

# Efeitos da fluência num adesivo epóxi: investigação experimental

Patrícia Silva <sup>1</sup>, José Sena-Cruz <sup>2</sup>, Miguel Azenha <sup>3</sup>

<sup>1</sup> ISE/Universidade do Minho, Guimarães, [patricia.silva@civil.uminho.pt](mailto:patricia.silva@civil.uminho.pt)

<sup>1</sup> ISE/Universidade do Minho, Guimarães, [jsena@civil.uminho.pt](mailto:jsena@civil.uminho.pt)

<sup>1</sup> ISE/Universidade do Minho, Guimarães, [miguel.azenha@civil.uminho.pt](mailto:miguel.azenha@civil.uminho.pt)

<sup>1</sup> ISE/Universidade do Minho, Guimarães, [g.escusa@civil.uminho.pt](mailto:g.escusa@civil.uminho.pt)

**Palavras-chave:** Adesivo epóxi, fluência.

## RESUMO

*Os adesivos epoxídicos têm vindo a ser bastante usados no reforço estrutural, conduzindo assim, a uma premente necessidade em avaliar o seu comportamento a longo prazo, nomeadamente os efeitos viscoelásticos. O objetivo deste trabalho consiste em estudar o comportamento a longo prazo de um adesivo epoxídico comercial com enfoque nos efeitos de fluência. Para isso foi desenvolvido um programa experimental com ensaios de fluência à tração dividido em duas séries: (i) série S1 – provetes de epóxi sujeitos a diferentes níveis de tensão para uma idade inicial predefinida; e, (ii) série S2 – provetes de epóxi sujeitos ao mesmo nível de tensão mas carregados a diferentes idades. Este artigo apresenta os principais resultados obtidos até ao momento e as suas conclusões mais relevantes.*

## 1 INTRODUÇÃO

Nas últimas três décadas, têm sido propostas diversas técnicas de reforço com polímeros reforçados com fibras (FRP) com o intuito de melhorar o desempenho de estruturas existentes, nomeadamente através do aumento da sua capacidade de carga. Na maioria dessas técnicas, como por exemplo o reforço colado externamente (EBR) ou reforço inserido em ranhuras pré-executadas (NSM), os materiais de FRP são colados ao membro estrutural a reforçar através de adesivos epoxídicos. O adesivo é um material que consegue transmitir tensões entre o substrato e o reforço sem perder a integridade estrutural. As principais vantagens no uso de adesivos estruturais são: (i) distribuição uniforme de tensões ao longo de toda a área, minimizando a concentração de tensões; e, (ii) a ligação de diferentes materiais, reduzindo o peso global do sistema de reforço comparativamente a outros sistemas de reforço existentes [1]. De acordo com a bibliografia, os adesivos epoxídicos exibem deformações por fluência relevantes quando sujeitos a carregamentos prolongados [2]. Isto conduz a uma importante necessidade em se avaliar o comportamento deformacional adesivo ao longo do tempo, uma vez que as resinas epóxi apresentam natureza viscoelástica [1, 3]. Para além disso, o comportamento ao longo do tempo dos adesivos epoxídicos tem sido descrito como sendo fortemente afetado pelo nível de tensão e condições de exposição ambiental, tais como temperatura e humidade [4].

Costa e Barros [4] realizaram ensaios experimentais de fluência em tração com um adesivo epoxídico em que observaram deformações diferidas consideráveis nos provetes ensaiados durante um período de 1000 horas de carregamento. Os provetes deste programa experimental tinham sido submetidos a tensão constante (nível máximo de tensão foi 60% da tensão última) em condições ambientais controladas (20 °C e 60% RH). Meshgin *et al.* [5] também realizaram um estudo experimental com o objetivo de avaliar a resposta de um adesivo aplicado na interface betão-laminado quando sujeito a tensão de corte constante durante período prolongado. Os resultados mostraram que ocorreu uma significativa deformação por fluência no adesivo dentro de um curto período de tempo, em comparação com uma deformação muito menor e mais tardia observada no betão. A magnitude da tensão de corte aplicada e

o tempo de cura prévio ao carregamento foram fatores determinantes no comportamento diferido ao corte do epóxi na interface betão-FRP.

O presente trabalho tem como objetivo avaliar o comportamento diferido de um adesivo estrutural comercialmente disponível para a aplicação no reforço de estruturas de betão. Devido à relevante influência deste material na resposta global da estrutura reforçada ao longo do tempo, foi realizado um programa experimental com ensaios de fluência em tração dividido em duas séries: (i) série S1, na qual os provetes de epóxi foram submetidos a diferentes níveis de tensão aos 7 dias de idade; e (ii) série S2, em que foi aplicado o mesmo nível de tensão em todos os provetes mas a distintas idades (1,2,3 e 7 dias). Este artigo descreve o programa experimental em curso e apresenta os principais resultados obtidos.

## **2 PROGRAMA EXPERIMENTAL**

### **2.1 Material – adesivo epóxi**

O adesivo epoxídico estudado tem a designação “S&P Resin 220” [6] e é produzido pela empresa S&P® Clever Reinforcement. Este adesivo epoxídico é bicomponente, sem solventes, tixotrópico e os dois componentes quando misturados apresentam uma cor cinza (componente A = resina, de cor cinza claro; Componente B = endurecedor, de cor preta). De acordo com o fornecedor, depois da mistura dos dois componentes, a composição homogeneizada apresenta uma densidade de 1.70 a 1.80 g/cm<sup>3</sup> e as seguintes propriedades mecânicas: resistência à compressão >70 MPa; módulo de elasticidade >7.1 GPa; resistência ao corte >26 MPa; resistência à tração (ao fim de 3 dias a 20 °C, quando aplicada sobre o betão ou no laminado S&P CFK) >3 MPa. A temperatura de aplicação recomendada é entre +10 °C e +35 °C. Com recurso a microscópio eletrónico de varrimento (SEM) com espectroscopia de energia dispersiva foi possível determinar a composição química dos constituintes do epóxi, que se encontra descrita detalhadamente na referência [7]. A partir dessa análise foram observados alguns inertes minerais, tais como, quartzo, feldspato, (SiAlK), bário (SBaO) entre outros silicatos.

### **2.2 Procedimento experimental**

Neste programa experimental foram produzidos 42 provetes de adesivo epóxi, em que 8 desses provetes foram sujeitos a um carregamento constante com o intuito de estudar os efeitos da fluência. Os restantes provetes foram ensaiados monotonicamente à tração até à rotura. Os provetes foram produzidos de acordo com a norma ISO 527-2:2012 e para avaliar as propriedades mecânicas do adesivo endurecido, foram realizados ensaios à tração de acordo com a norma ISO 527-1:2012. A geometria dos provetes ensaiados está representada na Figura 1(a): os provetes têm 4 mm de espessura, 10 mm de largura na região de estudo e 115 mm de distância entre as amarras. Os provetes foram moldados em moldes de Teflon, dentro de uma câmara climática a 20 °C e 55% de humidade relativa (HR). As três misturas realizadas (uma para a série S1 e duas para a série S2) foram produzidas a partir da mesma embalagem de adesivo epoxídico.

**Tal como referido anteriormente, o programa experimental foi dividido em duas partes materializadas através da série S1 e S2. Cada série inclui 4 provetes que foram submetidos a tensão de tração constante. Ambas as séries de ensaios de fluência (S1 e S2) foram realizadas em ambiente controlado através de uma câmara climática, a temperatura ambiente e a humidade relativa de 20 °C e 55%, respetivamente. As principais diferenças entre a série S1 e a série S2 relacionam-se com o nível de tensão aplicado e com a idade de carregamento. Todos os provetes da série S1 foram carregados aos 7 dias de idade: (i) 2 provetes carregados com 20% da sua tensão última e os (ii) restantes dois carregados com 40% da tensão última. No caso da série S2, todos os provetes foram submetidos a um nível de tensão constante de 30% da tensão última a diferentes idades de carregamento, nomeadamente, 1, 2, 3 e 7 dias de idade. Na**

Tabela 1 os provetes encontram-se designados por S, C, e D, i.e. S1\_C20\_D7 para a série 1 (S1) sujeita a uma tensão constante de 20% da tensão última (C20) aplicada aos 7 dias (D7). As letras A e B distinguem provetes sujeitos às mesmas condições.

Os ensaios de fluência foram realizados através de um sistema mecânico, onde os provetes foram sujeitos a uma tensão constante através da aplicação de cargas gravíticas. O sistema mecânico foi baseado numa estrutura com alavancas [5]. O comprimento da alavanca onde provete se encontra fixo é de 125 mm, e o da alavanca onde a carga gravítica é suspensa é de 375 mm. Para determinar o peso a

aplicar durante os ensaios de fluência, foram realizados ensaios monotónicos à tração em provetes iguais e à mesma idade. Os ensaios monotónicos foram realizados numa máquina universal sob controlo do deslocamento, a velocidade de 1 mm/min e de acordo com a norma EN ISO 527-1:2012. A força aplicada foi avaliada por uma célula de carga com capacidade máxima admissível de 50 kN (linearidade inferior a 0.5%). A extensão axial a meio vão foi medida por um extensómetro (SG) da TML do tipo BFLA-5-3-3L (comprimento de medida de 5 mm). Os ensaios monotónicos à tração compreenderam o ensaio de 5 provetes para cada idade de carregamento dos ensaios de fluência.

Após os provetes terem sido desmoldados, procedeu-se à medição da espessura e largura da secção com um paquímetro digital (0.01 mm de precisão) em três secções distintas (A, B e C), identificadas na Figura 1(a). Com base nessas medições foi calculada a área média da secção do provete. De seguida, os provetes foram instrumentados com recurso a dois extensómetros (SG) colados a meia altura e em faces opostas, como se observa na Figura 1b, e conectados a um sistema de aquisição de dados NI Compact DAQ ® com o módulo de leitura de extensometria NI 9235. Tendo por base a tensão máxima obtida, calculou-se a carga gravítica a aplicar a cada provete. De seguida os provetes foram cuidadosamente carregados.

**As principais propriedades dos ensaios de fluência encontram-se apresentadas na**

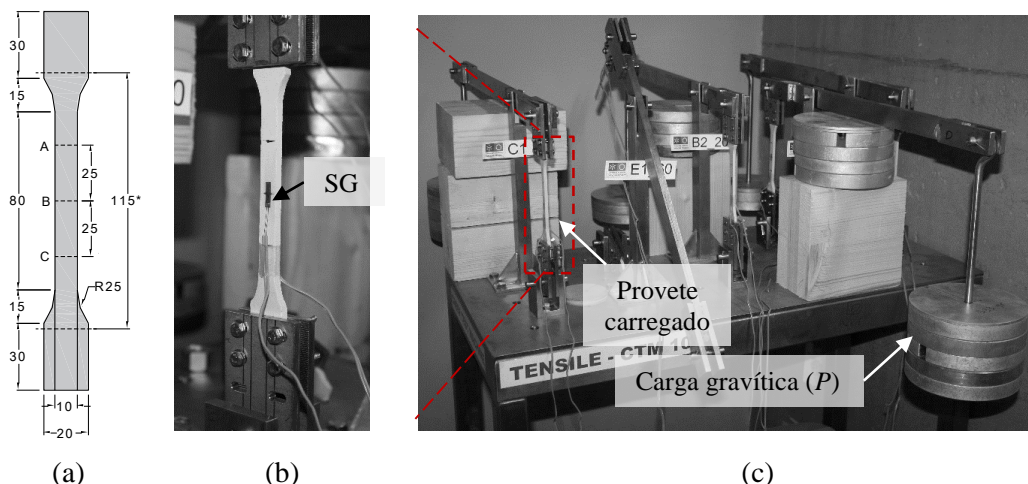
Tabela 1. Para cada provete ensaiado foi definida a secção (A) e a correspondente tensão aplicada ( $\sigma$ ) com base nos resultados dos ensaios monotónicos à tração (ver Secção 3.1). A carga gravítica aplicada em cada provete ( $P$ ) foi calculada com base na equação (1).

$$\sigma = \frac{3 \cdot P}{A} \quad (1)$$

**No entanto, não foi possível aplicar exatamente o nível de tensão predefinido com os pesos padrão disponíveis no laboratório, tendo sido, por isso, aplicado um peso aproximado. Na**

Tabela 1 encontra-se o peso ( $P_{aplicado}$ ) que foi efetivamente aplicado. Para além disso, com base no  $P_{aplicado}$ , foi determinada a tensão experimentalmente aplicada e a respetiva percentagem real da tensão última aplicada ( $\%f_{ult}$ ), que por sua vez foi muito próxima da pretendida.

A duração dos ensaios de fluência das séries S1 foi cerca de 85 dias (2040 horas). Depois disso, os provetes foram descarregados e foi efetuada a monitorização da recuperação da deformação. Os ensaios de fluência da série S2 ainda se encontram em curso à data de redação deste artigo, e irão decorrer até perfazer, pelo menos, 1000 horas. Esta duração de ensaio é recomendada pelas normas ISO 899-1:2003 e ASTM D 2990-09.



**Figura 1:** Provede e ensaio de fluência: (a) geometria do provede de acordo com a ISO 527-2:2012 (\*distância entre amarras); (b) vista detalhada do provede e amarras; (c) aspeto geral dos ensaios de fluência.

**Tabela 1:** Propriedades dos ensaios de fluência à tração das séries S1 e S2.

Séries	ID do provete	A [mm <sup>2</sup> ]	P <sub>aplicado</sub> [kg]	σ <sub>aplicada</sub> [MPa]	%f <sub>ult</sub> [%]
S1	S1_C20_D7_A	46.77	7.30	4.59	19.9
	S1_C20_D7_B	44.73	7.29	4.79	20.8
	S1_C40_D7_A	45.98	14.38	9.19	39.9
	S1_C40_D7_B	45.57	14.28	9.22	40.0
S2	S2_C30_D1	44.60	8.39	5.54	29.7
	S2_C30_D2	42.77	10.51	7.23	29.9
	S2_C30_D3	44.43	10.18	6.74	29.9
	S2_C30_D7	44.76	11.21	7.37	29.9

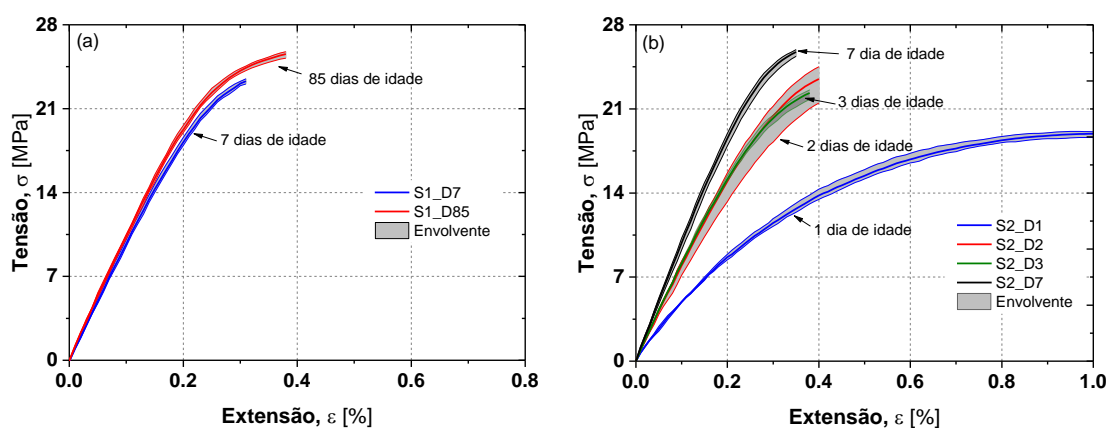
### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Ensaios de tração

Na Figura 2 estão representadas as curvas tensão-extensão obtidas às diferentes idades para as séries S1 e S2. A

Tabela 2 inclui as principais propriedades obtidas nos ensaios monotónicos à tração, nomeadamente, tensão última ( $f_{ult}$ ), módulo de elasticidade ( $E_{adesivo}$ ) e extensão última ( $\epsilon_{ult}$ ). O módulo de elasticidade foi calculado pelo declive da reta secante entre os valores de extensão de 0.05% e 0.25% na curva tensão-extensão obtida nos ensaios monotónicos de tração, de acordo com as recomendações da norma ISO 527-1:2012. Na série S1 verificou-se um ligeiro aumento da resistência do adesivo (cerca de 11%) entre os ensaios realizados aos 7 e os 85 dias, idades de carregamento e descarregamento dos provetes S1, respetivamente. No entanto a variação do módulo de elasticidade foi bem menos significativa, cerca de 3% (ver Tabela 2).

Na Figura 2b é possível observar a evolução do processo de cura do adesivo epóxi traduzido por um aumento de rigidez e resistência às diferentes idades. Em termos de rigidez, traduzida pelo declive das curvas, observa-se que a diferença de declives foi menor entre os 2 e os 7 dias de idade do que entre o 1º e 2º dia, o que leva a constatar que as reações de cura ocorrem principalmente nos 3 primeiros dias de idade. Este efeito é corroborado pelos valores de módulos de elasticidade da série S2 (ver Tabela 2). O módulo de elasticidade no 1º dia de idade foi cerca de 4 GPa e aumentou cerca de 50% até aos 3 dias de idade.



**Figura 2:** Curvas tensão-extensão obtidas a partir de ensaios à tração a diferentes idades: (a) série S1 e (b) série S2.

Apesar da diferença de idades dos provetes, a tensão máxima obtida nos ensaios monotónicos para todos os provetes das séries S1 e S2 foi bastante semelhante, com a exceção dos provetes ensaiados a 1 dia de idade. No entanto, o módulo de elasticidade das séries S1 e S2 apenas apresenta similaridade aos 7 dias de idade. Estas observações indicam que a evolução da resistência máxima do adesivo foi atingida muito

mais rapidamente do que a rigidez e estão em concordância com resultados anteriormente reportados [8].

**Tabela 2:** Resultados dos ensaios de tração das séries S1 e S2 às diferentes idades.

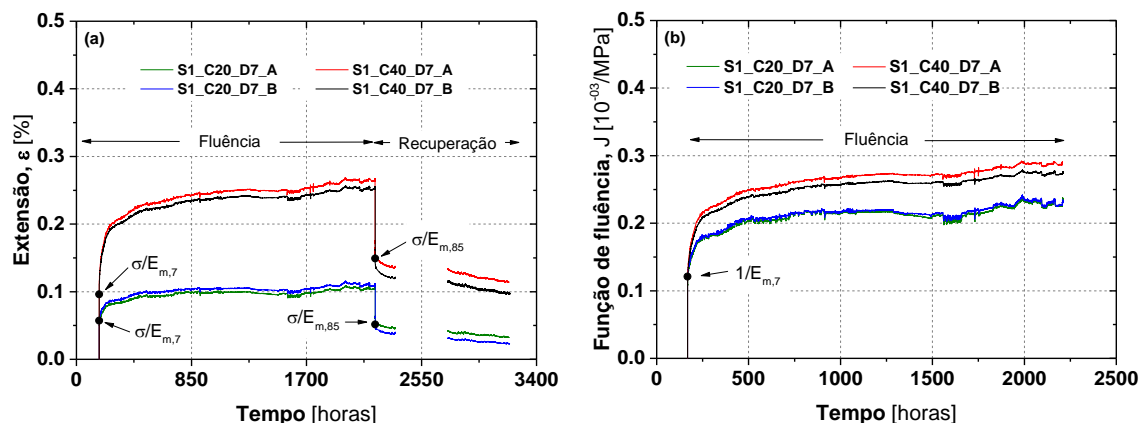
Séries	ID	$A_{average}$ [mm <sup>2</sup> ]	$f_{ult}$ [MPa]	$E_{adesivo}$ [GPa]	$\epsilon_{ult}$ [%]
S1	S1_D7	46.06 (2.6%)	23.06 (4.4%)	8.27 (1.2%)	0.313 (12.8%)
	S1_D85	44.70 (3.7%)	25.61 (1.4%)	8.54 (1.0%)	0.442 (8.4%)
S2	S2_D1	45.10 (0.6%)	18.65 (3.2%)	3.73 (3.8%)	0.955 (15.6%)
	S2_D2	43.93 (1.5%)	24.17 (3.9%)	6.99 (6.0%)	0.496 (16.6%)
	S2_D3	44.90 (0.9%)	22.51 (3.2%)	6.93 (2.1%)	0.432 (9.6%)
	S2_D7	45.53 (2.6%)	24.64 (7.5%)	8.44 (2.2%)	0.342 (17.7%)

### 3.2 Efeito da fluência

#### 3.2.1 Série S1

Na Figura 3a está representada a resposta diferida dos provetes da série S1 inicialmente submetidos a tensão constante e posteriormente descarregados, exibindo portanto a correspondente recuperação de deformações. As respetivas curvas função de fluência-tempo estão apresentadas na Figura 3b. Na Figura 3a é possível observar uma boa coerência entre os provetes A e B (mesmo tipo de provete nas mesmas condições). Os valores de deformação elástica calculados com base no módulo de elasticidade obtido nos ensaios monotónicos de tração foram identificados com pontos na mesma figura. Também se observa que as deformações elásticas calculadas para a série S1\_C40 não são exatamente o dobro da série S1\_C20, conforme seria expectável dada a proporção dos carregamentos. Estas variações podem estar relacionadas com ligeiro desalinhamento entre a alavanca e o provete no próprio sistema mecânico, alguma variação da secção geométrica dos provetes e variações intrínsecas nas propriedades dos materiais.

Durante o período em que a carga esteve aplicada, a evolução da extensão de fluência foi afetada pelas oscilações da temperatura dentro da câmara climática ( $\pm 2$  °C) devido ao elevado coeficiente de expansão térmica dos adesivos epoxídicos ( $\approx 41 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ ). Assim, foi necessário proceder à compensação da extensão medida para ter em consideração os efeitos da temperatura. O coeficiente de fluência foi calculado com base na razão  $(\epsilon_{max} - \epsilon_{elast})/\epsilon_{elast}$ . No presente programa experimental, os coeficientes de fluência calculados para provetes carregados aos 7 dias e com uma duração de ensaio de 85 dias foram 1.2 e 1.7 para o caso dos provetes sujeitos a um nível de tensão de 20% e 40%, respetivamente. Esta diferença de coeficientes de fluência e a diferença entre as funções de fluência apresentadas na Figura 3b parecem sugerir falta de homogeneidade do comportamento viscoelástico do adesivo. Para um material viscoelástico linear, a função de fluência é independente do nível de tensão, o que significa que as curvas da função fluência a diferentes níveis de tensão deveriam coincidir [3]. No entanto, não está descartada a potencial ocorrência de erro experimental sistemático, pelo que serão aconselháveis trabalhos futuros para endereçar esta questão em específico.

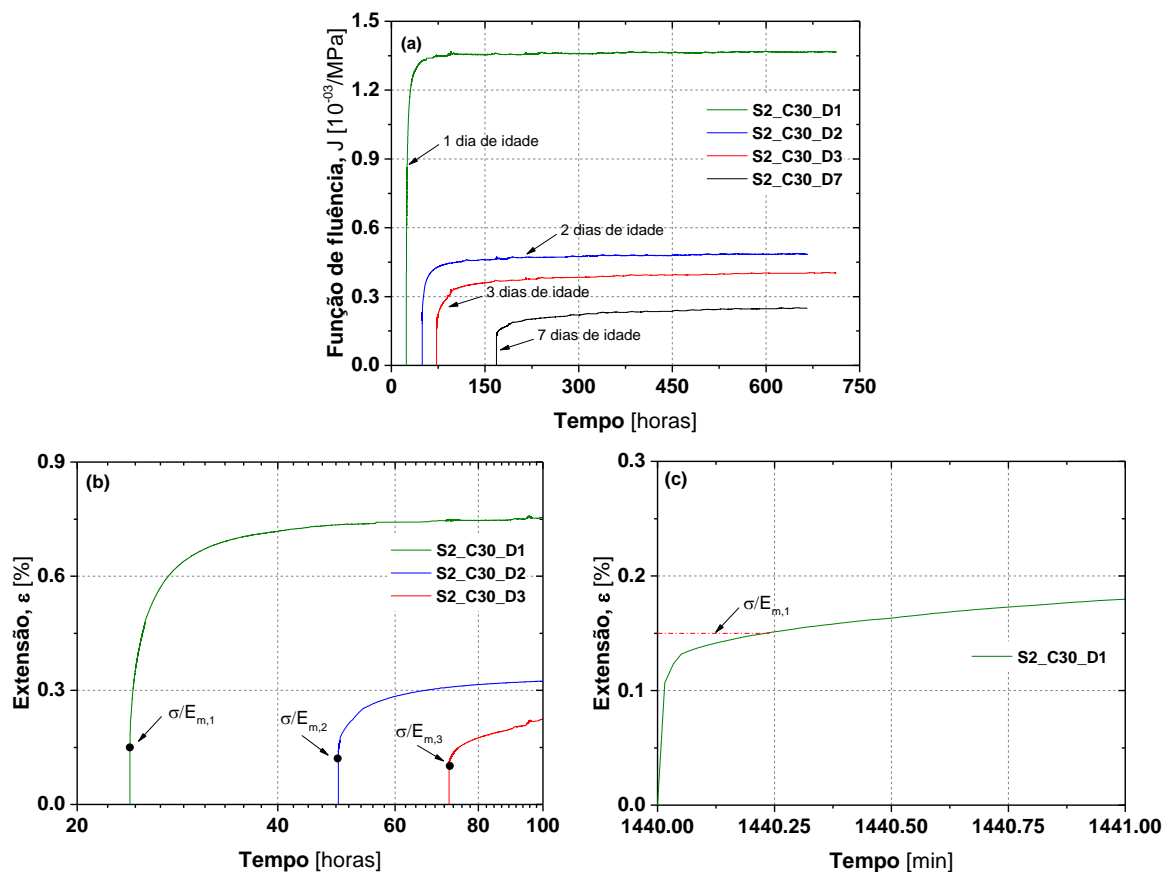


**Figura 3:** Ensaios de fluência da série S1: (a) comportamento de fluência e recuperação; (b) função de fluência.

Após o descarregamento (aos 85 dias de idade), verificou-se que a extensão elástica foi praticamente recuperada, uma vez que a extensão calculada através do módulo determinado pelos ensaios monotónicos de tração realizados à idade do descarregamento  $\sigma/E_{m,85}$  coincide com a extensão medida no instante de remoção da carga, com exceção do provete S1\_C20\_D7\_A, como mostra a Figura 3a. De acordo com a linearidade do material viscoelástico, isto conduz à verificação do princípio de sobreposição de Boltzmann [3]. Durante a fase de recuperação, os provetes apresentaram uma cinética de evolução da deformação semelhante à resposta que haviam exibido após o carregamento inicial. Considerando a recuperação da deformação por fluência até ao momento de redação deste artigo, os provetes que tinham sido sujeitos a um nível de tensão de 20% e 40% recuperaram em média 58% e 37% da extensão, respetivamente.

### 3.2.2 Série S2

Na Figura 4 estão representadas as evoluções das extensões durante os ensaios de fluência de provetes carregados a diferentes idades. Os valores das deformações elásticas representadas por  $\sigma/E$  foram calculados com base no módulo de elasticidade obtido a partir dos ensaios monotónicos de tração realizados às mesmas idades. Esses valores estão muito próximos da extensão elástica medida experimentalmente nos ensaios de fluência. Embora a deformação elástica do provete carregado a um dia de idade aparente ser bastante mais elevada que nas restantes idades (ver Figura 4a), a ampliação da resposta nos primeiros minutos mostra o contrário (ver Figura 4b e c) A evolução da extensão de fluência deste provete apenas é considerável até às primeiras 80 horas, aproximadamente. De facto, ocorrem dois fenómenos simultaneamente a partir do instante de carregamento: reações de cura do material e o efeito de fluência. Este comportamento pode ser também observado nos restantes provetes a diferentes idades, mas com menor evidência. As deformações de fluência decrescem para idades de carregamento mais avançadas (ver Figura 4b), tal como acontece em outros materiais, como por exemplo o betão.



**Figura 4:** Ensaio de fluência a diferentes idades: (a) provetes carregados a 1, 2, 3 e 7 dias de idade; (b) detalhe da resposta de fluência a 1, 2 e 3 dias de idade; (c) detalhe da extensão elástica do provete carregado a 1 dia de idade.



#### **4 CONCLUSÕES**

O presente trabalho teve como objetivo avaliar o comportamento de fluência de um adesivo epoxídico estrutural usado em aplicações de reforço com FRP. Os ensaios experimentais foram realizados em duas séries, sendo que na primeira foram avaliados distintos níveis de tensão enquanto e na segunda série diferentes idades de carregamento. As principais conclusões foram as seguintes: (i) em ambas as séries a deformação elástica foi coerente com a calculada pelos ensaios monotónicos; (ii) os provetes carregados aos 7 dias de idade exibiram um comportamento que aparenta desviar-se ligeiramente do critério de homogeneidade; (iii) depois de descarregados os provetes, a extensão elástica foi praticamente recuperada, permitindo verificar o princípio da sobreposição de Boltzmann; e (iv) as deformações de fluência foram diminuindo para idades de carregamento mais avançadas.

#### **AGRADECIMENTOS**

Este trabalho foi apoiado por fundos FEDER através do Programa Operacional Factores de Competitividade - COMPETE e fundos nacionais, através da FCT - Fundação Português de Ciência e Tecnologia no âmbito dos projectos FRPreDur - PTDC/ECM-EST/2424/2012 e VisCoDyn EXPL/ECM-EST/1323/2013. Os autores também gostariam de agradecer à empresa S&P Clever Reinforcement Ibérica Lda. Pelo apoio e contribuição no desenvolvimento deste estudo. O primeiro autor gostaria ainda de agradecer a bolsa de doutoramento SFRH/BD/89768/2012 financiada pela FCT.

#### **REFERÊNCIAS**

- [1] Feng CW, Keong CW, Hsueh YP, Wang YY, Sue HJ. Modeling of long-term creep behavior of structural epoxy adhesives. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 2005;25(5):427-436.
- [2] Meyers MA, Chawla KK, *Mechanical behavior of materials* vol. 2: Cambridge university press Cambridge, 2009.
- [3] Guedes RM, *Creep and Fatigue in Polymer Matrix Composites*: Woodhead Publishing Limited, 2011.
- [4] Costa I, Barros JAO. Creep of structural adhesives : an overview. In: CICE 2012 6th International Conference on FRP Composites in Civil Engineering, Rome; 2012. p.
- [5] Meshgin P, Choi K-K, Reda Taha MM. Experimental and analytical investigations of creep of epoxy adhesive at the concrete-FRP interfaces. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 2009;29(1):56-66.
- [6] S&P, Technical Data Sheet. S&P Resin 220 epoxy adhesive. S&P Clever Reinforcement ed, 2013, p. 3.
- [7] Sena-Cruz J, Silva P, Fernandes P, Azenha M, Barros JC, Sousa C, Castro F, Teixeira T. Creep behavior of concrete elements strengthened with NSM CFRP laminate strips under different environmental conditions. In: FRPRCS-11 11th International Symposium on Fibre Reinforced Polymer for Reinforced Concrete Structures, Guimarães; 2013. p. 12.
- [8] Fernandes P, Granja JL, Benedetti A, Sena-Cruz J, Azenha M. Quality control and monitoring of NSM CFRP systems: E-modulus evolution of epoxy adhesive and its relation to the pull-out force. *Composites Part B: Engineering* 2015;75(0):95-103.