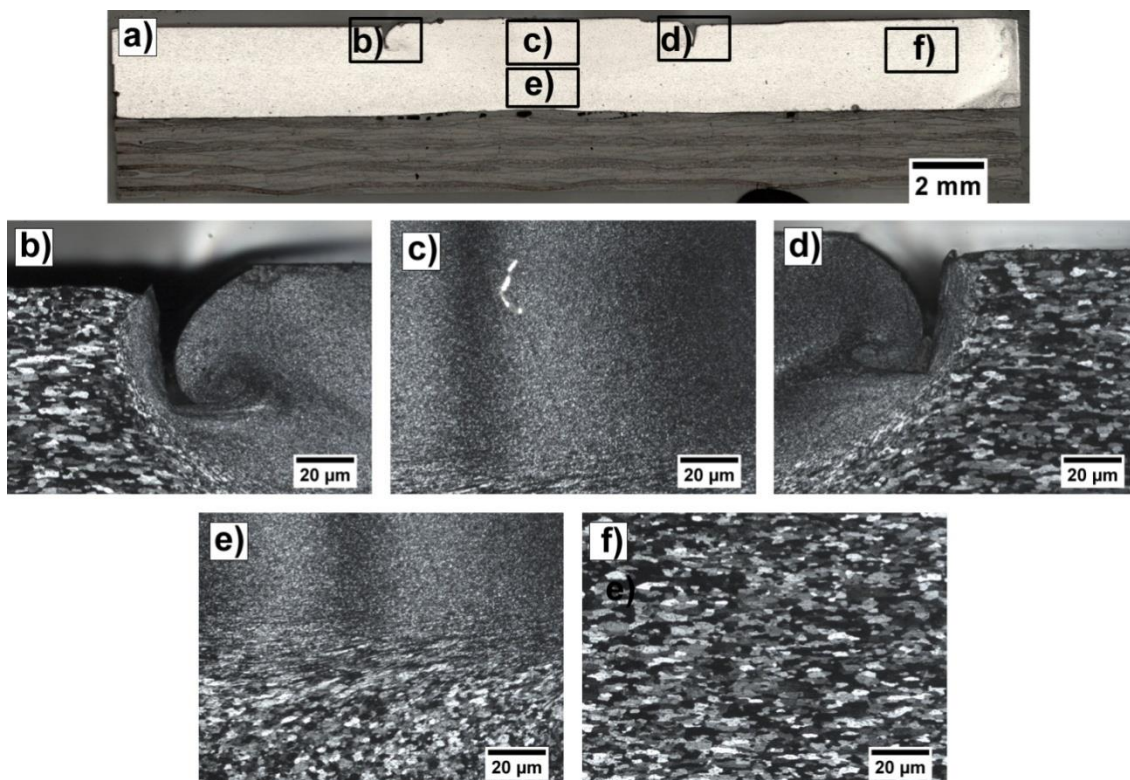


Figura 4.22: Macrografia da seção transversal de juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas na condição BAT (Condição A, Tabela 4.6), com destaque para transformações microestruturais da chapa de alumínio. a) macroestrutura da junta; b) falha no preenchimento da cavidade gerada pela penetração da camisa – lado esquerdo; c) zona de mistura do alumínio; d) falha no preenchimento da cavidade gerada pela penetração da camisa – lado direito; e) interface entre a ZM e a ZTMA; f) material base.

A Figura 4.23 apresenta micrografias típicas da secção transversal de juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas na combinação de AAT (Tabela 4.6). Foram observadas importantes diferenças microestruturais na chapa de alumínio quando comparadas com as micrografias apresentadas pela junta produzida na combinação de BAT. Na combinação de AAT, o calor gerado pela combinação de parâmetros foi suficiente para o preenchimento da cavidade deixada pela camisa conforme foi mostrado anteriormente (ver Figura 4.17-b). Devido ao maior calor gerado e taxas de cisalhamento aplicadas, a combinação de AAT apresentou maior ZM. A ZM se estende até a interface alumínio-compósito, enquanto na combinação de BAT a ZM estende-se até certo ponto no qual é verificada a transição para grãos que se assemelham aos encontrados no material base, conforme pode ser observado na Figura 4.22-e. Os grãos refinados na ZM, devido a recristalização dinâmica, são visivelmente maiores na combinação de AAT (Figura 4.23-c) em relação aos da ZM da combinação de BAT (Figura 4.22-c). A maior extensão do volume de grãos recristalizados dinamicamente na ZM pode estar associado com maiores temperaturas atingidas, assim como maiores taxas de cisalhamento (relativas a maior velocidade de rotação nessa condição), resultado da combinação de AAT no qual a liga é submetida. Um estudo aprofundado das transformações metalúrgicas está fora do escopo desse trabalho e, portanto detalhes das mudanças microestruturais nas zonas microestruturais de ambas condições não serão abordadas.

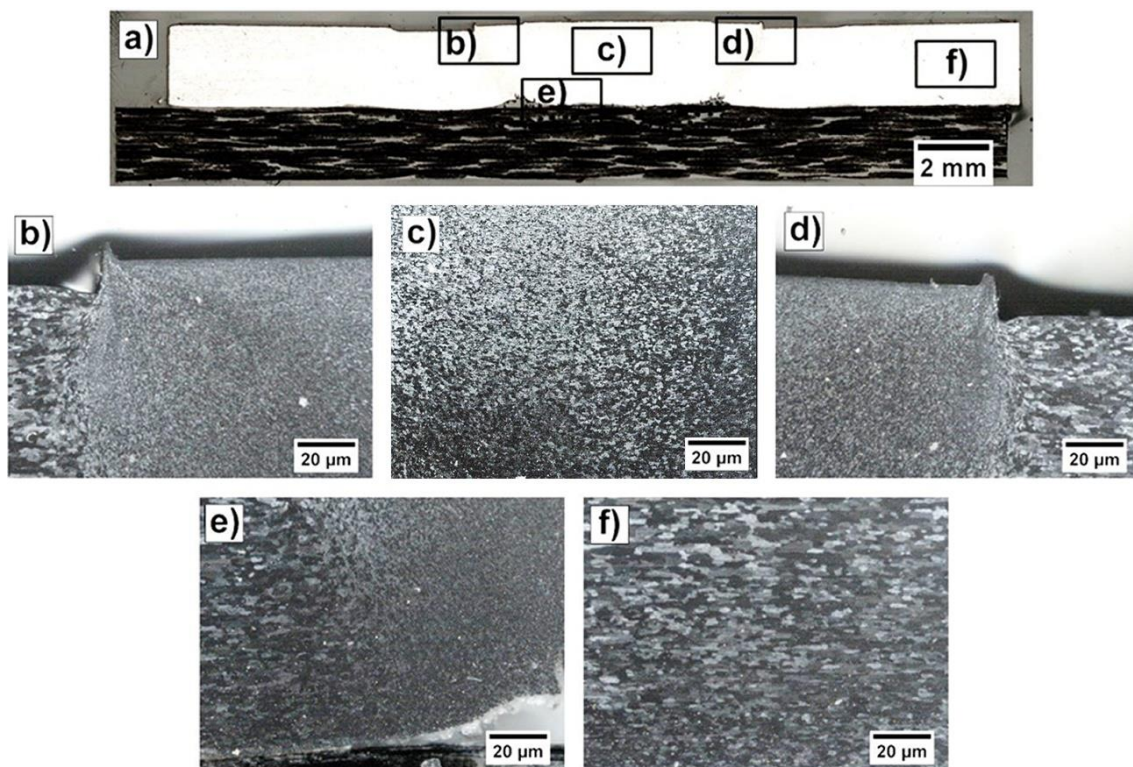


Figura 4.23: Macrografia da seção transversal de juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas na combinação de AAT (Condição D, Tabela 4.6) com destaque para transformações microestruturais da chapa de alumínio. a) macroestrutura da junta; b) preenchimento da cavidade gerada pela penetração da camisa – lado esquerdo; c) zona de mistura do alumínio; d) preenchimento da cavidade gerada pela penetração da camisa – lado direito; e) interface entre a ZM e a compósito; f) material base.

As propriedades mecânicas locais das juntas produzidas nas condições de BAT e AAT foram avaliadas através de perfis de microdureza apresentados, respectivamente, na Figura 4.24 e na Figura 4.25. O perfil de microdureza foi medido para delimitar a transição das zonas de transformações microestruturais. A avaliação foi realizada em duas linhas equidistantes de 0,6 mm em relação à meia espessura da chapa metálica conforme mostrado na Figura 4.24 e Figura 4.25. Os valores médios da microdureza HV do material base é mostrado pela linha tracejada nos perfis em a) e b).

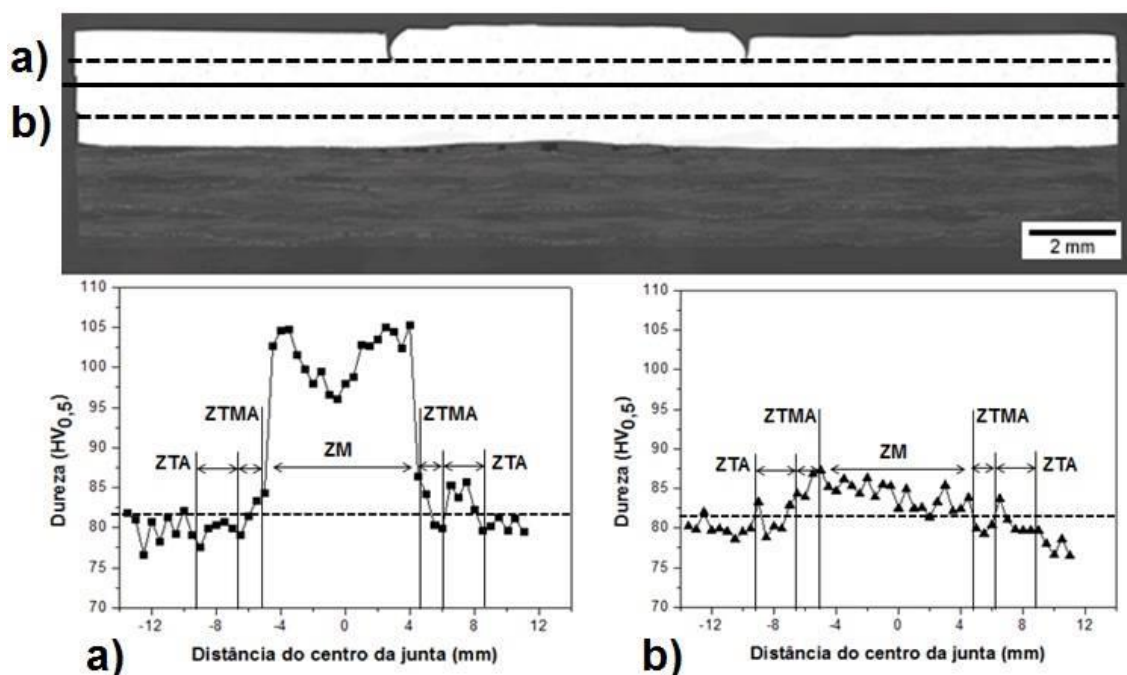


Figura 4.24: Perfis de microdureza da chapa de alumínio em junta unida na combinação de BAT (Condição A, Tabela 4.6). a) Medidas a 0,6 mm do topo da chapa de alumínio e b) Medidas a 1,9 mm do topo da chapa de alumínio.

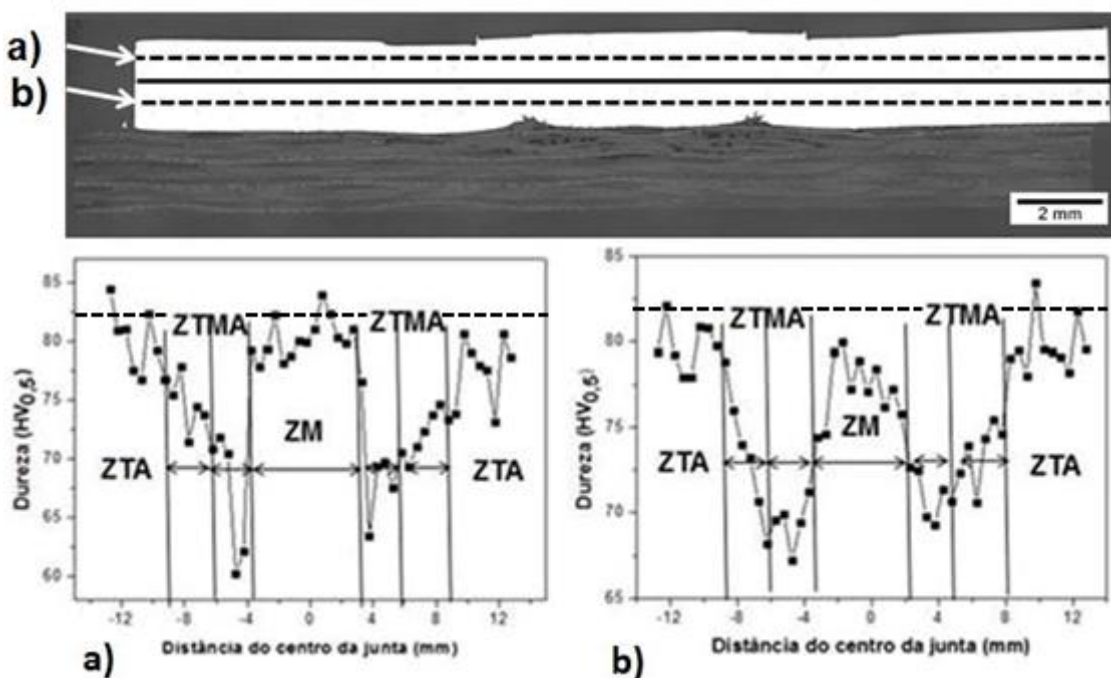


Figura 4.25: Perfil de microdureza da chapa de alumínio em junta unida com a combinação de AAT (Condição D, Tabela 4.6): a) Medidas a 0,6 mm do topo da chapa de alumínio e b) Medidas a 1,9 mm do topo da chapa de alumínio.

A ZTA do alumínio estende-se até aproximadamente 9 mm a partir do centro do ponto de união tanto para a combinação de BAT quanto para a combinação de AAT, o que corresponde ao diâmetro externo da camisa. As juntas unidas nas duas combinações de aporte térmico apresentaram a mesma extensão lateral para a ZTA devido ao uso da mesma profundidade de penetração, além de serem produzidas com o mesmo dimensional das ferramentas. Apesar de possuírem a mesma extensão da ZTA, as juntas produzidas nas diferentes combinações foram afetadas pelo calor de forma diferente dependendo do nível de aporte térmico gerado pela combinação dos parâmetros VR e TU.

Os perfis apresentados na Figura 4.24 e Figura 4.25 mostram uma queda de microdureza ao longo da ZTA atingindo menores valores de microdureza em relação ao material base para as duas combinações de aporte térmico estudadas. Aproximando-se do centro da junta é verificado o aumento da dureza até atingir o máximo de 105 HV_{0,5} na ZM na combinação de BAT (Figura 4.24-a) e 83 HV_{0,5} na combinação de AAT (Figura 4.25-a). De um modo simplificado a maior dureza na ZM da combinação de BAT em relação aos grãos encontrados na ZM da combinação de AAT, pode estar associada ao menor tamanho de grão devido ao efeito de Hall-Petch [124] [125] [126]. Porém, por se tratar de uma liga endurecível por precipitação, essa argumentação requer uma análise mais aprofundada, pois dependendo das temperaturas atingidas e taxas de cisalhamento e resfriamento impostas na junta, podem ocorrer fenômenos de reprecipitação dinâmica e estática que venham a modificar a resistência mecânica local acentuadamente. Apesar desse estudo mais aprofundado estar fora do escopo desse trabalho, uma análise mais detalhada das variações de microdureza são abordadas a seguir.

As mudanças microestruturais e na microdureza do alumínio se estendem por maiores volumes para as juntas produzidas na combinação de AAT (Figura 4.25-b) em relação às juntas produzidas na combinação de BAT (Figura 4.24-b), já que no primeiro caso maiores aportes térmicos e taxas de cisalhamento são aplicados durante a FSpJ.

O perfil de dureza encontrado nas juntas produzidas na combinação de AAT (Figura 4.25-a e b) em formato de W também foi reportado no estudo de Shen e colaboradores [127] em juntas da liga de alumínio 6061-T4 em condições de parâmetros similares (VR: 1800 rpm e TU: 2,3,4 s) às utilizadas nesta etapa do estudo, através da técnica FSpW. A redução na microdureza da ZM e da ZTMA foi atribuída à dissolução do precipitado e à variação no tamanho de grão.

Para as juntas produzidas na combinação de BAT, Rosendo [20] [46] verificou o mesmo comportamento no perfil de dureza em juntas de chapas da liga AA6181-T4 soldadas por FSpW. No seu trabalho, o aumento da dureza na ZM foi associado com a reprecipitação dos elementos de liga após solubilização durante o resfriamento. Na zona de mistura existem dois mecanismos básicos de endurecimento para as ligas da série 6xxx: reprecipitação seguida de envelhecimento após soldagem e também o refino dos grãos devido a recristalização dinâmica, através do efeito de Hall-Petch, porém o último com menor efeito na variação da dureza da liga 6181 soldada [20] [58] [128]. A redução de dureza também pode estar ocorrendo em virtude do coalescimento de partículas endurecedoras presentes na matriz. O efeito global dos mecanismos atuando na ZM das juntas produzidas na combinação de parâmetros de BAT resulta em dureza superior à apresentada pelo material de base no tratamento térmico T4.

Para o perfil de microdureza obtido para as juntas produzidas na combinação de AAT foi verificada a redução da microdureza na zona de mistura em relação ao material base. No estudo realizado por Dornelles em juntas de AA6181-T4 produzidas por soldagem pontual por fricção também foi verificado a redução da microdureza na ZM, a qual foi associada com a recristalização nessa região [129]. A redução da dureza na ZTA é associada provavelmente ao coalescimento das partículas endurecedoras distribuídas na matriz, bem como a destruição das linhas de discordâncias oriundas do processo de fabricação da chapa laminada (recuperação estática), que se torna mais intensa no sentido do centro do ponto de união, conforme a temperatura aumenta [20] [55] [59] [127]. Os principais mecanismos atuantes na ZTMA, que é exposta a alta temperatura, além de sofrer deformação através do cisalhamento imposto pela ferramenta,

são: o coalescimento de partículas e o recozimento (recuperação dinâmica e estática) que são mecanismos de diminuição de dureza. Por outro lado, o endurecimento por trabalho mecânico (encruamento) imposto pela ferramenta e a reprecipitação dinâmica parcial das partículas endurecedoras (seguidas por envelhecimento) são os principais mecanismos responsáveis pelo aumento local de dureza.

Os perfis de microdureza do compósito CF-PPS nas juntas produzidas nas condições de BAT e AAT são apresentados, respectivamente, na Figura 4.26-a e na Figura 4.26-b. A microdureza do CF-PPS foi avaliada na região central do ponto de união a partir da interface com a chapa de alumínio até a espessura completa do compósito, conforme mostrado pelas linhas tracejadas. Tomou-se cuidado para posicionar as endentações em áreas da matriz sem fibras, para não mascarar os resultados. Os valores médios da microdureza HV do material de base é mostrado pela linha tracejada nos perfis em a) e b).

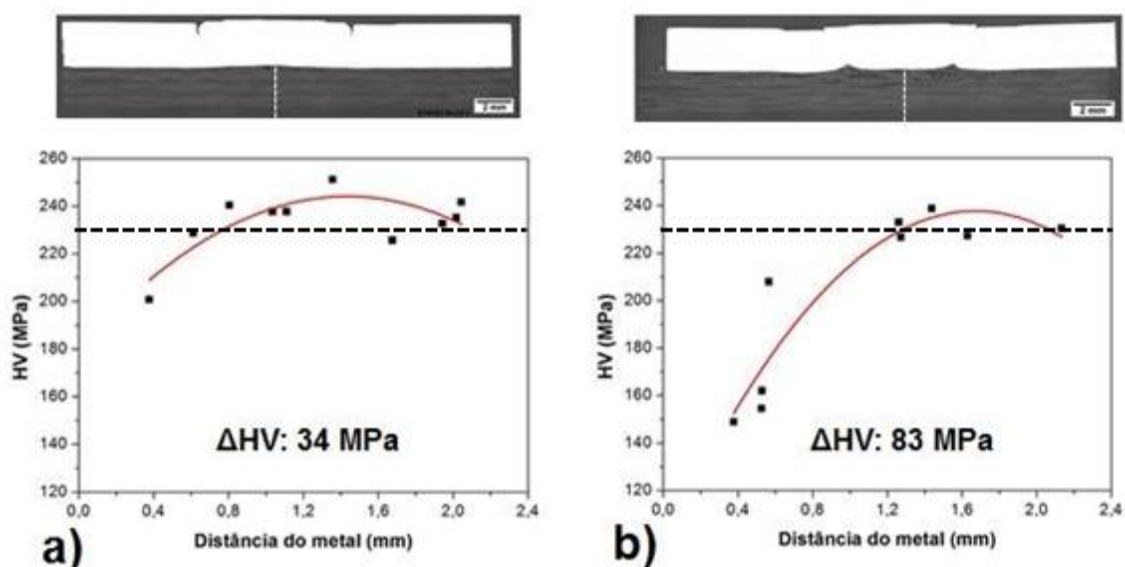


Figura 4.26: Variação da dureza Vickers do compósito CF-PPS de acordo com a distância da fonte de calor gerado pela fricção (distância do metal) apresentada pelas juntas produzidas na combinação de: a) BAT (Condição A, Tabela 4.6); b) AAT (Condição D, Tabela 4.6).

As regiões do compósito localizadas mais próximas da fonte de calor apresentaram menores valores de microdureza, enquanto que as regiões mais

afastadas, que sofreram menor influência da temperatura durante o processamento, apresentaram maiores valores de microdureza tendendo ao valor apresentado pelo material base.

No caso das juntas produzidas na combinação de AAT (Figura 4.26-a), o gradiente de microdureza foi bem mais sutil ($\Delta HV = 34$ MPa, Figura 4.26-b) com relação aos das juntas produzidas na combinação de AAT ($\Delta HV = 83$ MPa, Figura 4.26-b).

Para as juntas produzidas na combinação de AAT, as regiões do compósito CF-PPS próximas à região da fricção atingiram altas temperaturas próximas a 416 °C, como indicou o monitoramento da temperatura via termografia. Durante o processamento, o calor gerado pela fricção da ferramenta sobre o alumínio é transferido para o compósito através da condução por contato direto. Desta forma, as modificações estruturais da matriz polimérica são resultado do gradiente de temperatura imposto durante o processo de união. Conforme foi mostrado na Tabela 4.9 da Seção 4.2.3, a camada de PPS formada na interface da junta produzida na combinação de AAT apresentou grau de cristalinidade inferior ao do material de base (CF-PPS). Assim sendo, a diminuição do grau de cristalinidade do polímero aumenta a mobilidade molecular facilitando a separação das moléculas adjacentes quando as forças compressivas são aplicadas durante o ensaio de microdureza, resultando em menores valores de microdureza. Baltá Calleja e colaboradores [117] estudaram correlação entre a porcentagem de cristalinidade e o aumento da microdureza nos polímeros semicristalinos. A microdureza dos materiais aumenta de forma linear com o aumento do grau de cristalinidade do material dependendo da fração de fase cristalina e amorfa no qual o material é constituído. O fenômeno de relaxação de tensões congeladas também pode ter contribuído na redução expressiva da microdureza das regiões que foram submetidas à maiores temperaturas durante a produção das juntas.

Para as juntas produzidas na combinação de BAT, as temperaturas desenvolvidas no processo alcançaram menores valores (254 °C), ou seja, não foram suficientemente altas para a completa fusão do PPS, explicando, assim, o perfil de microdureza apresentado por estas juntas.

4.2.5 Resistência ao cisalhamento das juntas

A Tabela 4.10 apresenta os valores médios e os desvios padrão da força máxima de cisalhamento e do deslocamento na força máxima das juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas nas combinações de AAT e BAT para as diferentes taxas de resfriamento utilizadas. As juntas produzidas nas condições D a F (AAT) apresentaram força máxima de cisalhamento e deslocamento superiores em relação às juntas produzidas nas condições A a C (BAT). O desempenho mecânico superior apresentado pelas juntas unidas com AAT se deve à combinação de uma maior área adesiva de PPS formada na interface alumínio-compósito e também ao maior ancoramento mecânico devido ao intertravamento do cerne metálico. O Apêndice A apresenta todas as curvas força - deslocamento das juntas produzidas nesta etapa.

Tabela 4.10: Força máxima de cisalhamento e deslocamento na força máxima das juntas sobrepostas simples AA6181-T4/CF-PPS em função da taxa de resfriamento (fluxo de ar).

Condição	Aporte Térmico	Fluxo de Ar	Força máxima de cisalhamento [N]	Deslocamento na Fmax [mm]
A	BAT	1,5 L/min	837 ± 249	0,23 ±0,05
B	BAT	15,0 L/min	612 ±180	0,15 ±0,06
C	BAT	65,6 L/min	658 ±129	0,19 ±0,06
D	AAT	1,5 L/min	1431 ±225	0,42 ±0,05
E	AAT	15,0 L/min	1283 ±213	0,38 ±0,05
F	AAT	65 6 L/min	1011 ±110	0,33 ±0,02

A Figura 4.27 apresenta de forma gráfica a influência da vazão do fluxo ar de resfriamento na força máxima de cisalhamento das juntas.

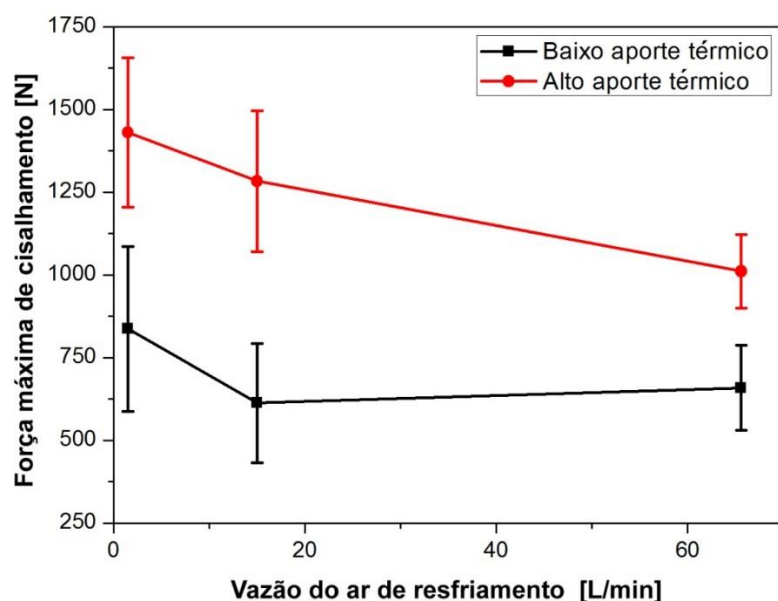


Figura 4.27: Influência da vazão do ar de resfriamento na força máxima de cisalhamento das juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas nas combinações de BAT e AAT.

Pode ser observado o decréscimo da força máxima de cisalhamento das juntas com o aumento da vazão de ar (que indiretamente aumenta a taxa de resfriamento) nas duas combinações de aporte térmico analisadas neste estudo. As juntas produzidas na combinação de AAT apresentaram redução de 29% na força de cisalhamento. Já as juntas produzidas na combinação de BAT apresentaram redução de 23%. A maior redução na força de cisalhamento para a combinação de AAT pode estar associada à maior diferença entre a temperatura máxima processual e a temperatura ambiente, resultando em maior choque térmico durante o resfriamento das juntas. Além disso, também deve ser considerada a maior redução das propriedades mecânicas locais do PPS próximo à interface com o alumínio nas juntas produzidas na combinação de AAT conforme foi mostrado na Figura 4.26-b. Isso se deve à redução do grau de cristalinidade do filme de PPS formado na interface das juntas em relação ao da matriz do compósito (Tabela 4.9), atuando negativamente na força máxima de cisalhamento e o respectivo deslocamento. O deslocamento máximo das juntas nos ensaios de cisalhamento apresenta o mesmo comportamento em relação à força de cisalhamento, sofrendo redução com o aumento da taxa de resfriamento

conforme pode ser observado na Figura 4.28. Como discutido anteriormente na Seção 4.2.3, a camada adesiva de PPS formada na interface das juntas apresenta grau de cristalinidade similar, independentemente das taxas de resfriamento empregadas. Assim, a hipótese de que o grau de cristalinidade do adesivo de PPS pudesse explicar os efeitos da taxa de resfriamento nas propriedades mecânicas das juntas pôde ser descartada.

A hipótese considerada neste estudo para explicar tal fenômeno é de que as diferentes propriedades mecânicas e térmicas dos materiais constituintes das juntas híbridas AA6181-T4/CF-PPS resultam em tensões térmicas residuais quando essas são resfriadas após o término do processo FSpJ. A falha prematura das juntas produzidas com taxas de resfriamento mais altas pode estar associada às maiores tensões térmicas residuais induzidas na interface polímero-metal, já que o tempo para alívio dessas tensões é menor para juntas resfriadas mais rapidamente.

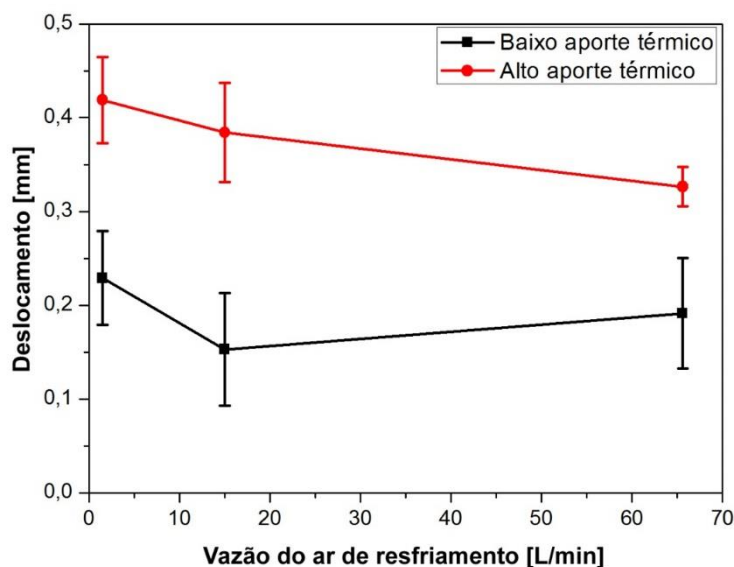


Figura 4.28: Influência da vazão do ar de resfriamento no deslocamento máximo no ensaio de cisalhamento das juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas nas combinações de BAT e AAT.

As superfícies das juntas AA6181-T4/CF-PPS fraturadas nos ensaios de cisalhamento foram fotografadas e analisadas buscando verificar o tipo de falha predominante e quantificar a área do filme de PPS formado na interface das

juntas. Estas foram medidas sobre o compósito e são apresentadas na Tabela 4.11. As juntas produzidas na combinação de AAT apresentaram área adesiva significativamente maior em relação às juntas produzidas na combinação de BAT. Não foram verificadas diferenças significativas na área da camada de PPS fundido para as juntas produzidas com diferentes taxas de resfriamento, para as mesmas combinações de aporte térmico.

Tabela 4.11: Influência do fluxo de ar na área do filme de PPS formado na interface das juntas AA6181-T4/CF-PPS em função da taxa de resfriamento (fluxo de ar).

Condição	Aporte Térmico	Fluxo de Ar (L/min)	Área da camada de PPS interfacial (cm ²)
A	BAT	1,5	0,87 ± 0,02
B	BAT	15,0	0,91 ± 0,06
C	BAT	65,6	0,93 ± 0,05
D	AAT	1,5	5,30 ± 0,31
E	AAT	15,0	4,74 ± 0,51
F	AAT	65,6	5,37 ± 0,07

As juntas produzidas na combinação de AAT apresentaram falha mista coesiva-adesiva (Figura 4.29-a), enquanto que nas juntas produzidas na combinação de BAT a falha ocorreu predominantemente de forma adesiva (Figura 4.29-b), apesar de na região embaixo do cerne metálico (setas escuras) ser observada a falha mista. Também foi possível observar que as juntas produzidas na combinação de AAT apresentaram cerne metálico visivelmente maior (setas pretas na Figura 4.29-a), embora tenha sido usada a mesma profundidade de penetração da ferramenta em relação à combinação de BAT (Figura 4.29-b). O maior cerne metálico na combinação de AAT ocorre devido ao aumento da formabilidade do alumínio com o aumento da temperatura processual, conforme foi explicado na Seção 4.2. Conforme foi discutido anteriormente, o cerne tem um papel importante no intertravamento mecânico

na interface das chapas na direção de cisalhamento, aumentando a resistência ao cisalhamento das juntas AA6181-T4/CF-PPS.

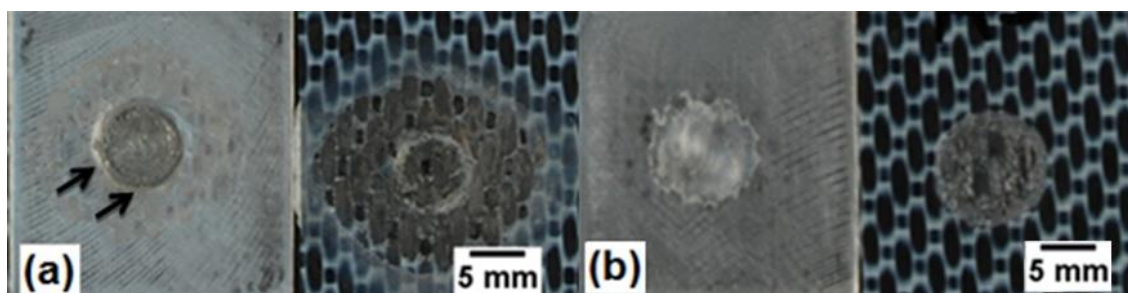


Figura 4.29: Superfícies de fratura (alumínio e compósito) das juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas na combinação de AAT (Condição D, Tabela 4.6) (a) e na combinação de BAT (Condição A, Tabela 4.6) (b).

4.3 Influência do tratamento superficial do alumínio no desempenho mecânico das juntas

Esta etapa do estudo (Etapa 3) se dedicou a investigar o efeito do tratamento superficial da chapa de alumínio sobre a estrutura e a resistência ao cisalhamento das juntas híbridas. As juntas foram produzidas na condição de FSpJ que resultou no melhor desempenho mecânico na Etapa 2 do estudo (Tabela 4.12).

Tabela 4.12: Combinação de parâmetros utilizada para produzir as juntas AA6181-T4/CF-PPS na Etapa 3 do estudo.

VR (rpm)	TU (s)	PP (mm)	FU (kN)	Vazão de ar (L/min)
1600	6	0,8	8,6	1,5

Os seguintes tratamentos foram realizados na superfície do alumínio: limpeza com acetona – chapa ranhurada (condição de recebimento) e lisa, lixamento com lixa P1200 e decapagem ácida com HNO₃. Também foram utilizados tratamentos combinados de lixamento com posterior tratamento em ácido nítrico. Já para o compósito foi realizado apenas a limpeza com acetona

para desengordurar e remover eventuais contaminantes presentes em sua superfície. A Figura 4.30 apresenta as superfícies das chapas após serem submetidas aos respectivos tratamentos superficiais.

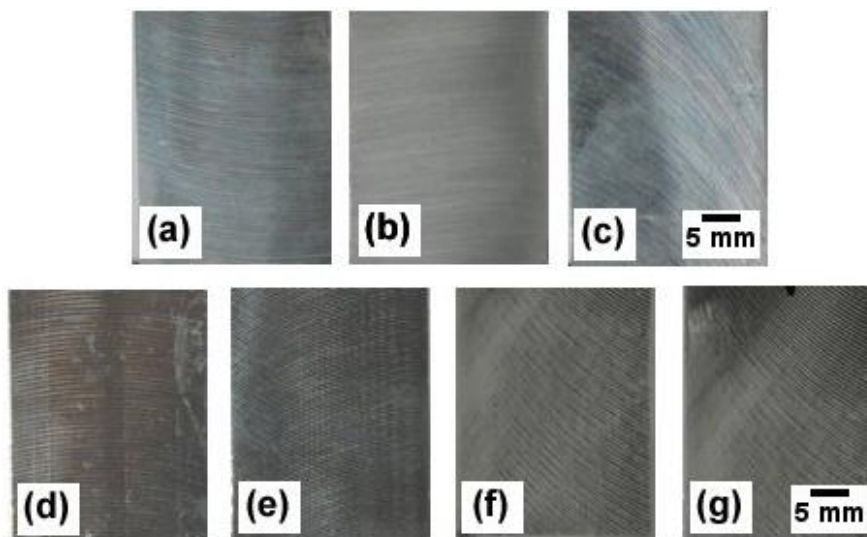


Figura 4.30: Superfícies da placa de alumínio: (a) Condição de recebimento - ranhuras; (b) Chapa lisa - sem ranhuras; (c) Decapagem ácida HNO_3 15 min; (d) Decapagem ácida HNO_3 25 min; (e) Decapagem ácida HNO_3 30 min; (f) Lixamento P1200; (g) Lixamento P1200 + decapagem HNO_3 30 min.

A junta no qual o alumínio foi previamente submetido à decapagem ácida por um tempo de 30 minutos obteve maior valor de força máxima de cisalhamento dentre os outros tempos testados, desta forma foi a condição selecionada para utilização em combinação com o lixamento.

4.3.1 Análise microstrutural das juntas

As juntas produzidas nesta etapa com diferentes tratamentos superficiais do alumínio apresentaram micrografias da secção transversal similares às juntas produzidas na combinação de AAT na Etapa 2 deste estudo (ver exemplo para a Condição D, na Figura 4.31-a).

A interface alumínio-compósito foi avaliada utilizando microscópio confocal a laser. A análise da interface mostrou a presença de vazios no filme

de PPS formado na interface das juntas. Considerando que a temperatura máxima medida próxima a esta região é de aproximadamente 400 °C, pode-se assumir que os vazios não estão relacionados a perda de massa da matriz polimérica por degradação, já que estudos realizados por Ma e colaboradores determinaram que a degradação térmica do PPS começa em aproximadamente 500 °C e se completa a 670 °C [130]. Como discutido anteriormente na seção 2.4.3.2, os vazios presentes no filme de PPS formado podem estar associados com: a) ar aprisionado na matriz polimérica viscosa devido ao rápido fechamento da ferramenta (setas brancas, Figura 4.31-b); b) contração térmica diferencial entre as fibras de carbono e o PPS durante o resfriamento que causa o desacoplamento do reforço fibroso da matriz de PPS (setas brancas, Figura 4.31-c).

As setas brancas na Figura 4.31-d indicam a presença de pequenos fragmentos de alumínio na matriz polimérica do compósito, os quais foram extraídos da chapa de alumínio devido à mudança de textura superficial do alumínio durante a formação do cerne metálico. Goushegir e colaboradores [11] mostraram que, dependendo da taxa de deformação imposta pela penetração da ferramenta durante o processo de FSpJ, poderá ocorrer a formação de microtrincas na superfície do alumínio, resultando no aumento da rugosidade superficial. Tal fenômeno também pode ser observado durante a estampagem de chapas de alumínio [131] e pode ser a explicação da formação de partículas metálicas na interface. Estudos mais aprofundados são necessários para entender esse fenômeno.

A Figura 4.31-e mostra a presença de fibras de carbono ancoradas nas irregularidades superficiais do alumínio. O travamento mecânico entre as fibras e a rugosidade do alumínio favorece o desempenho mecânico das juntas já que as fibras de carbono apresentam alta resistência mecânica. Outros estudos [11] [62] já citados na revisão bibliográfica deste trabalho reportaram a presença de fibras de carbono em contato com o alumínio em juntas produzidas por FSpJ. Este fenômeno de ancoramento de fibras foi associado com o aumento na resistência ao cisalhamento das juntas.

A combinação de parâmetros utilizada para produzir as juntas nesta etapa do trabalho foi suficiente para fundir o PPS em uma viscosidade adequada para fluir e preencher os poros e cavidades da superfície do alumínio, conforme pode ser apresentado em detalhes na Figura 4.31-f. Conforme foi apresentado anteriormente, o mecanismo de travamento micromecânico entre a matriz polimérica e o alumínio possui efeito benéfico no desempenho mecânico das juntas híbridas.

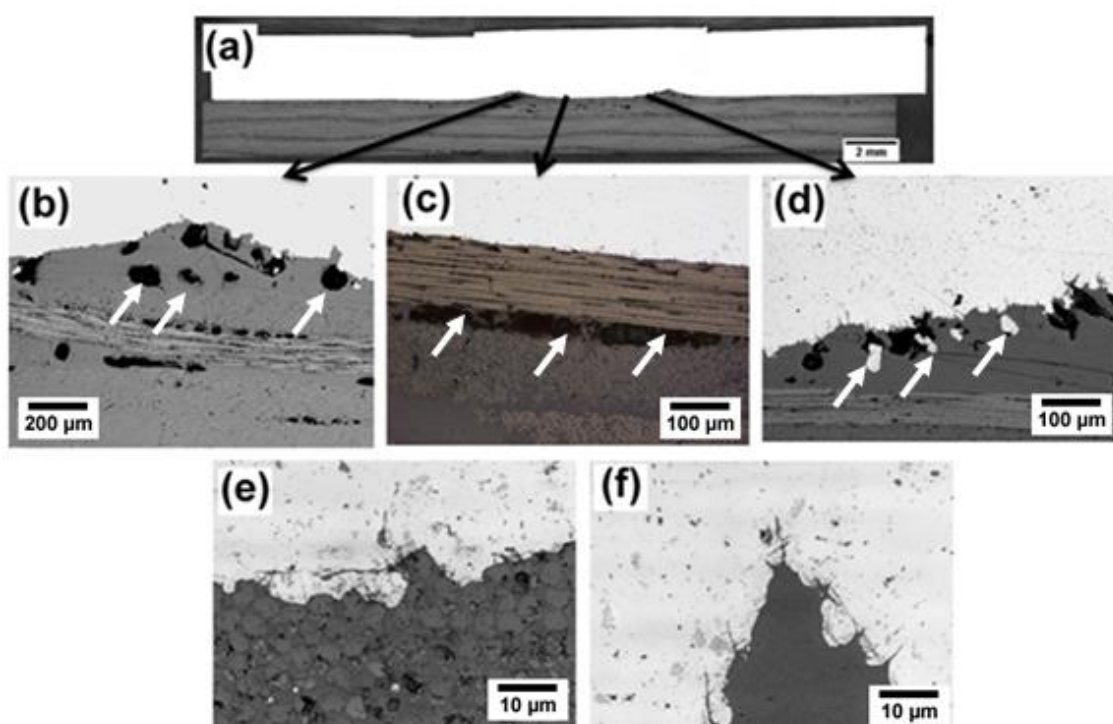


Figura 4.31: (a) Micrografia da seção transversal da junta AA6181-T4/CF-PPS produzida na combinação de AAT (Condição D, Tabela 4.6); b) vazios provenientes de aprisionamento de ar; c) vazios provenientes de contração diferencial; d) ruptura do alumínio devido a deformação plástica imposta pelo do processo; (e) aprisionamento de fibra de carbono nas cavidades superficiais do alumínio; (f) preenchimento da rugosidade do alumínio por PPS fundido e consolidado.

4.3.2 Resistência ao cisalhamento das juntas

As juntas produzidas nas diferentes condições de tratamento superficial do alumínio foram submetidas ao ensaio de cisalhamento sob tração. A Tabela 4.13 apresenta os valores médios e os desvios padrões das forças máximas de cisalhamento e os respectivos deslocamentos na força máxima das juntas analisadas. O Apêndice A apresenta todas as curvas força - deslocamento das juntas produzidas nesta etapa.

Tabela 4.13: Força máxima de cisalhamento e deslocamento na força máxima das juntas sobrepostas simples AA6181-T4/CF-PPS produzidas na combinação de AAT (Condição D, Tabela 4.6) em função do tipo de tratamento superficial da chapa de alumínio.

Tratamento superficial do alumínio	Força máxima de cisalhamento (N)	Deslocamento na força máxima (mm)
Condição de recebimento	708 ± 50	0,26 ± 0,02
Chapa lisa	729 ± 98	0,28 ± 0,04
HNO ₃ 15 min	656 ± 138	0,27 ± 0,06
HNO ₃ 25 min	757 ± 28	0,29 ± 0,02
HNO ₃ 30 min	800 ± 106	0,32 ± 0,04
Lixamento P1200	1526 ± 116	0,58 ± 0,08
Lixamento P1200 + HNO ₃ 30 min	1861 ± 204	0,58 ± 0,05

Os resultados apresentados na Tabela 4.13 mostram uma forte correlação entre a força máxima de cisalhamento e o deslocamento na força máxima das juntas. Quanto maior a força máxima de cisalhamento, maior também é o deslocamento, uma vez que as juntas apresentaram comportamento frágil nos ensaios mecânicos de cisalhamento. O tratamento superficial do alumínio que resultou no maior desempenho mecânico da junta AA6181-T4/CF-PPS foi a combinação do lixamento com grãos P1200 seguido do tratamento químico de decapagem ácida com HNO₃ por 30 minutos. Este tratamento combinado resultou em aumento de 160% na força máxima de cisalhamento (1861 ± 204 N) em relação à junta produzida nas mesmas condições de FSpJ, porém, utilizando

a chapa de alumínio na condição de recebimento (708 ± 50 N). O tratamento de lixamento sozinho apresentou ganho de 115% na força máxima de cisalhamento (1526 ± 116 N) em relação à junta produzida na condição de recebimento (708 ± 50 N). A utilização apenas do tratamento químico de decapagem ácida com HNO_3 apresentou efeito insignificante na resistência mecânica das juntas, independentemente do tempo de tratamento utilizado. Portanto, observa-se sinergismo entre os tratamentos lixamento e decapagem ácida com HNO_3 já que as juntas produzidas com o tratamento combinado apresentaram maiores forças máximas de cisalhamento em relação aos outros tratamentos testados. A discussão desse resultado será feita nas seções subsequentes. As superfícies de fratura das juntas submetidas ao ensaio de cisalhamento foram analisadas e são apresentadas na Figura 4.32. Com o objetivo de correlacionar o tipo de falha com o desempenho mecânico das juntas em cisalhamento, as duas condições do alumínio que resultaram em juntas com menores forças máximas de cisalhamento (condição de recebimento e decapagem ácida por 15 minutos) e os dois tratamentos que resultaram em juntas com maiores forças máximas de cisalhamento (lixamento com P1200 e tratamento combinado de lixamento e decapagem ácida) foram selecionados para o estudo da superfície de fratura das juntas.

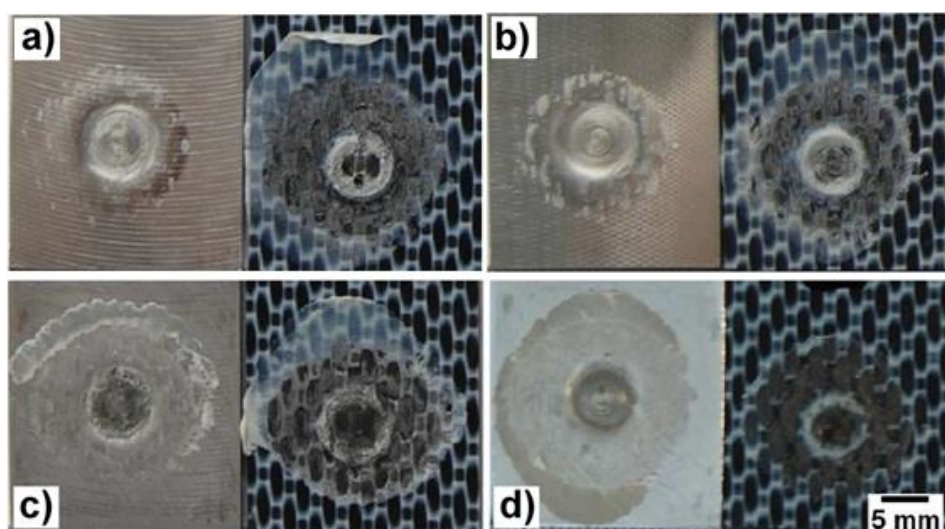


Figura 4.32: Superfícies de fratura das juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas na combinação de AAT (Condição D, Tabela 4.6) em função do tratamento

superficial da chapa de alumínio: a) condição de recebimento; b) decapagem ácida HNO_3 por 15 minutos; c) lixamento com P1200 e d) tratamento combinado de lixamento e decapagem ácida.

Pode-se observar nas imagens da Figura 4.32 que há uma correlação entre o desempenho mecânico das juntas no ensaio de cisalhamento e a superfície de fratura das juntas em função do tipo de tratamento superficial no qual o alumínio foi submetido. O modo de falha apresentado pelas juntas que obtiveram melhores desempenhos mecânicos (Figura 4.32-c e Figura 4.32-d, lixamento com P1200 e decapagem ácida combinado de lixamento, respectivamente) foi predominantemente coesivo, no qual parte do filme de PPS formado durante o processo permanece aderida ao metal e parte adere ao compósito e a falha ocorre através da camada de PPS formada durante o processo, indicando bom ancoramento do PPS no metal após tratamento superficial. Já para as condições de tratamento superficial do alumínio que resultaram em desempenho mecânico inferior (condição de recebimento e decapagem ácida por 15 minutos Figura 4.32-a e Figura 4.32-b) foi verificada falha predominantemente adesiva, na qual o filme de PPS formado na interface durante o processo descola da superfície do alumínio. A fratura coesiva resulta em resultados superiores de força de cisalhamento, pois a trinca se propaga através do adesivo, requerendo maiores níveis de esforços para ocorrência da fratura total do adesivo. A falha adesiva ocorre devido ao baixo nível de forças adesivas/ancoragem do adesivo de PPS sobre o substrato de alumínio.

Fenômenos semelhantes aos observados nesse trabalho para transição da falha mista adesiva-coesiva para a falha predominantemente coesiva após tratamento superficial foram reportadas na literatura. Saleema e colaboradores [87] avaliaram o efeito do tratamento superficial químico em juntas da liga de alumínio 6061 obtidas por colagem com adesivo epóxi bicomponente. Os pesquisadores observaram que após o tratamento superficial do alumínio 6061 em NaOH por 30 minutos a falha no adesivo de epóxi ocorria de forma totalmente coesiva resultando em aumento de 50% na resistência ao cisalhamento das juntas. Mitschang e colaboradores [80] estudaram a união de alumínio e

compósito de poliamida 66 reforçada com fibra de carbono através da técnica de soldagem por indução. Nesse trabalho o alumínio foi submetido a diversos tratamentos e foi mostrado que quanto maior a quantidade de polímero aderido à superfície metálica maior é a resistência ao cisalhamento das juntas.

4.3.3 Molhabilidade superficial do PPS no alumínio

No presente estudo o molhamento reflete a capacidade do PPS fundido formado durante a FSpJ espalhar sobre a superfície do alumínio tratado superficialmente, sendo uma das premissas para ocorrência de boa adesão. O molhamento foi investigado por meio de medida do ângulo de contato de grânulo do PPS fundido sobre a superfície do alumínio seguindo os procedimentos apresentados na Seção 3.11.

A Figura 4.33 apresenta imagens fotográficas relativas à molhabilidade do grânulo de PPS fundido sobre superfícies de chapas de alumínio com os diferentes tratamentos superficiais realizados.



Figura 4.33: Influência do tratamento superficial do alumínio no ângulo de contato do PPS fundido: a) tal como recebido; b) lixamento + HNO_3 por 30 min.; c) HNO_3 por 30 min. d) lixamento P1200

A Tabela 4.14 apresenta os valores obtidos para o ângulo de contato do PPS fundido sobre o alumínio em função dos diferentes tratamentos superficiais realizados. O ângulo de contato foi medido duas vezes para cada tratamento analisado e os valores são apresentados.

Tabela 4.14: Valores do ângulo de contato do PPS fundido sobre a superfície do alumínio em função do tipo de tratamento superficial.

Tratamento Alumínio	Ângulo de contato 1 (°)	Ângulo de contato 2(°)
Condição de recebimento	101	104
Decapagem HNO ₃ 30 min	76	79
Lixamento P1200	61	68
Lixamento + HNO ₃ 30 min	91	86

A Tabela 4.14 mostra que todos os tratamentos superficiais realizados no alumínio resultaram na redução do ângulo de contato do PPS fundido sobre a superfície com relação à condição de recebimento. O tratamento superficial do alumínio que gerou maior redução do ângulo de contato do PPS fundido foi o lixamento, o que se deve ao aumento da área de contato entre o PPS fundido e o substrato de alumínio.

Era esperado que quanto menor o ângulo de contato, maior seria a molhabilidade da superfície, resultando em maior área de adesão e, conseqüentemente, melhor desempenho mecânico das juntas híbridas. Entretanto, foi observado que, apesar de não apresentar o menor ângulo de contato, o tratamento combinado de lixamento seguido por decapagem ácida (Figura 4.33-b) resultou na maior resistência ao cisalhamento da junta AA6181-T4/CF-PPS como apresentado na Tabela 4.13. Mitschang e colaboradores [80] estudaram juntas de alumínio AlMg3 tratado e compósito de poliamida 6 reforçada com fibra de carbono produzidas por soldagem por indução e também não encontraram relações diretas entre a energia superficial do alumínio, representada nesse estudo pelo ângulo de contato, e a resistência mecânica das juntas.

Estudos adicionais devem ser realizados para verificar as mudanças superficiais geradas pelo tratamento químico de decapagem ácida e verificar a ativação de outros mecanismos adicionais de adesão nas juntas AA6181-T4/CF-PPS.

4.3.4 Rugosidade superficial do alumínio

A medida da rugosidade superficial do alumínio foi realizada com objetivo de verificar a sua relação com a molhabilidade (tensão superficial) do alumínio e a resistência ao cisalhamento das juntas híbridas, já que esta apresenta um papel importante no mecanismo de travamento mecânico das partes unidas. As rugosidades médias (R_a) das chapas de alumínio foram medidas seguindo procedimento apresentado na Seção 3.5. Para cada condição de tratamento superficial, a rugosidade foi medida em três diferentes direções da chapa de alumínio e os valores médios com os respectivos desvios padrão foram calculados. A Tabela 4.15 apresenta esses resultados em função do tratamento superficial do alumínio, juntamente com os valores de força máxima de cisalhamento das juntas.

Tabela 4.15: Tratamentos superficiais e rugosidades da chapa de alumínio com os respectivos valores de força máxima de cisalhamento de juntas sobrepostas simples AA6181-T4/CF-PPS produzidas na combinação de AAT (Condição D, Tabela 4.6).

Tratamento superficial	Rugosidade R_a	Força máxima de cisalhamento (N)
Condição de recebimento	$1,04 \pm 0,43$	708 ± 50
Chapa lisa	$0,2 \pm 0,01$	796 ± 98
HNO ₃ 15 min	$1,03 \pm 0,42$	656 ± 138
HNO ₃ 25 min	$0,99 \pm 0,57$	757 ± 28
HNO ₃ 30 min	$1,07 \pm 0,04$	800 ± 106
Lixamento com grão P1200	$0,36 \pm 0,04$	1526 ± 116
P1200 + HNO ₃ 30 min	$0,44 \pm 0,01$	1861 ± 204

As chapas de alumínio na condição de recebimento e após tratamento de decapagem ácida em HNO₃ apresentaram os maiores valores de rugosidade média R_a devido à presença de ranhuras provenientes do processo de usinagem, conforme pode ser observado na Figura 4.34. Após a remoção das

ranhuras por lixamento com grão P1200 observou-se redução no valor de $R_a = 1,04 \mu\text{m}$ (condição de recebimento) para $0,36 \mu\text{m}$ (lixada com grão P1200). Também foi verificada a formação de uma superfície com poros e irregularidades melhores distribuídos, resultando em menor desvio padrão para a rugosidade média em relação à superfície do alumínio na condição de recebimento, conforme pode ser observado na Figura 4.36. Não foram verificadas diferenças significativas entre os valores de rugosidade média R_a para as chapas de alumínio tratadas com diferentes tempos de tratamento químico em HNO_3 da placa de alumínio, refletindo em valores similares de força máxima de cisalhamento obtido pelas juntas.

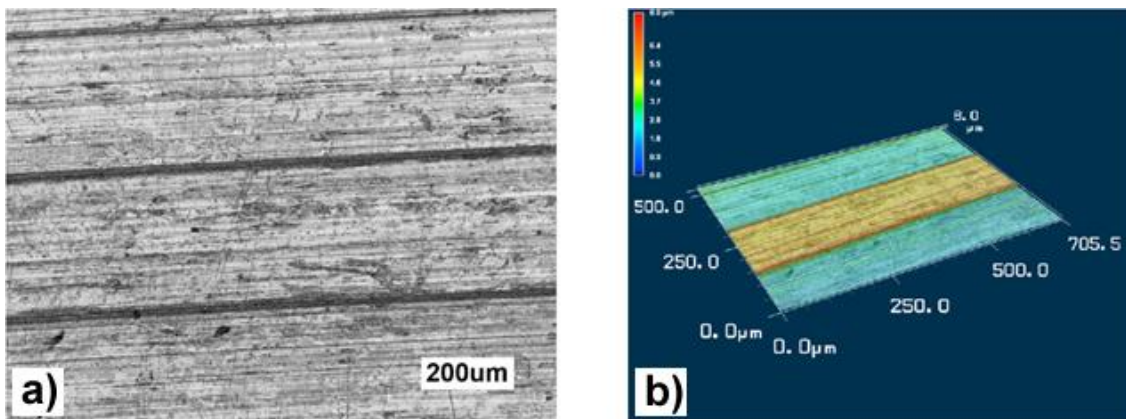


Figura 4.34: Superfície do alumínio na condição de recebimento: a) micrografia a laser; b) imagem topográfica.

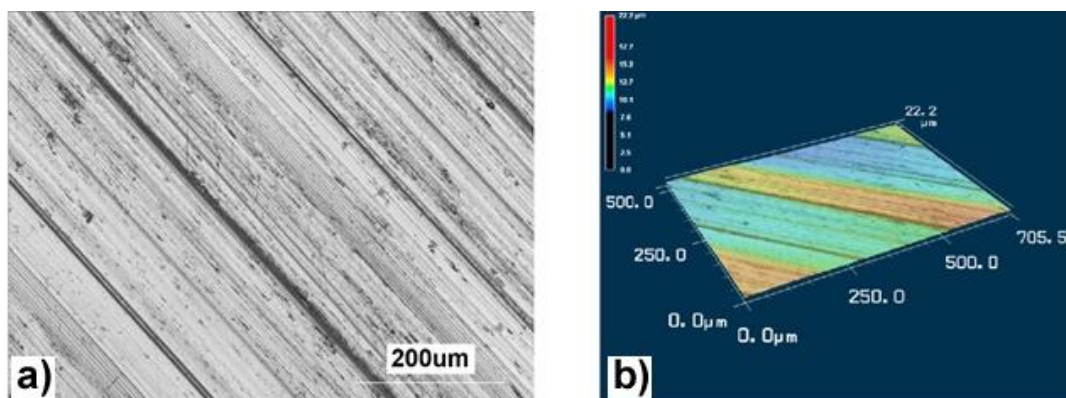


Figura 4.35: Superfície do alumínio na condição tratada por decapagem ácida em HNO_3 por 15 minutos: a) micrografia a laser; b) imagem topográfica.

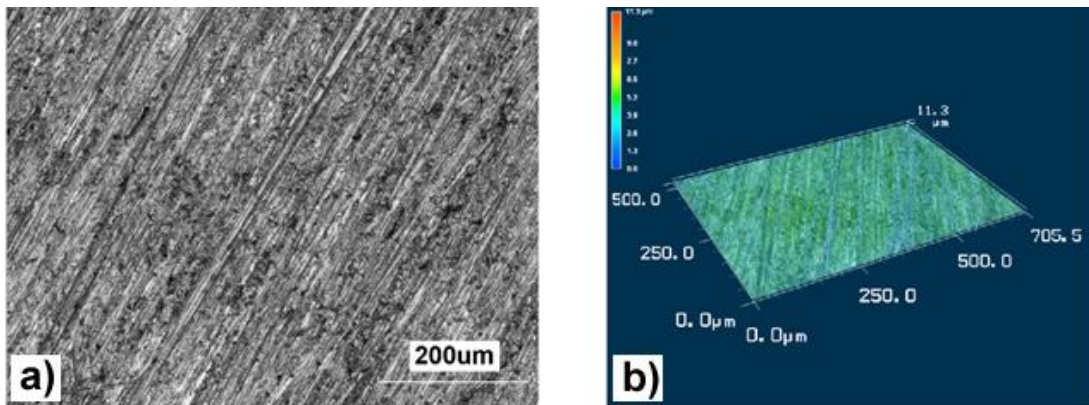


Figura 4.36: Superfície do alumínio após lixamento com grão P1200: a) micrografia a laser; b) imagem topográfica.

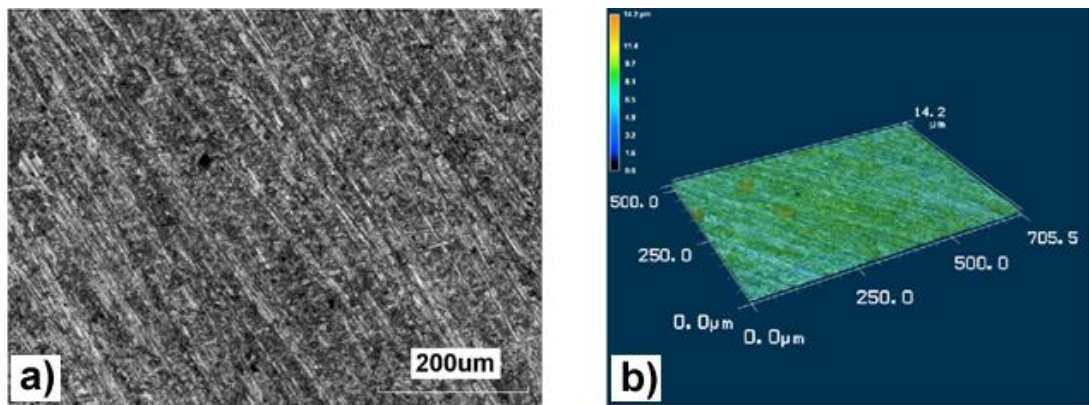


Figura 4.37: Superfície do alumínio após lixamento com grão P1200 seguido por decapagem ácida com HNO_3 por 30 minutos: a) micrografia laser; b) imagem topográfica.

O tratamento combinado de lixamento e decapagem ácida não provocou mudanças significativas em relação à superfície do alumínio apenas tratado com lixamento, conforme pode ser observado na Figura 4.37.

Além disso, a baixa variação na rugosidade entre a amostra lixada ($R_a = 0,36 \pm 0,04$ microns) e a tratada com lixamento e HNO_3 por 30 min ($R_a = 0,44 \pm 0,01$ microns) ajuda a confirmar que a molhabilidade para a amostra tratada de modo combinado, deve estar sendo influenciada por uma modificação química da superfície relacionada a conversão química ocasionada pelo ácido nítrico. Assim, a ativação química da superfície originada pelo tratamento com o ácido nítrico aumenta a resistência ao cisalhamento para essa junta.

No presente estudo foi verificado que para as juntas híbridas AA6181-T4/CF-PPS produzidas por FSpJ a força máxima de cisalhamento cresce com a rugosidade média Ra da superfície do alumínio até certo nível ($Ra=0,44 \mu\text{m}$). Níveis superiores ao nível ótimo de Ra resultam na redução da força máxima de cisalhamento suportada pelas juntas, conforme mostrado na Figura 4.38. Conforme comentado na revisão bibliográfica para se ter uma boa adesão a camada de PPS fundido deverá molhar o substrato e possuir propriedades reológicas para preencher os poros e irregularidades superficiais em tempo razoável. A redução da força máxima de cisalhamento suportada pelas juntas acima do nível ótimo de Ra pode estar associada com a maior dificuldade de preenchimento dos vales mais acentuados formados em superfícies com maiores rugosidades médias. Desta maneira deve-se ter um balanço entre a rugosidade superficial, distribuição dos poros e também propriedades reológicas do polímero fundido, controladas através dos parâmetros de processo velocidade rotacional e tempo de união, para produzir juntas com maiores forças máximas de cisalhamento.

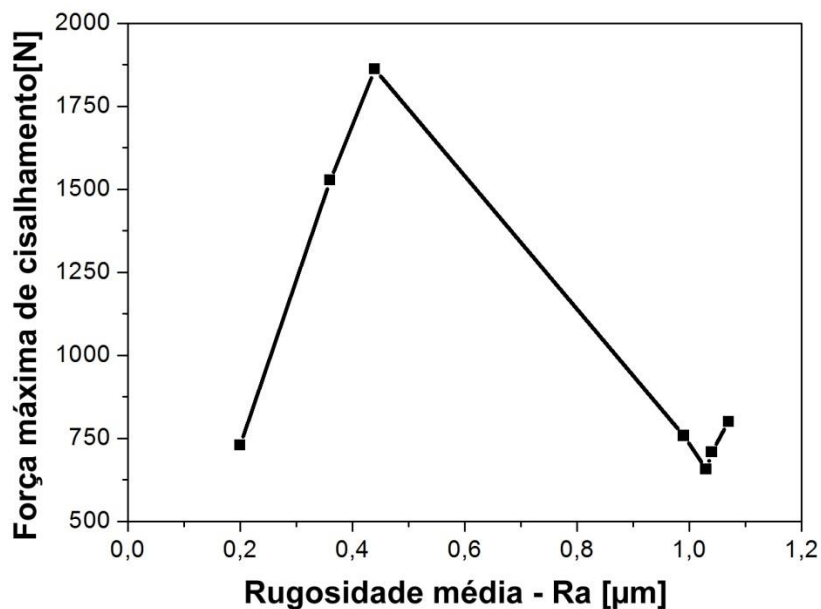


Figura 4.38: Influência da rugosidade média Ra na força máxima de cisalhamento das juntas AA6181-T4/CF-PPS

Resultados similares foram obtidos por Borsellino e colaboradores [88]. Os pesquisadores estudaram o efeito da rugosidade superficial do alumínio 6082 na resistência ao cisalhamento de juntas adesivadas com adesivos base poliéster, viniléster e epoxi. Nesse estudo, as juntas coladas apresentaram aumento na resistência ao cisalhamento com o aumento da rugosidade superficial até uma rugosidade ótima. O aumento da rugosidade em níveis superiores à rugosidade ótima não resultou no aumento da resistência ao cisalhamento das juntas e em alguns casos ocorreu a redução desta.

Ao contrário do presente estudo, outros trabalhos [84] [132] não encontraram mudanças significativas na resistência ao cisalhamento com o aumento da rugosidade superficial por meio de tratamentos mecânicos em juntas de alumínio com alumínio unidas por adesivo epoxi. Os resultados contrastantes devem-se ao fato de que cada pesquisador utilizou diferentes combinações de substratos, adesivos e geometria das juntas [133].

4.4 Síntese dos resultados e da discussão

O presente trabalho apresentou o estudo da influência de parâmetros da união pontual por fricção (FSpJ) e do tratamento superficial do alumínio sobre a microestrutura e resistência mecânica de juntas híbridas de alumínio 6181-T4 e compósito laminado de PPS e fibra de carbono. As principais conclusões do estudo são apresentadas a seguir na forma de tópicos.

- As juntas AA6181-T4/CF-PPS produzidas na geometria de junta sobreposta dupla apresentaram força máxima de cisalhamento variando de 2107 ± 470 a 3523 ± 527 N conforme a combinação de parâmetros FSpJ utilizada. As juntas com maiores desempenhos mecânicos foram produzidas em condições que combinavam alto aporte térmico e profundidade de penetração suficiente para a formação do cerne metálico responsável pelo intertravamento das chapas.

- A penetração excessiva da ferramenta resultou na ruptura da zona de mistura das juntas, fenômeno nomeado como *broken stir zone*, bsz, provocando a quebra da região central das juntas. A ocorrência da bsz também está associada ao aporte térmico resultante da combinação de parâmetros FSpJ selecionada. Para a mesma combinação de materiais, em níveis inferiores de aporte térmico a bsz ocorre em menores profundidades de penetração da ferramenta.

- O planejamento de experimentos Taguchi e a análise de variância mostraram que a velocidade rotacional é o parâmetro de processo com maior influência sobre a resistência ao cisalhamento das juntas, seguidos pelo tempo de união, profundidade de penetração da ferramenta e força de união.

- No intervalo de tempo de união avaliado, entre 2 e 6 segundos, as juntas apresentaram aumento contínuo na resistência ao cisalhamento com o aumento do tempo de união. Este aumento da resistência ao cisalhamento das juntas foi

associado à formação de maiores áreas adesivas de PPS na interface polímero-metal.

- No intervalo da profundidade de penetração avaliado, entre 0,75 e 1,15 mm, as juntas apresentaram aumento contínuo na resistência ao cisalhamento com a profundidade de penetração da ferramenta. Este aumento da resistência foi associado à maior área de travamento mecânico gerado pela formação do cerne metálico. Juntas produzidas com profundidade de penetração acima de 1,00 mm apresentaram aumento mais acentuado na resistência ao cisalhamento devido ao ancoramento de fibras de carbono na superfície do alumínio.

- O tamanho e forma do cerne metálico são influenciados não apenas pelo parâmetro profundidade de penetração, como se acreditava anteriormente, mas também pela formabilidade local do metal, já que juntas produzidas com a mesma profundidade de penetração apresentaram diferentes níveis de travamento mecânico de chapas conforme o aporte térmico utilizado para produção das juntas.

- As juntas apresentaram redução na resistência ao cisalhamento com o aumento da taxa de resfriamento para as duas combinações de aporte térmico estudadas (alto e baixo aporte térmico). A redução na resistência mecânica foi atribuída ao aumento das tensões térmicas residuais induzidas na interface polímero-metal

- As regiões das juntas mais próximas da ferramenta apresentaram temperaturas de pico médias medidas pela câmera de infravermelho de 416 °C para a condição de AAT e 254 °C para a condição de BAT. Nas duas condições analisadas (BAT e AAT), mudanças microestruturais tanto no metal quanto na matriz polimérica foram notadas. A zona afetada pelo calor no caso das juntas na condição AAT foi superior em relação às juntas produzidas na condição de BAT. Na condição de AAT a zona de mistura se estendeu até a interface com a placa do compósito.

- Nas duas combinações de aporte térmico estudadas, BAT e AAT, foram verificadas formação de zonas de transformações microestruturais tanto para o alumínio quanto para o compósito CF-PPS. Nas juntas unidas na combinação de BAT, a ZM apresentou microdureza superior ao material baseo que foi associada ao refino dos grãos de alumínio devido à recristalização dinâmica. Já para a combinação de AAT, a diminuição da dureza na ZM foi atribuída a fenômenos como o coalescimento de partículas e recozimento com a temperatura elevada.

- O tratamento superficial do alumínio que resultou sozinho no maior aumento da força máxima de cisalhamento de juntas produzidas na configuração junta sobreposta simples foi o de lixamento, resultando em um aumento de 115% em relação à condição de recebimento (de 708 ± 50 N para 1526 ± 116 N).

- O tratamento do alumínio por lixamento combinado com a decapagem ácida resultou em um aumento de 160% na força máxima de cisalhamento das juntas em relação à condição de recebimento (de 708 ± 50 N para 1861 ± 204 N). Todos os tratamentos superficiais realizados reduziram o ângulo de contato do PPS fundido sobre o alumínio, aumentando a molhabilidade do polímero sobre o metal. A rugosidade superficial apresenta efeito benéfico até determinado nível ($R_a = 0,44 \mu\text{m}$). Juntas produzidas com alumínio com rugosidade em níveis superiores ao nível ótimo apresentaram menor força máxima de cisalhamento.

- As juntas produzidas com o tratamento superficial de lixamento e lixamento combinado com HNO_3 apresentaram fratura predominantemente coesiva, resultando em maiores forças de cisalhamento devido à maior ancoragem da camada de PPS na superfície do alumínio. Para outras condições de tratamento testadas, foi verificada a falha adesiva com baixo nível de forças adesivas/ancoragem da camada de PPS formada durante o processo sobre o substrato, resultando apenas no seu descolamento após as juntas serem submetidas ao cisalhamento.

5 CONCLUSÕES

As faixas dos parâmetros de processo FSpJ selecionados através da metodologia OFAT foram: Velocidade rotacional: 1200; 1400 e 1600 rpm; Profundidade de penetração: 0,75; 1,00 e 1,15 mm; Tempo de união: 2; 4 e 6 s; Força de união: 6,8; 7,5 e 8,3 kN. Os níveis selecionados para cada parâmetro alimentaram o planejamento de experimentos Taguchi onde foi verificado a influência de cada parâmetro de processo sobre a resposta força máxima de cisalhamento. Os parâmetros de maior influência na força máxima de cisalhamento das juntas foram a velocidade rotacional seguido pelo tempo de união, profundidade de penetração e por último a força de união. A dominância dos dois primeiros parâmetros se deve ao fato deles serem responsáveis pelo aporte térmico gerado durante a produção das juntas. O nível de aporte térmico gerado pela combinação adequada dos parâmetros velocidade rotacional e tempo de união tem uma grande influência nos dois principais mecanismos de união das juntas: (1) forças adesivas geradas pela fusão e consolidação do PPS na interface das juntas e (2) forças geradas pelo intertravamento mecânico das placas com a formação do cerne metálico. No primeiro mecanismo, o aporte térmico provoca a fusão/amolecimento do PPS da interface com a chapa metálica, reduzindo sua viscosidade e garantindo o preenchimento da rugosidade superficial e molhamento do alumínio pelo polímero. Baixo aporte térmico reduzirá a viscosidade, dificultando o preenchimento da rugosidade superficial do alumínio e, conseqüentemente, o desempenho mecânico das juntas. No caso do segundo mecanismo, o aporte térmico terá papel fundamental no aumento da formabilidade da liga de alumínio, facilitando desta forma a deformação da chapa endentada no compósito. A combinação de alto aporte térmico com alta penetração da ferramenta garantiu a formação de juntas sobrepostas duplas com força máxima de cisalhamento de até 3523 N.

Duas combinações extremas de parâmetros foram selecionadas baseando-se no aporte térmico gerado: (1) baixo aporte térmico, BAT: 1200 rpm; 2 s; 0,8 mm e 8,6 kN e (2) alto aporte térmico, AAT: 1600 rpm; 6 s; 0,8 mm e 8,6 kN. A combinação de BAT resultou em temperatura máxima de processo medida

pela câmera de infravermelho de 255 °C, já a combinação de AAT resultou em temperaturas máximas de processo de 419 °C medida próxima da ferramenta. Apesar da temperatura máxima apresentada pela condição de BAT ser inferior à temperatura de fusão do PPS (280 °C), foi verificado na superfície de fratura das juntas traços da ocorrência de fusão do PPS durante o processo. Em ambas as combinações utilizadas foram verificadas a formação de zonas microestruturais e também modificações nas propriedades micromecânicas medidas através do ensaio de microdureza dos materiais.

A influência da taxa de resfriamento das juntas foi avaliada variando a vazão de ar de resfriamento no qual as juntas são submetidas após o final do processo. As juntas produzidas em maiores taxas de resfriamento apresentaram menores forças máximas de cisalhamento para as duas combinações de parâmetros analisadas: BAT e AAT. A avaliação do filme de PPS formado na interface das juntas através da técnica de DSC mostrou que o grau de cristalinidade das amostras extraídas da interface não variou com taxa de resfriamento aplicada. Desta forma, a redução do desempenho das juntas em maiores taxas de resfriamento foi associada ao choque térmico responsável por tensões residuais na área de união das chapas.

A superfície do alumínio foi tratada de modo a explorar o mecanismo de molhamento do polímero fundido sobre a superfície metálica. As juntas produzidas com o alumínio lixado e tratado quimicamente com HNO₃ alcançaram força máxima média de cisalhamento de 1861 +- 204 N. O aumento de 160% na força máxima de cisalhamento em relação à junta produzida com alumínio na condição de recebimento foi associado à melhor distribuição da rugosidade, além do aumento da molhabilidade do PPS fundido sobre a chapa de alumínio (menor ângulo de contato).

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A partir dos resultados obtidos neste trabalho, alguns estudos adicionais são sugeridos:

- Avaliação da distribuição de tensão residual na chapa alumínio através de elementos finitos com o objetivo de prever a ocorrência da broken stir zone nas juntas durante o processamento.
- Avaliação da influência da força de união na microestrutura e resistência ao cisalhamento das juntas em um intervalo de força de união mais amplo em relação ao que foi estudado no trabalho.
- Caracterização da interface alumínio-compósito das juntas com o objetivo de estudar os mecanismos de adesão responsáveis pelo aumento da resistência ao cisalhamento das juntas após tratamento superficial do alumínio.
- Avaliação das juntas híbridas após condições de envelhecimento acelerado, fadiga e fluência.

7 REFERÊNCIAS

- [1] HELMS, H.; HÖPFNER, U. **Energy Savings by Lightweighting**. IFEU – Institute for Energy and Environmental Research. Heidelberg, Alemanha. 2004.
- [2] GHASSEMIEH, E. **New Trends and Developments in Automotive Industry**. Intech. 2011.
- [3] COLE, G.; SHERMAN, A. M. Lightweight materials for automotive application. **Steel World**, v. 1, p. 75-83, 1997.
- [4] MORITA, A. **Aluminium alloys for automobile applications**. ICAA-6. Toyohashi, Japan. p. 25-32, 1998.
- [5] AMANCIO-FILHO, S. T.; SANTOS, J. F. Joining of polymers and polymer-metal hybrid structures: Recent developments and trends. **Polym. Eng. Sci.**, p.1461-1476, 2009.
- [6] BOEING. 787 Dreamliner Program Facts. Disponível em: <<http://www.boeing.com/commercial/787family/programfacts.html>>. Acesso em: 31 Maio 2012.
- [7] YOUSEFPOUR, A.; HOJJATI, ; IMMARIGEON, J.-P. Fusion bonding/welding of thermoplastic composites. **Journal of thermoplastic composite materials**, p. 303-341, 2004.
- [8] AMANCIO-FILHO, S. T.; DOS SANTOS, J. F. **Method for joining metal and plastic**. European Patent EP 2329905 B1, 2012.
- [9] AMANCIO-FILHO, S. T.; BUENO, C.; DOS SANTOS, J.; HUBER, N.; HAGE JR., E. On the Feasibility of Friction Spot Joining in Magnesium / Fiber Reinforced Polymer Composite hybrid Structures. **Mat. Sci. Eng. A**, p. 3841–3848, 2011.
- [10] AMANCIO-FILHO, S. T.; OLIVEIRA, P. H.; BUENO, C.; HOPPE, A.; DOS SANTOS, J. F.; HAGE JR., E. **Recent advances in joining of polymer and polymer-metal hybrid structures by friction-based spot welding techniques**. Proceedings for ANTEC 2010. Orlando, 2010.

- [11] GOUSHEGIR, S. M.; DOS SANTOS, J. F.; AMANCIO-FILHO, S. T. Friction Spot Joining of aluminum AA2024/carbon-fiber reinforced poly(phenylene sulfide) composite single lap joints: Microstructure and mechanical performance. **Materials and Design**, p. 196-206, 2014.
- [12] HIRSCH, J. **Aluminium in innovative light-weight car design**. Lightweight Vehicle Structure Conference. Alemanha: 2010.
- [13] TENCATE ADVANCED COMPOSITES. TenCate composites - markets and customers, 2010. Disponível em: <<http://www.tencate.com/txtures/winter-2010/TenCate-composites-markets-and-customers.aspx>>. Acesso em: 22 Dezembro 2014.
- [14] HZG. Advanced Polymer-Metal Hybrid Structures, 2012. Disponível em: <http://www.hzg.de/institute/materials_research/structure/materials_mechanics/nwg/index.html.en>. Acesso em: 29 Agosto 2012.
- [15] ASM INTERNATIONAL. ASM Handbook: Properties and Selection: Nonferrous alloys and special-purpose materials. v. 2, 1992.
- [16] CALLISTER-JR., W. D. **Materials Science and Engineering: an introduction**. 7. ed.: John Wiley & Sons, 2007.
- [17] RAMOS, F. D. Influência do perfil da ferramenta e velocidade de rotação na solda ponto por fricção e mistura mecânica das ligas AA6181-T4 e Mg-AZ31. **Tese de doutorado em engenharia - Universidade Federal do Rio grande do Sul (UFRGS)**, Porto Alegre, 2008.
- [18] MILLER, W.S.; ZHUANG, J.; BOTTEMA, J.; WITTEBROOD, A.J.; DE SMET, P.; HASZLER, A., VIEREGGE, A. Recent development in aluminium alloys for the automotive industry. **Materials Science and Engineering**, p.37-49, 2000.
- [19] ALCAN AUTOMOTIVE. **Technical Data Sheet Ecodal - 608 (AA 6181A)**. 2002.
- [20] ROSENDO, T. ; PARRA, B. ; TIER, M.A.D. ; DA SILVA, A.A.M.; DOS SANTOS, J.F. ; STROHAECKER, T.R. ; ALCANTARA, N.G.. Mechanical and microstructural investigation of friction spot welded AA6181-T4 aluminium alloy. **Materials and Design**, p. 1094-1100, 2011.

- [21] ASM INTERNATIONAL. ASM Handbook. **Heat Treating**. v. 4, 1991.
- [22] MERKEL, M.; THOMAS, K.-H. **Handbook of Materials**. Leipzig: Fachbuchverlag Leipzig, 2000.
- [23] SCHWENK, C. **FE-Simulation des Schweißverzugs laserstrahlgeschweißter dünner Bleche**. Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung. 2007.
- [24] MARK, J. E. **Polymer Data Handbook**: Oxford University Press, 1999.
- [25] ODIAN, G. **Principles of polymerization**. 4th. ed.: Wiley-Interscience, 2004.
- [26] TENCATE ADVANCED COMPOSITES. **CETEX-PPS Guide Lines**, 2011.
- [27] TENCATE ADVANCED COMPOSITES. **Datasheet PPS**, 2012.
- [28] SPRUIELL, J. E.; JANKE, C.J. **A review of the measurement and development of crystallinity and its relation to properties in neat poly(phenylene sulfide) and its fiber reinforced composites**. TN: Oak Ridge National Laboratory, Department of Energy. (Technical Report, ORNL/ TM-2004/304). 2004.
- [29] TABOR, B. J.; MAGRE, E. P.; BOON, J. The crystal structure of poly-p-phenylene sulphide. **European Polymer Journal**, p. 1127-1133 1971.
- [30] LOVINGER, A. J.; PADDEN, F. J.; DAVIS, D. D. Structure of poly (p-phenylene sulphide). **Polymer**, p. 229-232, 1988.
- [31] UEMURA, A.; ISODA, S.; TSUJI, M.; OHARA, M.; KAWAGUCHI, A.; KATAYAMA, K. **Bulletin of the Institute for Chemical Research**, Kyoto University , p. 66-77, 1986.
- [32] NOHARA, L. B. E. A. Study of crystallization behavior of poly(Phenylene Sulfide). **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, p. 104-110, 2006.
- [33] LEE, T.H.; BOEY, F.Y.C.; KHOR, K.A. On the determination of polymer crystallinity for a thermoplastic PPS composite by thermal analysis. **Composite Science and Technology**, v. 53, p. 259-274, 1995.

- [34] LENFERINK, R. Ten Cate Advanced Composites: Personal Communication, 2003.
- [35] BRADY, D. G. The crystallinity of poly (phenylene sulfide) and its effect on polymer properties. **Journal of Applied Polymer Science**, p. 2541-2551 1976
- [36] DEPORTER, J.; BAIRD, D. G. The effects of thermal history on the structure/property relationship in polyphenylenesulfide/carbon fiber composites. **Polymer Composites**, p. 201-213, 1993.
- [37] TICONA. Fortron - Polyphenylene Sulphide (PPS). **Catálogo de exposição**, 2012.
- [38] COSTA, G. G. D. Avaliação da influência dos ciclos térmicos nas propriedades dos compósitos termoplásticos de PPS e PEI com fibras de carbono e vidro conformados por prensagem a quente. **Tese de mestrado - Instituto Tecnológico de Aeronáutica**, São José dos Campos, 2006.
- [39] PORTT, A. B.; STILL, R. H. Synthesis and characterisation of poly(arylene sulphides) - Part 4. Curing and degradation studies. **Polimer degradation and stability 2**, p. 1-22, 1980.
- [40] LAGE, L. G.; KAWANO, Y. Estudos Sobre a Cinética de Decomposição Térmica do Poli(Sulfeto de Fenileno). **Polímeros**, 1999.
- [41] WISE, R. J.; WATSON, M. N. A New approach for joining plastics and metals. **Proceedings of the 50th Annual Technical**, ANTEC, p. 2113-2116 1992, 1992.
- [42] AGEORGES, C.; YEA, L.; HOUB, M. Advances in fusion bonding techniques for joining thermoplastic matrix. **Composites: Part A**, n. 32, p. 839-857, 2001.
- [43] VILLEGAS, I. F. **Análisis del proceso de soldadura por resistencia en materiales compuestos de matriz termoplástica de interés aeronáutico**. Escuela Técnica Superior de Ingenieros Aeronáuticos. Tese (Doutorado), 2004.

- [44] OLIVEIRA, P. H. F.; AMANCIO, S. T. . D. S. J. F.; HAGE JR., E. Preliminary study on the feasibility of friction spot welding in PMMA. **Materials letters**, p. 2098-2101, 2010.
- [45] JUNIOR, W.; EMLER, T.; ABETZ, C.; HANDGE, U.; DOS SANTOS, J.; AMANCIO-FILHO, S.T. Friction Spot Welding of PMMA with PMMA/Silica and PMMA/Silica-g-PMMA Nanocomposites Functionalized via ATRP. **Polymer**, p. 5146-5159, 2014.
- [46] ROSENDO, T. D. S. **Estudo do desempenho mecânico de solda(s) ponto por fricção(FSpW) da liga AA6181-T4**. UFRGS. Porto Alegre, Tese de doutorado. 2009.
- [47] AMANCIO-FILHO, S. T. Friction Spot Joining of lightweight metals and fiber-reinforced polymer hybrid structures. **Raiser Innovation preis**, 2011.
- [48] ESTEVES, J. V.; AMANCIO, S. T.; SANTOS, J. F.; CANTO, L. B.; HAGE JR., E. **Friction Spot Joining of aluminium 6181-T4 and carbon fiber reinforced poly(phenylene sulfide)**. ANTEC. Orlando, FL: .p. 418, 2012.
- [49] AWAJAA, F.; GILBERT, M.; KELLY, G.; FOX, B.; PIGRAM, P. Adhesion of polymers. **Progress in Polymer Science**, p. 948–968, 2009.
- [50] BASIN, V. E. *Progress in Organic Coatings*, p. 213-250, 1984.
- [51] VASCONCELOS, P. V.; LINO, F. J.; NETO, R.; HENRIQUE, P. Contribution of the phase–matrix interface to the behaviour of aluminium filled epoxies. **Materials Science Forum**, p. 455–456, 2004.
- [52] LUIZ, T. R. Estudo da viabilidade da soldagem pontual, via estado sólido, em juntas híbridas de alumínio e compósitos termoplásticos. **Trabalho de Conclusão de Curso**, UFSCar, 2011.
- [53] AMANCIO-FILHO, S. T. **Friction Spot Joining, Chapter 7. In Joining of Polymer-Metal Hybrid Structures**. Lecture Notes, Winter Term 2013-2014. Germany: 2014.

- [54] GERLICH, A.; CINGARA, G. A.; NORTH, T. H. Microstructure and strain rate in Al 7075-T6 spot welds. **Metallurgical and Materials Transactions A**, Março 2006.
- [55] NORTH, T. H.; BENDZSAK, P. SU; CINGARA, G.; MALDONADO, C. Understanding friction welding. **Tsinghua University**, Beijing, 2000.
- [56] AMANCIO-FILHO, S.T.; BERGMANN, J.F.; CAMILLO, A.; BERGMANN, L.; DOS SANTOS, J. F.; KURI, S. E.; ALCANTARA, N. G. Preliminary Investigation of the Microstructure and Mechanical Behaviour of 2024 Aluminium Alloy Friction Spot Welds. **Materials Transactions**, p. 985-991, 2011.
- [57] GERLICH, E. A. **Mechanism of stir zone formation during friction stir spot welding**. Proceedings of the friction stir welding Colloquium. Austria: 2006.
- [58] OLEA, C. W. Influence of energy input in friction stir welding on structure evolution and mechanical behaviour of precipitation-hardening in aluminium alloys (AA2024-T351, AA6-12-T6 and Al-Mg-Sc). **Tese de doutorado, Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade de Bochum**, Alemanha, 2008.
- [59] MITLIN, D.; RADMILOVIC, V.; PAN, T.; CHEN, J.; FENG, Z.; SANTELLA, M. L. Structure-properties relations in spot friction welded (also known as friction stir spot welded) 6111 aluminum. **Materials Science and Engineering**, p. 79-96, 2006.
- [60] YUSOF, F.; MIYASHITE, Y.; SEO, N.; MUTOH, Y.; MOSHWAN, R. Utilising friction spot joining for dissimilar joint between aluminium alloy (A5052) and polyethylene terephthalate. **Science and technology of welding and joining**, v. 17, p. 544-549, 2012.
- [61] GOUSHEGIR, S. M.; AMANCIO-FILHO, S. T.; DOS SANTOS, J. F. **Friction Spot Joining (FSpJ) of AA2024-T3/CF-PPS**. Materials Science Engineering. Darmstadt, Alemanha: 2012.
- [62] MANENTE, N. A. **Estudo da viabilidade técnica do processo de união pontual por fricção ('Friction Spot Joining – FSpJ') na produção de**

juntas híbridas compósito-metal com filme intermediário. Trabalho de conclusão de curso. 2014.

- [63] MANENTE, N. A.; GOUSHEGIR, S.M.; DOS SANTOS, J. F.; CANTO, L. B.; AMANCIO-FILHO, S. T. **On the microstructure and mechanical performance of friction spot joining with additional film interlayer.** SPE ANTEC. p. 1791-1797, 2014.
- [64] PUKÁNSZKY, B.; FEKETE, E. Adhesion and Surface Modification. **Advances in Polymer Science**, 1999.
- [65] FOURCHE, G. An overview of the basic aspects of polymer adhesion. Part I: Fundamentals. **Polymer Engineering & Science**, 1995. 957–967.
- [66] BALDAN, A. Adhesion phenomena in bonded joints. **International Journal of Adhesion & Adhesives**, p. 95-116, 2012.
- [67] EBNESAJJAD, S. Introduction and Adhesion Theories. In: **Handbook of Adhesives and Surface Preparation**. 2. ed.: Cap. 1, p. 3-9, 2011.
- [68] SHUO, Y.; LAN, G.; F, R. Nondestructive detection of weak joints in adhesively bonded composite structures. **Gibson Compos Struct**, p. 63-71, 2001.
- [69] MAEVA, E.; SEVERINA, I.; BONDARENKO, S.; CHAPMAN, G.; O'NEILL, B.; SEVERIN, F.; MAEV, R. Acoustical methods for the investigation of adhesively bonded structures: A review. **Canadian Journal of Physics**, p. 981-1025, 2004.
- [70] DEMEJO, L.; RIMAI, D.; SHARPE, L. Fundamentals of Adhesion and Interfaces. **London: Taylor & Francis**, 1999.
- [71] ROBERTS, A. D. Surface charge contribution in rubber adhesion and friction. **Journal of Physics D: Applied Physics**, 1977.
- [72] BIKERMAN, J. Causes of poor adhesion. **Indus Eng Chem.**, p. 40-44 1967.
- [73] BIKERMAN, J. **The science of adhesive joints**. New York: Academic press, 1961.

- [74] SHARPE, L. H.; SCHONHORN, H. Surface energetics, adhesion, and adhesive joints. **Advances in Chemistry Series**, p. 189-201, 1964.
- [75] GRUNDMEIER, G.; STRATMANN, M. Adhesion and De-adhesion mechanisms at polymer/metal interfaces: mechanistic understanding based on in situ studies of buried interfaces. **Annual Review of Materials Research**, 2005.
- [76] KINLOCH, A. J. Review The science of adhesion: Part 1 Surface and interfacial aspects. **Journal of materials science**, p. 2141-2166, 1980.
- [77] KINLOCH, A. J. Adhesion and Adhesives. New York: Chapman and Hall, p. 18-100, 1987.
- [78] VOLPE, C. D.; SIBONI, S.; MANIGLIO, D.; MORRA, M.; CASSINELLI, C.; ANDERLE, M.; SPERANZA, G.; CANTERI, R.; PEDERZOLLI, C. Recent theoretical and experimental advancements in the application of the van Oss–Chaudhury–Good acid–base theory to the analysis of polymer surfaces II. Some peculiar cases. **Journal of Adhesion Science and Technology**, p. 1425-1456, 2003.
- [79] LUNDER, O.; OLSEN, B.; NISANCIOGLU, K. Pre-treatment of AA6060 aluminium alloy for adhesive bonding. **International Journal of Adhesion & Adhesives**, n. 22, p. 143-150, 2002.
- [80] MITSCHANG, P.; VELTHUIS, R.; EMRICH, S.; KOPNARSKI, M. Induction Heated Joining of Aluminum and Carbon Fiber Reinforced Nylon 66. **Journal of thermoplastic Composite Materials**, 2009. 767-801.
- [81] WINGFIELD, J. Treatment of composite surfaces for adhesive bonding. **International Journal of Adhesion and Adhesives**, p. 151-156, 1993.
- [82] MOLITOR, P.; BARRON, V.; YOUNG, T. Surface treatment of titanium for adhesive bonding to polymer composites: a review. **International journal of adhesion & adhesives**, p. 129-136, 2001.
- [83] BUENO, C. C. **Junção pontual via estado sólido em juntas dissimilares de ligas metálicas leves e compósitos termoplásticos.**

Trabalho de conclusão de curso - Universidade Federal de São Carlos, 2009.

- [84] CRITCHLOW, G. W.; BREWIS, D. M. Review of surface pretreatments for aluminium alloys. **Adhesion and Adhesives**, n. 16, p. 255-275, 1996.
- [85] PETRIE, E. M. Adhesive Bonding of Aluminum Alloys. **Metal finishing: Adhesion & bonding**, p. 49-56, 2007.
- [86] ZHANG, J. -S.; ZHAO, X. -H.; ZUO, Y.; XIONG, J. -P. The bonding strength and corrosion resistance of aluminum alloy by anodizing treatment in a phosphoric acid modified boric acid/sulfuric acid bath *Surface and Coatings Technology*, p. 3149–3156, 2008.
- [87] SALEEMAA, N.; SARKARB, K. K.; PAYNTERC, R.W.; GALLANTA, D.; ESKANDARIANA, M. A simple surface treatment and characterization of AA 6061 aluminium alloy. **Applied surface science**, p. 742-748, 2012.
- [88] BORSELLINO, C.; DI BELLA, G.; RUISI, V. F. Adhesive joining of aluminium AA6082: The effects of resin. **International journal of adhesion & adhesives**, p. 36-44, 2009.
- [89] DIGBY, R. P.; PACKHAM,. Pretreatment of aluminium: topography, surface chemistry and adhesive bond durability. **Int. J. Adhesion and Adhesives**, p. 61-71, 1995.
- [90] PETRIE, E. M. Adhesive Bonding of Aluminum Alloys. **Metal Finishing**, p. 49–56, 2007.
- [91] REBRATEC. **Rugosidade: parâmetros**.: Apostila do curso em metrologia e qualidade, 2010.
- [92] COGNARD, P. (Ed.). **Handbook of Adhesives and Sealants: Adhesives and Sealants - General Knowledge, Application Techniques, New Curing Techniques**. 1. ed. [S.l.]: Elsevier, v. 2, 2006.
- [93] CHOUPANI, N. Characterization of fracture in adhesively bonded double-lap joints. **International Journal of Adhesion & Adhesives**, 2009. 761–773.

- [94] AKISANYA, A. R.; FLECK, N. A. Brittle fracture of adhesive joints. *International Journal of Fracture*. p. 93-114, 1992.
- [95] TOSHIO, H. Mechanisms of Adhesive Failure. **Journal of Adhesion**, p. 161-170, 1971.
- [96] HERA, S.-C.; LIUA, S.-J. Load transfer in adhesive double-sided patch joints. **Journal of Adhesion Science and Technology**, p. 1517-1529. 2014.
- [97] DA SILVA, L. F. M.; DE MOURA, M. F. S. F.; DE MAGALHAES, A. G. **Juntas adesivas estruturais**. 1. ed.: Publindústria, 2010.
- [98] ESKANDARIAN, M.; ROUSSEAU, N.; HAMEL, F. **On the influence of joint geometry and adhesive bulk properties on quasistatic performance of lap-shear joints**. Structural Adhesives & Corrosion Group. 2010.
- [99] TWI. Shear tests. **Adhesives tool kit**, 2006. Disponível em: <<http://www.adhesivestoolkit.com/Docs/test/MECHANICAL%20TEST%20METHOD%201%20-%20Shear%20Tests.xtp>>. Acesso em: 14 Novembro 2012.
- [100] TONG, L.; STEVEN, G. P. Analysis and design of structural bonded joints. **Kluwer Academic Publishers**, Boston/Dordrecht/London, 1999.
- [101] PETRIE, E. M. **Handbook of Adhesives and Sealants**.: McGraw-Hill, v. 1, 2000.
- [102] FISHER, R. The design of experiments. **Oliver-Boyd**, Edinburgh , 1935.
- [103] VAIRIS, A.; PETOUSIS, M. Designing experiments to study welding processes: using the Taguchi method. **Journal of Engineering Science and Technology Review 2**, p. 99-103, 2009.
- [104] MONTGOMERY, D. C. **Design and analysis of experiments**. 4. ed.: NY: John-Wiley & Sons , Inc, 2006.
- [105] ROSS, P. J. **Taguchi techniques for quality engineering**. NY: Tata McGrwaw Hill, 1988.

- [106] CAMPANELLI, L. C.; SUHUDDIN, U. F. H.; DOS SANTOS, J. F.; ALCANTARA, N. G. Otimização dos parâmetros de soldagem por fricção por ponto da liga de magnésio AZ31 pelo método de Taguchi. **Soldagem e Inspeção Vol. 17**, São Paulo, 2012.
- [107] ANAWA, E. M.; OLABI, A. G. Effects of laser welding conditions on toughness of dissimilar welded components. **Applied Mechanics and Materials**, p. 375-380, 2006.
- [108] LAKSHMINARAYANAN, A. K.; BALASUBRAMANIA, V. Process parameters optimization for friction stir welding of RDE-40 aluminium alloy using Taguchi technique. **Trans. nonferrous met. soc. China**, p. 548-554, 2008.
- [109] HEXCEL. Prepreg Technology, 2005. Disponível em: <http://www.hexcel.com/Resources/DataSheets/Brochure-Data-Sheets/Prepreg_Technology.pdf>. Acesso em: 26 Agosto 2011.
- [110] PETRIE, E. M. Adhesive bonding of aluminum alloys. **Adhesion&bonding**, p. 49-56, 2007. Disponível em: <www.metalfinishing.com>.
- [111] CRITCHLOW, G. W.; BREWIS, D. M. Review of surface pretreatments for aluminium alloys. **Int. J. Adhesion and Adhesives**, v. 16, p. 255-275, 1996.
- [112] ROCHA, T. **MSc Report Sep 2009 - Aug 2010**. Helmholtz-Zentrum Geesthacht. Sep 2009 - Aug 2010.
- [113] HARMS + WENDE GmbH. **Friction Spot Welding Heads RPS100 SK10/SK11 Technical Manual**. 2007.
- [114] ASTM INTERNATIONAL. D1002-05: Standard test method for apparent shear strength of single-lap-joint adhesively bonded metal specimens by tension loading (metal-to-metal), ASTM International (Beuth Verlag GmbH), 2005-5.
- [115] ASTM INTERNATIONAL. D3528-96: Standard test method for strength properties of double lap shear adhesive joints by tension loading, ASTM International, 2008.

- [116] ASTM INTERNATIONAL. ASTM E384-992e1: Test method for microindentation hardness of material. USA: 2005.
- [117] CALLEJA, F. J. B. **Microhardness of Polymers.**: Cambridge Solid State Science Series, 2007.
- [118] AIRBUS TEST METHOD. **AITM 3.0027**: Determination of melting behaviour and the extent of crystallinity of semi-crystalline materials. Issue 1: AITM. ed., 1998.
- [119] CHEREMISINOFF, N. P. **Handbook of Engineering Polymeric Materials.** Marcel Dekker, 2007.
- [120] ESTEVES, J. V.; GOUSHEGIR, S. M.; DOS SANTOS, J. F.; CANTO, L. B.; HAGE JR., E.; AMANCIO-FILHO, S. T. Friction spot joining of aluminum 6181-T4 and carbon fiber-reinforced poly(phenylene sulfide): Effects of process parameters on the microstructure and mechanical strength. **Materials and Design**, p. 437-445, 2015.
- [121] TAGUCHI, G.; CHOWDHURY, S.; WU, Y. **Taguchi's Quality Engineering Handbook.** 1. ed.: Wiley Interscience, 2004.
- [122] SU, P.; GERLICH, A.; NORTH, T.; BENDZSAK, G. Energy Generation and Stir Zone Dimensions in Friction Stir Spot Welds. **SAE Technical Paper**, 2006.
- [123] SHMIDT, H. N. B.; HATTEL, J. H. Thermal Modelling of Friction Stir Welding. **Scripta Materialia.** p. 332-337, 2008.
- [124] HALL, E. O. Variation of Hardness of Metals with Grain Size. **Nature**, p. 948 - 949, 1954.
- [125] SATO, Y. S.; URATA, M.; KOKAWA, H.; IKEDA, K. Hall–Petch relationship in friction stir welds of equal channel angular-pressed aluminium alloys. **Materials Science and Engineering: A.** Vol 356. p. 298-308, 2003.
- [126] ARMSTRONG, R.W. The influence of polycrystal grain size on several mechanical properties of materials. **Metallurgical and Materials Transactions**, p. 1169-1176, 1970.

- [127] SHEN, Z.; YANG, X.; YANG, S.; ZHANG, Z.; YIN, Y. Microstructure and mechanical properties of friction spot welded 6061-T4 aluminum alloy. **Materials & Design**, p. 766-778, 2014.
- [128] ITAPU, S. K.; MUCI-KUCHLER, K. H. Visualization of material flow in the refill friction stir spot welding processes. **SAE International**, 2004.
- [129] DORNELLES, F. R.; STROHAECKE, ; DOS SANTOS, J. F. A influência do perfil da ferramenta e velocidade de rotação na soldagem a ponto por fricção e mistura mecânica da liga AA 6181-T4. **Soldagem & Inspeção**, 2012.
- [130] MA, C. C.; HSIA, H. C.; LIU, W. L.; HU, J. T. Studies on thermogravimetric properties of poly(phenylene sulfide) and poly(ether ether ketone) resins and composites. **Journal of Thermoplastic Composite Materials**, 1998. 39-49.
- [131] BANABIC, D.; BUNGE, H. -J.; POHLANDT, K.; TEKKAYA, A.E. **Formability of metallic materials**. Verlag Berlin Heidelberg New York: Springer, 2000.
- [132] HARRIS, A. F.; BEEVERS, A. The effects of grit-blasting on surface properties for adhesion. **International Journal of Adhesion and Adhesives**, p. 445–452, 1999.
- [133] SHAHID, M.; HASHIM, S. A. Effect of surface roughness on the strength of cleavage joints. **International Journal of Adhesion & Adhesives**, p. 235-244, 2002.

APÊNDICE A: CURVAS FORÇA DE CISALHAMENTO – DESLOCAMENTO DAS JUNTAS PRODUZIDAS NAS ETAPAS 2 E 3 DO ESTUDO

As Figuras A-1 a A-12 apresentam as curvas força de cisalhamento - deslocamento das juntas produzidas nas Etapas 2 e 3 do estudo.

a) Juntas produzidas na Etapa 2 do estudo

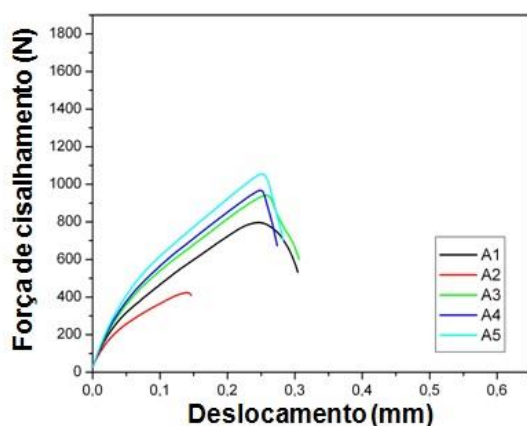


Figura A-1: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na combinação de parâmetros A da Etapa 2.

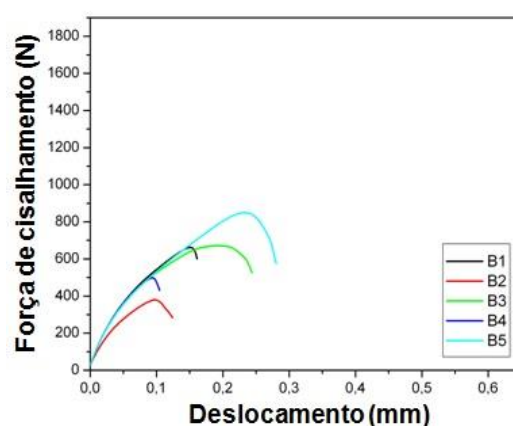


Figura A-2: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na combinação de parâmetros B da Etapa 2.



Figura A-3: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na combinação de parâmetros C da Etapa 2.

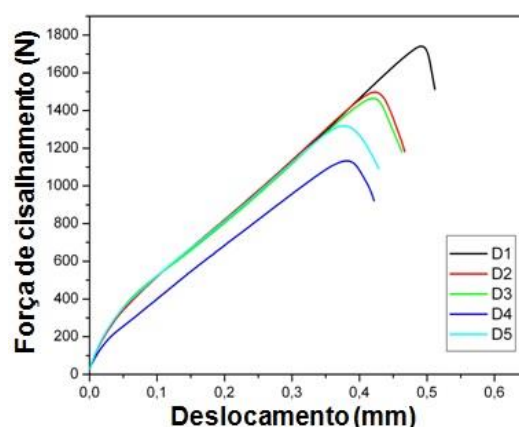


Figura A-4: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na combinação de parâmetros D da Etapa 2.

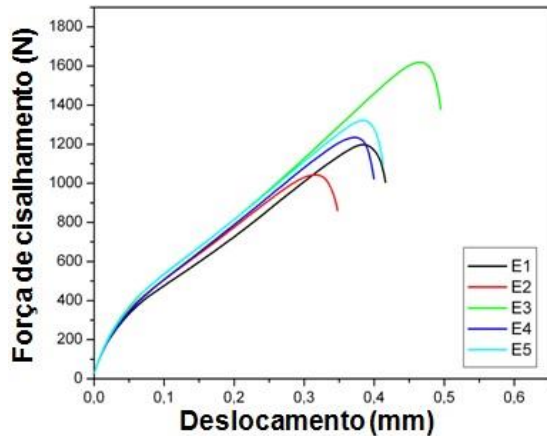


Figura A-5: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na combinação de parâmetros E da Etapa 2.

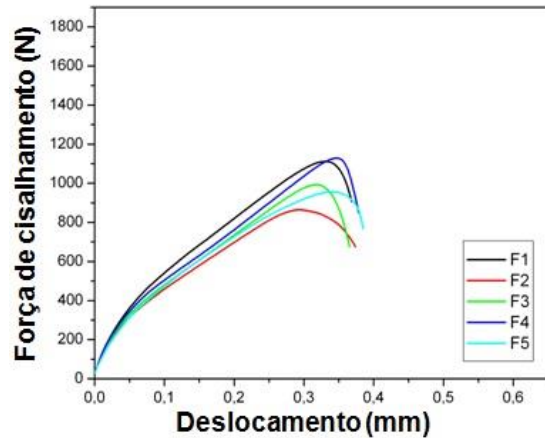


Figura A-6: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na combinação de parâmetros F da Etapa 2.

b) Juntas produzidas na Etapa 3 do estudo

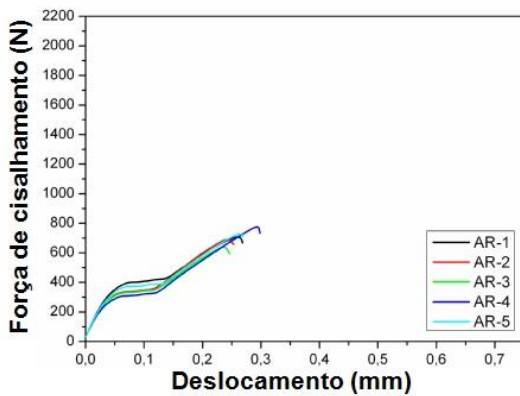


Figura A-7: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na condição de recebimento do alumínio na Etapa 3.

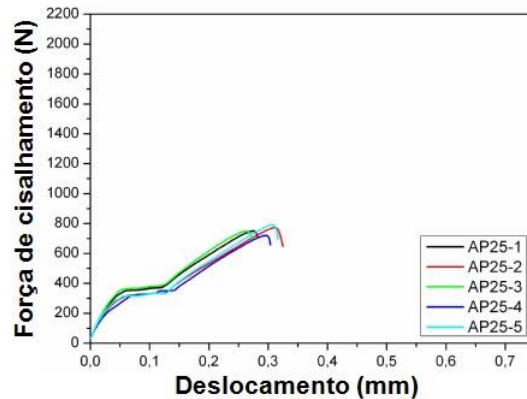


Figura A-8: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na na condição com decapagem ácida 15 minutos da Etapa 3.

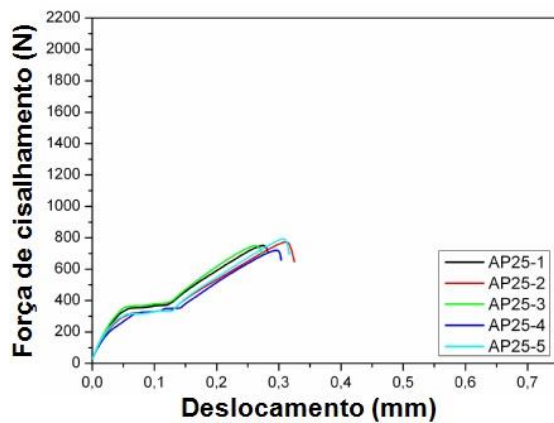


Figura A-9: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na condição com decapagem ácida 25 minutos da Etapa 3.

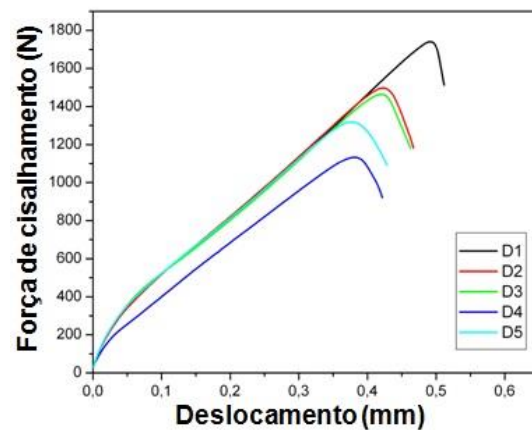


Figura A-10: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na condição com decapagem ácida 30 minutos da Etapa 3.

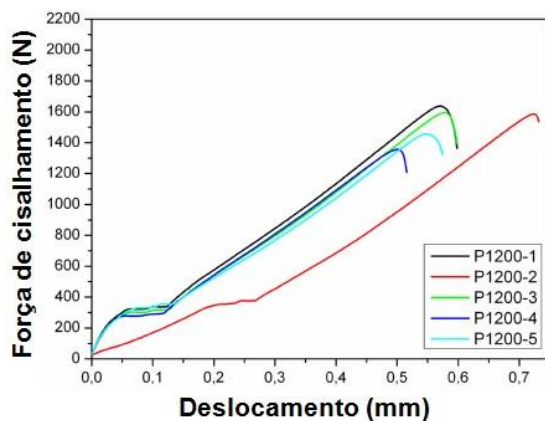


Figura A-11: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na condição após lixamento abrasivo Etapa 3.

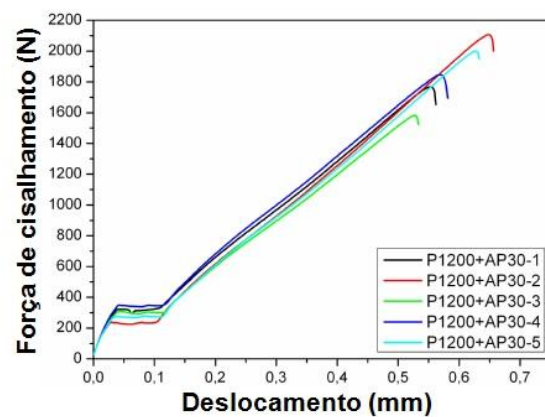


Figura A-12: Gráfico força de cisalhamento-deslocamento de réplicas da junta AA6181-T4/CF-PPS obtidos por FSpJ na condição após lixamento abrasivo seguida de decapagem ácida Etapa 3.

APÊNDICE B: MEDIÇÃO DA ÁREA DE ADESÃO E ÁREA DO CERNE METÁLICO

A área de adesão foi medida a partir da área da camada de PPS fundido que se mantém sobre a superfície de fratura do laminado compósito (Figura B-1: a) após a realização do ensaio de resistência ao cisalhamento sob tração. A área do cerne metálico foi medida através da área resultante da deformação do alumínio relacionada com a penetração da camisa (A1, Figura B-1:b), subtraído da área central abaixo do pino (A2, Figura B-1: b).

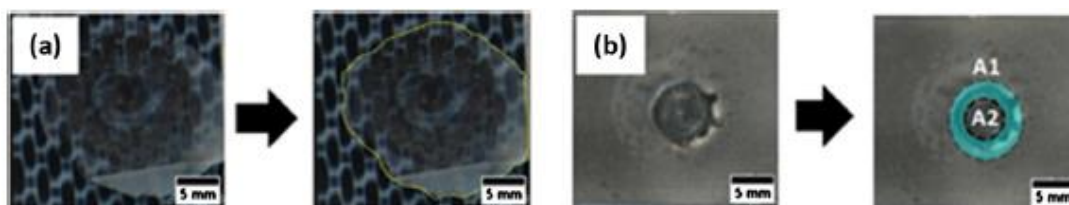


Figura B-1: Exemplo de medida de (a) área de adesão e (b) área do cerne metálico.

APÊNDICE C: PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS TAGUCHI E ANÁLISE DE VARIÂNCIA

Taguchi Orthogonal Array Design

L9(3**4)

Factors: 4

Runs: 9

Columns of L9(3**4) Array

1 2 3 4

Taguchi Analysis: LSF1; LSF2; ... versus Velocidade R; Profundidade; ...

Response Table for Signal to Noise Ratios

Larger is better

Level	VR	PP	TU	FU
1	68,10	68,47	68,43	68,71
2	70,10	69,29	69,02	69,20
3	69,66	70,09	70,41	69,94
Delta	2,00	1,62	1,98	1,24
Rank	1	3	2	4

Response Table for Means

Level	VR	PP	TU	FU
1	2703	2834	2824	2938
2	3318	3017	2989	2962
3	3171	3341	3378	3292
Delta	615	508	554	354
Rank	1	3	2	4

Main Effects Plot for Means

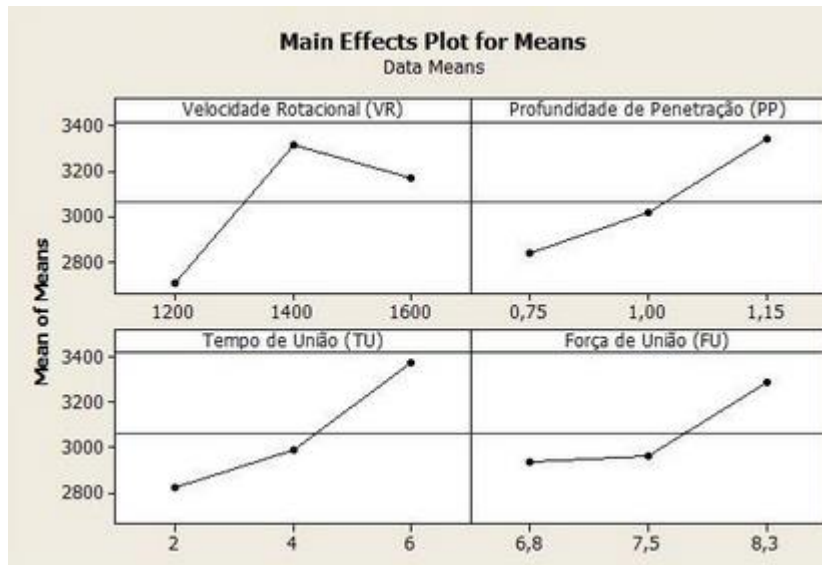


Figura C-1: Gráficos para os efeitos principais dos parâmetros de processamento FSpJ na resistência ao cisalhamento das juntas AA6181-T4/CF-PPS em termos da média.

Main Effects Plot for SN ratios

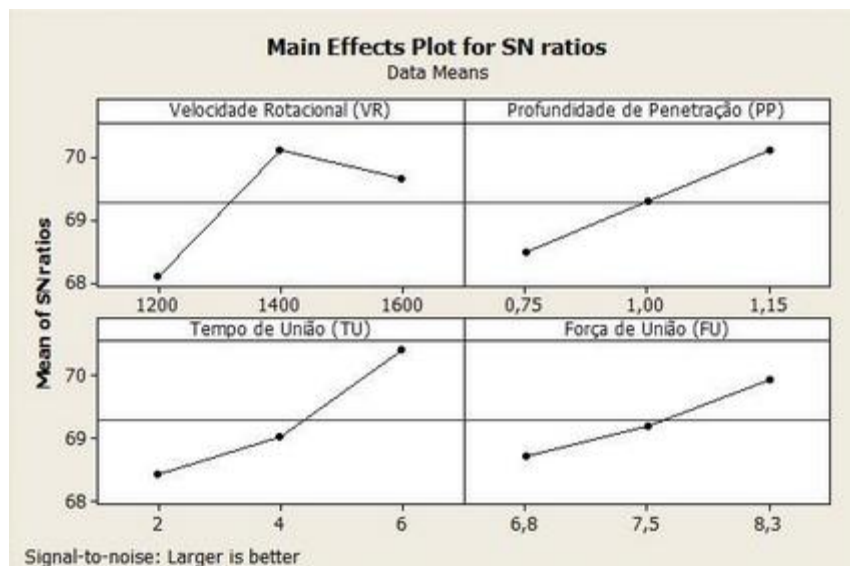


Figura C-2: Gráficos para os efeitos principais dos parâmetros de processamento FSpJ na resistência ao cisalhamento das juntas AA6181-T4/CF-PPS em termos da razão S/R.

APÊNDICE D: MONITORAMENTO TÉRMICO – ETAPA 2

As curvas de temperatura medidas pelos termopares para as juntas produzidas nas condições apresentadas na Etapa 2 do trabalho são apresentadas a seguir.

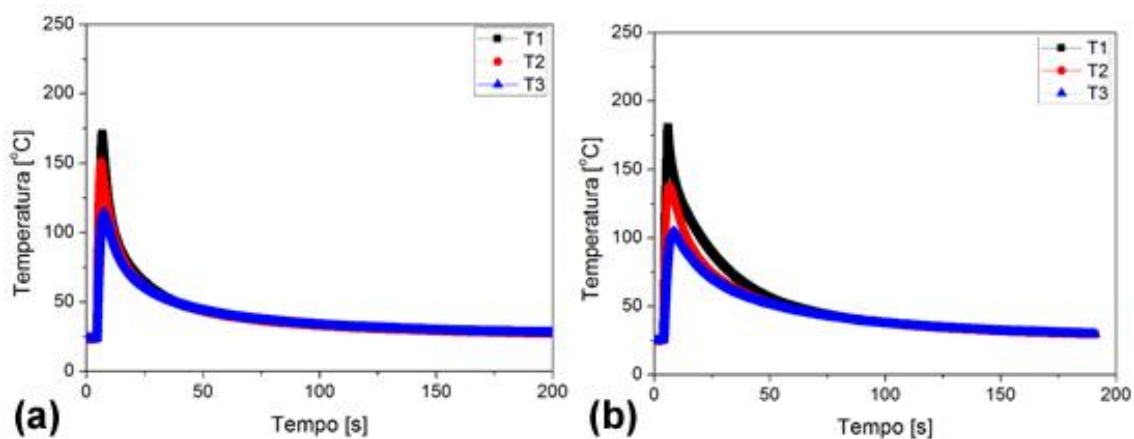


Figura D-1: Curva de monitoramento térmico, realizado pelos termopares T1, T2 e T3 das juntas produzidas na condição A: a) Réplica 1 e b) Réplica 2.

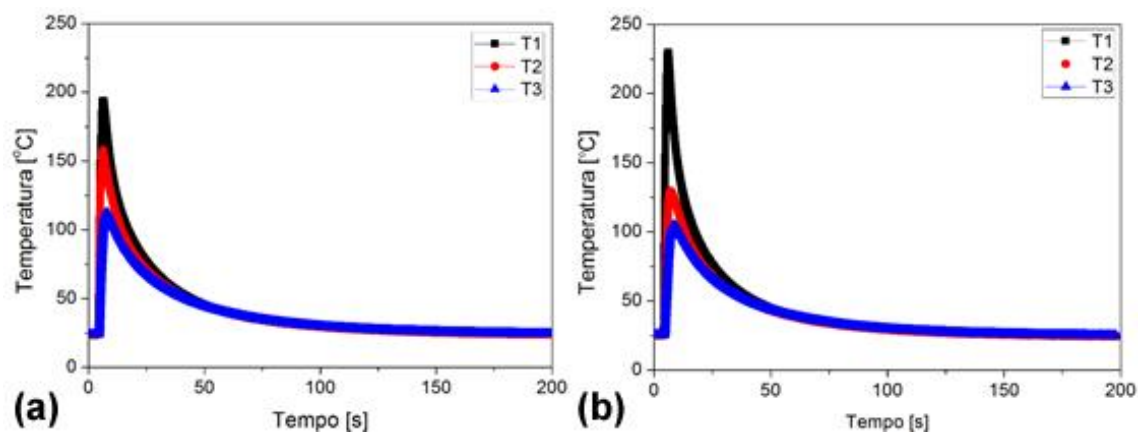


Figura D-2: Curva de monitoramento térmico, realizado pelos termopares T1, T2 e T3 das juntas produzidas na condição B: a) Réplica 1 e b) Réplica 2.

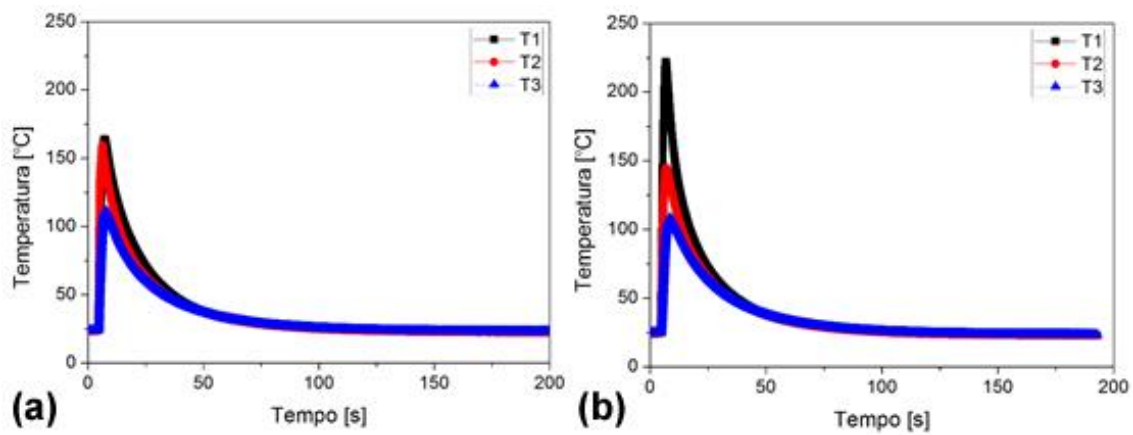


Figura D-3: Curva de monitoramento térmico, realizado pelos termopares T1,T2 e T3 das juntas produzidas na condição C: a) Réplica 1 e b) Réplica 2.

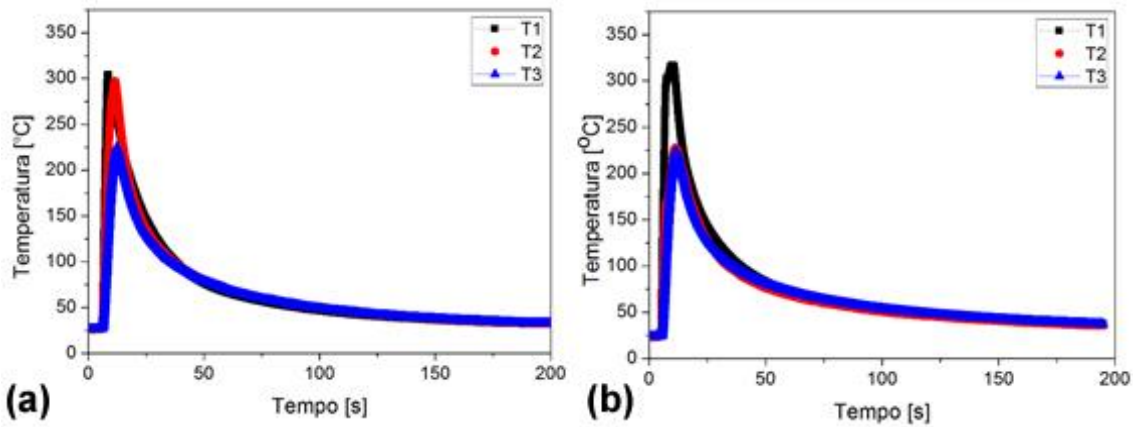


Figura D-4: Curva de monitoramento térmico, realizado pelos termopares T1,T2 e T3 das juntas produzidas na condição D: a) Réplica 1 e b) Réplica 2.

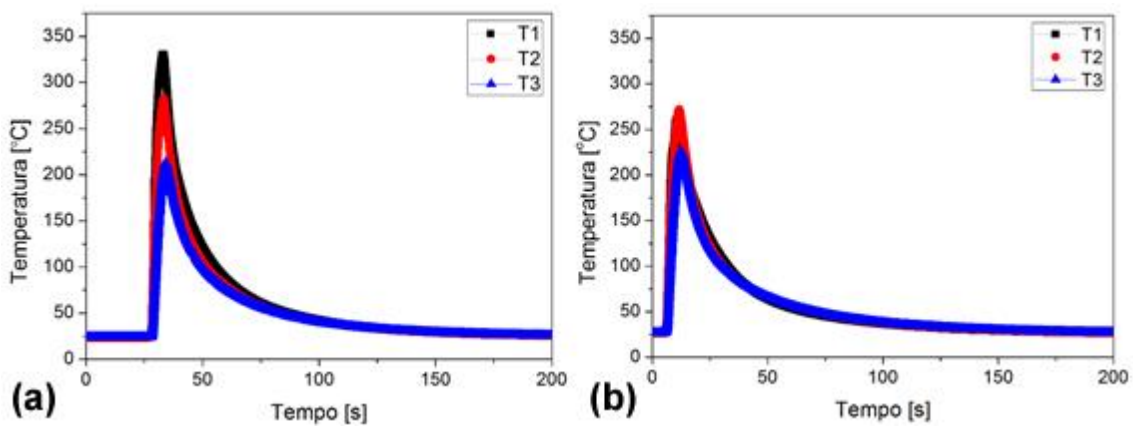


Figura D-5: Curva de monitoramento térmico, realizado pelos termopares T1,T2 e T3 das juntas produzidas na condição E: a) Réplica 1 e b) Réplica 2.

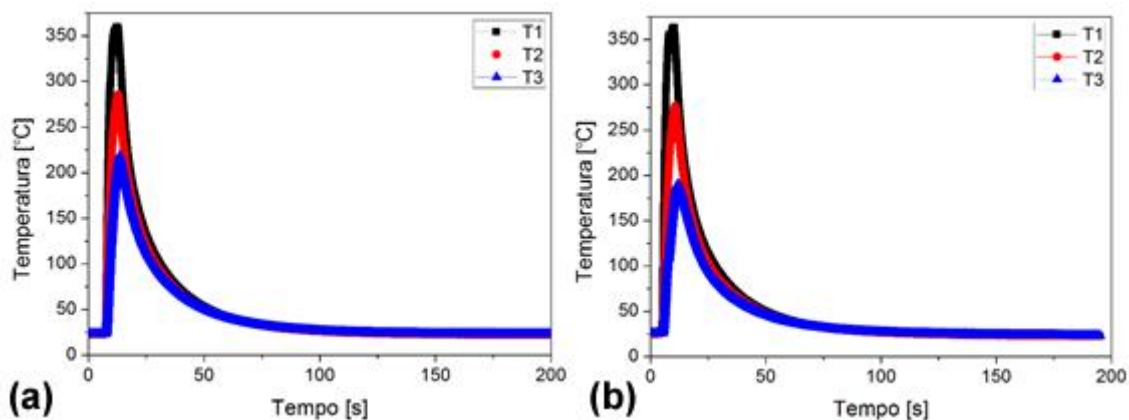


Figura D-6: Curva de monitoramento térmico, realizado pelos termopares T1, T2 e T3 das juntas produzidas na condição F: a) Réplica 1 e b) Réplica 2.

Tabela D-1: Taxas de resfriamento das juntas unidas na Etapa 2 do estudo medidas duas vezes nos termopares T1, T2 e T3.

		T1 (°C/s)	T2(°C/s)	T3(°C/s)
A	1	2,5	2,1	1,4
	2	1,7	1,2	0,9
B	1	2,9	2,2	1,4
	2	3,7	1,9	1,3
C	1	3,2	3,1	1,9
	2	4,5	2,7	1,8
D	1	2,3	2,1	1,5
	2	1,8	1,3	1,2
E	1	4,1	3,6	2,7
	2	2,9	2,9	2,4
F	1	6,5	5,1	3,8
	2	6,5	4,9	3,4