cimar

CENTRO DE INVESTIGACION EN MATERIALES AVANZADOS, S.C. POSGRADO

Tesis como Requisito para obtener el Grado de Maestro en Ciencias de materiales presenta:

Criterio de falla de interfase para el adhesivo D609/acero 1018

Alumno Francisco Octavio Pérez Blanco Director de tesis Dr. Alberto Díaz Díaz Chihuahua, Chihuahua 9 de mayo del 2012

Criterio de falla de interfase para adhesivo D609 y acero 1018

Este trabajo no podría haberse llevado a cabo sin el apoyo económico brindado por el CONACyT (proyecto 79467) y la US AIR Force (grant FA9550-09-1-0394).

Al Centro de Investigación en Materiales Avanzados CIMAV por el apoyo brindado durante mi formación, así como por el uso de las instalaciones y equipos.

Agradezco a mi asesor el Doctor Alberto Díaz Díaz y a los técnicos Rubén Castañeda Balderas, Daniel Lardizábal Gutiérrez y Mónica Elvira Mendoza Duarte.

Agradezco a mis sinodales la M.C. Erika Ivonne López Martínez, el Doctor Antonino Pérez Hernández y el Doctor Gilberto Sandino Aquino De Los Ríos.

Francisco Octavio Pérez Blanco

Índice

CENTRO DE INVESTIGACION EN MATERIALES AVANZADOS, S.C. POSGRADO.1			
I. Introducción			
II. Marco teórico11			
1. Mecánica del medio continúo11			
1.1 Campo de desplazamientos y de deformaciones			
1.2 Campo de esfuerzos13			
1.3 Comportamiento14			
2. Método de elementos finitos14			
3. Efectos de borde en uniones adhesivas15			
4. Criterios de falla16			
4.1 Criterios puntuales sobre esfuerzos16			
4.2 Criterios energéticos			
5. Adhesivos y mecanismos de adhesión18			
5.1 Adhesivos epóxicos19			
5.2 Mecanismos de adhesión20			
III. Antecedentes			
1. Curado y caracterización térmica de adhesivos			
2. Comportamiento mecánico de adhesivos			
3. Cálculo de esfuerzos en uniones adhesivas			
4. Criterios de falla adhesiva			
5. Pruebas mecánicas para caracterización de uniones adhesivas			
IV. Materiales y métodos			
1. Materiales, equipos y dispositivos empleados			
1.1. Materiales			
1.2. Equipos y dispositivos empleados			
2. Métodos y preparación de muestras			
2.1. Metodología experimental37			
2.1.1Análisis térmico			
2.1.1.1. Calorimetría diferencial de barrido			
2.1.1.2. Análisis termo gravimétrico			
2.1.1.3. Análisis termo mecánico			

2.1.2. Análisis mecánico	39
2.1.2.1. Caracterización mecánica del adhesivo	40
2.1.2.2. Análisis dinámico mecánico	40
2.1.2.3. Pruebas de torsión	42
2.1.2.4. Pruebas Arcan	44
2.1.2.4.1. Elaboración de probetas con efecto de borde	49
2.1.2.4.2. Elaboración de probetas con efecto de borde y grieta	50
2.1.2.4.3. Elaboración de probetas sin efecto de borde	51
2.2. Metodología teórica	51
2.2.1. Pruebas de torsión	52
2.2.2. Pruebas Arcan	53
V. Resultados y discusión	54
1.Resultados de análisis térmico y curado	54
1.1 Térmicos	54
1.1.1. Calorimetría diferencia de barrido	54
1.1.2. Análisis termo gravimétrico	55
1.1.3 Análisis termomecánico	56
2 Pruebas mecánicas y determinación de criterios de falla	59
2.1 Caracterización mecánica del adhesivo	60
2.2 Análisis dinámico mecánico	60
2.3 Pruebas de torsión	61
2.4. Arcan modificado	62
2.4.1. Pruebas con probetas sin efecto de borde	63
2.42. Resultados Arcan con efecto de borde	67
VI. Conclusiones.	75
VII. Referencias	76
VIII. Anexo: hojas técnicas de los materiales empleados	80
IX. Tabla de figuras e ilustraciones	84

Resumen

En el presente trabajo se desarrolló un criterio para predecir la falla de interfase en uniones adhesivas hechas de adhesivo Loctite D609 y acero 1018. El criterio involucra condiciones sobre esfuerzos de interfase y energía de fractura. Este tipo de criterio no ha sido aplicado en materiales heterogéneos y el aplicarlo a uniones de adhesivas representa una primera originalidad del presente trabajo. El criterio se basa en cálculos de esfuerzos y en experimentos con probetas ARCAN que permiten barrer la envolvente de falla variando las proporciones esfuerzo cortante y esfuerzo normal de interfase. También se realizaron pruebas de torsión con uniones a tope donde se generó un esfuerzo cortante puro sin esfuerzo normal. Un análisis del curado del adhesivo permitió definir un tratamiento térmico para asegurar un curado casi completo y por ende propiedades mecánicas estables del adhesivo. Los esfuerzos son calculados mediante la técnica de elementos finitos. Las fuerzas experimentales de falla presentan gran dispersión tal y como se ha reportado en otros trabajos. En este trabajo demostramos, gracias a los criterios empleados y a los cálculos de esfuerzos, que esta dispersión es debida en gran proporción a defectos de manufactura en los bordes de las probetas. Estos defectos son actualmente imposibles de controlar. La segunda y más importante originalidad del trabajo, consistió en predecir los límites de la dispersión de fuerzas de falla en base a la medición del tamaño máximo de defectos observados y a cálculos teóricos. Por tanto realizando una importante contribución para el diseño de uniones adhesivas estructurales.

Abstract

In the present work we develop a criterion to predict the interfacial failure in adhesive joints made of Loctite D609/Carbon steel 1018. The criterion involves stress and strain energy conditions. This type of criterion has not been applied to heterogeneous materials and its application to adhesive joints represents the first innovation developed in the present work. The criterion is based on the stress and energy calculations and experiments with ARCAN specimens that allow a scanning of the failure envelope, varying the interfacial shear / normal stress ratio. Also torsion tests were performed with butt joints which generate a pure shear stress state without normal stresses. The analysis of the curing process of the adhesive helped us to define a thermal treatment required to ensure a quasi-complete curing reaction. The finite element technique is applied to calculate stresses and energies. The strength of the specimens tested exhibited a large statistical dispersion as has been reported in previous works. This dispersion is due to manufacturing defects at the specimen edges. At this moment, it is not possible to fully control these defects. Finally, the second and more important innovation of the work consists in predicting the strength dispersion by taking into account the maximum defect size measurements and performing theoretical calculations. Thus, this work is an important contribution to the design of structural adhesive joints.

I. Introducción.

En la actualidad el uso de adhesivo es cada vez mayor en casi cualquier industria. Muestra de ello, es su implementación en las industrias automotriz, naval, aeronáutica y de la construcción. Entre las principales ventajas del uso de adhesivos se encuentra la nula modificación de las propiedades mecánicas de los adherentes, ya sea por cuestión de temperatura o por la generación de esfuerzos residuales. Otra ventaja es el aumento del área de contacto, lo cual disminuye la concentración de esfuerzos. Esta concentración es menor en comparación con los mecanismos de unión tradicionales como lo son las soldaduras, o el empleo de tornillos o remaches. Otras de las ventajas que presentan los adhesivos es su aplicación en una gran variedad de materiales, la falta de limitación de las uniones debido al tamaño de las piezas y la relativamente rápida preparación para la aplicación del adhesivo.

Los tipos de fallas más aceptados (Lawrence E. Nielsen, 2010) que pueden presentarse en las uniones adhesivas son de tres tipos (ver figura 1):

- 1) del sustrato,
- 2) de la interfase adhesivo/sustrato; a este tipo de fallas se le conoce como falla adhesiva,
- 3) de la capa de adhesivo; a este tipo de falla se le conoce como falla cohesiva.

Las dos últimas son las más comunes y de mayor interés a nuestro estudio. Existiendo también una combinación de ambas suele ocurrir tal y como lo ilustra la figura 1.

Justificación

En la actualidad el uso de uniones adhesivas se encuentra limitado por la falta de criterios de falla mecánica confiables. Esto se debe en gran medida a la gran sensibilidad de los esfuerzos con respecto al acabado y pequeños defectos en las interfases cuando existen efectos de borde.



Figura 1. Tipos de fallas: a) falla cohesiva, b) falla adhesiva c) combinación de fallas cohesiva y adhesiva, d) falla de sustrato.

Objetivos

El objetivo principal de este trabajo es establecer un criterio de falla adhesiva para uniones con adhesivo Loctite D609 y sustrato de acero basado en pruebas mecánicas bajo diferentes condiciones de carga

Los objetivos particulares del presente trabajo son:

- Diseñar y construir dispositivos que permitan realizar pruebas con diferentes proporciones de esfuerzo cortante / esfuerzo normal en las interfases de uniones adhesivas.
- Diseñar y elaborar de moldes y probetas para la realización de las pruebas mencionadas.
- Definir un proceso que asegure un curado casi-completo del adhesivo.
- Calcular por medio de elementos finitos los esfuerzos en las probetas.
- Determinar las causas de la dispersión en los valores de resistencia de uniones adhesivas.
- Determinar un criterio de inicio de falla para la interfase entre el acero y el adhesivo estudiado.

Hipótesis.

Es posible realizar pruebas con fallas de interfase, cuyos resultados ayudarán a ajustar un criterio mixto de falla sobre esfuerzos y energías de factura.

Este trabajo está dividido en cuatro partes de acuerdo a las necesidades y objetivos del presente trabajo:

- Marco teórico.- donde se recuerda todos los conceptos teóricos básicos necesarios para el entendimiento de los desarrollos realizados en esta tesis.
- Antecedentes.- en esta sección se realiza un resumen de los trabajos realizados por otros investigadores en temas afines a este trabajo.
- Materiales y métodos.- se especifican los materiales y procedimientos realizados en el desarrollo de esta tesis.
- Resultados y discusión.- donde se muestran los resultados de los diversos análisis realizados y el criterio obtenido así como una discusión de los mismos.

II. Marco teórico.

En esta parte se hace un breve recordatorio de los conocimientos básicos requeridos para entender el trabajo realizado en esta tesis. Los temas abordados son:

- la mecánica del medio continuo,
- el método de elementos finitos,
- efectos de borde en uniones adhesivas,
- criterios de falla,
- adhesivos y mecanismos de adhesión.

1. Mecánica del medio continúo.

El modelo de medio continuo considera un material o un fluido como un dominio continuo en el cual no existen vacíos (Diaz, 2010). El modelo de medio continuo se aplica entonces a escalas suficientemente grandes como para despreciar los espacios interatómicos. Usualmente, para polímeros y metales, para escalas superiores a una décima de micra el modelo de medio continuo es correcto. Este modelo permite entonces definir campos continuos y derivables como por ejemplo el campo de temperatura o el campo de desplazamientos. En esta tesis se estudian sólidos deformables y se les aplica el modelo de medio continuo.

La mecánica del medio continuo es una rama de la mecánica que estudia el movimiento de partículas del medio estudiado y los esfuerzos generados en el mismo. Para el caso de sólidos, se estudian desplazamientos, deformaciones y esfuerzos.

1.1 Campo de desplazamientos y de deformaciones.

Si un punto material del sólido S que ocupaba el punto geométrico Mo en una configuración de referencia se desplaza a un punto geométrico M, el desplazamiento de este punto material es modelizado por el vector $\underline{M_0M} = \underline{OM} - \underline{OM_0}$. Se define entonces el campo de desplazamiento \underline{U} que a todo punto Mo de Ω o asocia el vector <u>MoM</u>:

$$\underline{U}(M_0) = U(OM_0) = \underline{U}(x_0, y_0, z_0) = M_0 M = \underline{OM} - OM_0$$
(1)

Se puede decir que un sólido se deforma si las distancias entre dos puntos materiales varían entre los instantes t_o y t o cuando ocurre una

variación del ángulo entre dos vectores materiales entre esos mismos instantes. Si las distancias y los ángulos son conservados por la transformación se dice entonces que tenemos una transformación rígida. Las transformaciones rígidas son las translaciones y rotaciones (ver figura 2).



Figura 2.-Transformación rígida de un cuerpo.

La deformación ocurre si el producto punto de dos vectores materiales cualesquiera es conservado por la transformación. Así pues, para cualquier M_o, N_o y P_o de Ω_o y sus correspondientes M, N y P de Ω , si la diferencia de productos punto de la ecuación siguiente:

$$\underline{MN} * \underline{MO} - M_o N_o * M_o P_o \tag{2}$$

es diferente de cero, entonces existe deformación. Para transformaciones rígidas, la diferencia anterior es cero.

Por medio de un desarrollo matemático un poco más elaborado se concluye que la deformación está asociada al tensor de deformación de Green-Lagrange definido por:

$$\bar{\bar{e}}(x_0, y_0, z_0) = \frac{1}{2} \left(\overline{grad} \underline{T}(x_0, y_0, z_0) \cdot \overline{grad}^t \underline{T}(x_0, y_0, z_0) - \overline{\bar{1}} \right)$$
(3)

Sin embargo, si las componentes del tensor son menores al 10%, se dice que son deformaciones ingenieriles y se adopta la hipótesis de pequeñas perturbaciones, la cual emplea el tensor de Green-Cauchy para cuantificar las deformaciones:

$$\overline{\overline{\varepsilon}}(x_0, y_0, z_0) = \frac{1}{2} \left(\overline{\overline{\operatorname{grad}}} \underline{U}(x_0, y_0, z_0) + \overline{\operatorname{grad}}^t \underline{U}(x_0, y_0, z_0) \right)$$
(4)

El tensor anterior es simétrico, por lo que:

$$\overline{\overline{\varepsilon}} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{\chi\chi} & \varepsilon_{\chi y} & \varepsilon_{\chi z} \\ \varepsilon_{\chi y} & \varepsilon_{y y} & \varepsilon_{y z} \\ \varepsilon_{\chi z} & \varepsilon_{y z} & \varepsilon_{z z} \end{pmatrix}$$
(5)

los campos escalares las seis componentes ε_{xx} , ε_{xy} , ε_{xz} , ε_{yy} , $\varepsilon_{yz} y \varepsilon_{zz}$. Las deformaciones ε_{xx} , $\varepsilon_{yy} y \varepsilon_{zz}$ indican si existe una dilatación ó estiramiento cuando la deformación es mayor a cero y una contracción si es menor. Por otro lado, las deformaciones, ε_{xy} , $\varepsilon_{xz} y \varepsilon_{yz}$ indican si hay una deformación angular.

1.2 Campo de esfuerzos.

Las acciones mecánicas exteriores a un sólido generan fuerzas internas. Al dividir estas fuerzas por las áreas sobre las cuales se aplican, se define el concepto de esfuerzo. Al considerar secciones infinitesimales se obtiene la definición del vector esfuerzo σ :

$$\underline{\sigma} = \lim_{\Delta a \to 0} \left(\frac{\underline{F}}{\Delta a} \right) \tag{6}$$

donde \underline{F} es la fuerza que actúa sobre la sección de esta área Δa . El vector esfuerzo depende del punto considerado y de la sección infinitesimal considerada. Para definir la sección infinitesimal, es cómodo y práctico emplear el vector normal exterior de magnitud 1. Se demuestra que el vector esfuerzo depende linealmente del vector normal a la sección. De esta manera, se prueba que existe un tensor de segundo orden llamado el tensor de esfuerzos $\overline{\sigma}$ tal que:

$$\underline{\sigma}(\underline{x},\underline{n}) = \overline{\overline{\sigma}}(\underline{x}) \bullet \underline{n} \tag{7}$$

donde \underline{n} es el vector normal exterior.

Mediante el estudio del equilibrio de un elemento infinitesimal de volumen d Ω se puede demostrar que el campo $\overline{\sigma}$ es simétrico y que el campo de esfuerzos verifica la ecuación vectorial:

$$\underline{div}\,\overline{\bar{\sigma}}(\underline{x}) + f(x) = \underline{0} \tag{8}$$

la cual es llamada comúnmente la ecuación de equilibrio local.

1.3 Comportamiento.

Para un material isotrópico con elasticidad lineal, los esfuerzos del párrafo anterior se encuentran relacionados con las deformaciones por medio de las ecuaciones de comportamiento:

$$\bar{\bar{\sigma}} = \frac{E}{1+v}\bar{\bar{\varepsilon}} + \frac{v\cdot E}{(1+v)(1-v^2)}tr(\bar{\bar{\varepsilon}})\cdot\bar{\bar{1}}$$
(9)

donde E es el módulo de Young, v es el coeficiente de Poisson.

2. Método de elementos finitos.

El método de los elementos finitos es un método numérico que genera una aproximación de soluciones a ecuaciones diferenciales parciales, este método es muy utilizado en diversos problemas de ingeniería y ciencias (Díaz 2010). El método está diseñado para su implementación por medio del equipo de cómputo permitiendo resolver ecuaciones diferenciales asociadas a un problema físico sobre geometrías complicadas. Este método es usado en el diseño y mejoramiento de productos y aplicaciones industriales, tanto en sistemas físicos y químicos como en los sistemas biológicos complejos. Asimismo, la variedad de áreas de aplicación ha crecido enormemente en los últimos años, teniendo como requisito básico la necesidad del conocimiento de las ecuaciones de antemano. Con el método es posible obtener una solución numérica aproximada sobre un cuerpo, estructura o dominio sobre el que se definen las ecuaciones diferenciales o integrales que caracterizan el comportamiento físico del problema, dividiéndolo en un número elevado de subdominios denominados elementos finitos. En cada elemento, la solución del problema es aproximada por funciones de interpolación conocidas, usualmente polinomios.

El conjunto de elementos finitos que dividen al dominio reciben de igual manera la denominación de discretización. Dentro de cada elemento se distingue una serie de puntos representativos llamados nodos. Un nodo sobre la frontera de un elemento finito puede pertenecer a otros elementos. Al conjunto de nodos se le llama malla (ver figura 3). Dicha malla es generada usualmente con programas especializados en elementos finitos. De acuerdo a las relaciones de adyacencia o conectividad, se relaciona el valor de un conjunto de variables o incógnitas definidas en cada nodo y denominadas grados de libertad. Estos últimos se refieren a la cantidad de condiciones especificadas en el sistema necesarias para resolver el problema. El conjunto de relaciones entre los valores de los campos en los nodos se puede escribir en forma de un sistema de ecuaciones lineales. A la matriz de dicho sistema de ecuaciones se le llama matriz de rigidez del sistema.



Figura 3. Mallado de piezas en COMSOL para su análisis.

El número de ecuaciones de dicho sistema es proporcional al número de nodos. EL método de los elementos finitos se programa computacionalmente para calcular el campo de desplazamientos, y posteriormente, a través de relaciones cinemáticas y constitutivas, las deformaciones y esfuerzos respectivamente. Dada la imposibilidad de encontrar una solución analítica en la mayoría de los problemas de ingeniería, con gran frecuencia dentro de las prácticas ingenieriles se emplean los métodos numéricos como los elementos finitos, siendo la única alternativa práctica de cálculo.

3. Efectos de borde en uniones adhesivas.

En las intersecciones de los bordes con las interfases se presentan singularidades de esfuerzos (esfuerzos infinitos). También en la punta de grietas existen singularidades de esfuerzos. Estas singularidades causan un incremento considerable (una concentración) de esfuerzos en la vecindad de las zonas de singularidad. Empleando un software de elemento finito, la existencia de singularidades se manifiesta con la no convergencia de resultados en los puntos de singularidad de esfuerzos. En la figura 4, se muestra un ejemplo de efecto de borde en una unión adhesiva.



Figura 4. Pieza con efecto de borde (derecha) y acercamiento al mismo (izquierda).

La concentración de esfuerzos y las singularidades antes mencionadas son conocidas como efectos de borde. Es en los bordes donde normalmente se inician las fallas de interfase.

4. Criterios de falla.

Los criterios de falla son aproximaciones matemáticas empleadas para la predicción de resistencia en los materiales, clasificándose los criterios empleados en el presente trabajo en: criterios puntuales sobre esfuerzos y criterios energéticos.

4.1 Criterios puntuales sobre esfuerzos.

En esta familia de criterios resaltan los criterios de Tresca y de Von Mises. El criterio de Tresca fue desarrollado por el ingeniero francés Henri Tresca alrededor del año 1864. El criterio establece que un material fallaría si cumple con el siguiente criterio.

$$f\left(\stackrel{=}{\sigma}\right) = m \acute{a} x_{i,j=1,2,3} \left(\sigma_i - \sigma_j\right) - \sigma^R \ge 0 \tag{10}$$

donde σ_i y σ_j son esfuerzos principales, σ^R es una constante característica del material llamada resistencia del material.

El criterio de Von Mises, es un refinamiento del criterio de Tresca. De acuerdo con este criterio, una pieza o elemento estructural falla cuando en alguno de sus puntos la energía de distorsión por unidad de volumen rebasa un umbral.

$$e_{dist} \ge \frac{\sigma_R}{2E} \tag{11}$$

El criterio de la máxima energía de distorsión fue formulado primeramente por Maxwell en 1865 y más tarde también mencionado por Huber en 1904. Sin embargo, fue con el trabajo de Richard Edler Von Mises en el año 1913 que el criterio alcanzó notoriedad. A veces se conoce a esta teoría de falla elástica basada en la tensión de Von Mises como teoría de Maxwell-Huber-Hencky-Von Mises. En términos de esfuerzos, este criterio puede escribirse sencillamente en términos del esfuerzo de Von Mises como:

$$\sigma_{VM} = \sqrt[2]{\frac{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2}{2}} \ge \sigma_R$$
(12)

donde $\sigma_1 \ge \sigma_2 \ge \sigma_3$ son las tensiones principales en el punto considerado.

En la figura 5, se esquematizan las ecuaciones de los criterios de Von-Mises y de Tresca en un plano virtual de esfuerzos principales.



Figura 5. Envolventes de falla de los criterios de Von Mises y Tresca.

Estos criterios puntuales tienen el inconveniente de no poder predecir el inicio de falla cuando existen singularidades de esfuerzos (esfuerzos infinitos). Estas singularidades ocurren en puntas de grietas, esquinas con radio de curvatura cero o en la intersección de interfases entre dos materiales con bordes (efecto de borde). En estos casos, el modelo matemático arroja esfuerzos infinitos y un criterio de falla predeciría entonces una resistencia nula, lo cual no tiene significado físico. Es importante recordar que no es posible efectuar un análisis en una escala pequeña que ponga en riesgo la validez del modelo de medio continuo y por lo tanto, analizar el esfuerzo en un punto no es válido sino más bien evaluarlo en una zona de tamaño superior a 0.1 micras. Los criterios energéticos son una alternativa para los casos en que existen singularidades y grietas y se desea estudiar la propagación de estas últimas.

4.2 Criterios energéticos.

Estos criterios son usualmente empleados para el cálculo del avance del tamaño de grieta. El primer criterio existente de este tipo data del año 1920, publicado por Griffith (1920) y en el cual se consideran grietas en los materiales. En la punta de las grietas, los esfuerzos son infinitos. El mecanismo por el cual se propagan las grietas dentro de una estructura obedece a ecuaciones no tan locales como un criterio puntual de esfuerzos. Griffith propuso el empleo de la variación de energía potencial para predecir la propagación de grietas. Se definió entonces el concepto de energía de fractura *G* de la manera siguiente:

$$G = -\frac{E_p(A+dA) - E_p(A)}{dA}$$
(13)

donde $E_p(A)$ es la energía potencial de la estructura con una grieta de área A, dA es un incremento infinitesimal de área de grieta. El criterio de propagación de grieta se escribe:

$$G \ge G_c \tag{14}$$

donde G_c es la energía de unión atómica por unidad de área en J/m2.

5. Adhesivos y mecanismos de adhesión.

En la actualidad existe un gran número de materiales adhesivos. Sin embargo, en las últimas décadas los elaborados a partir de resinas

epóxicas han incrementado su uso y ofrecen amplias ventajas tales como: su producción en grandes volúmenes, diferentes tipos de aplicaciones, amplio rango de temperaturas de curado, buen desempeño mecánico, alta resistencia a la corrosión, abrasión e impacto, buena adherencia, así como precios relativamente bajos, por mencionar algunas. Estas resinas también son base de otros productos como pinturas, láminas reforzadas con fibras de vidrio, recubrimientos eléctricos, etc. Hoy en día, el cincuenta por ciento de la producción de epóxicos es empleado en el mercado de adhesivos.

5.1 Adhesivos epóxicos.

Los epóxicos en su forma más simple se obtienen a partir de la reacción entre una resina que tiene dos o más grupos funcionales epoxi y un agente de curado, también llamado entrecruzante (Odian, 2004). Este último puede ser un éster, amina, amida, etc. Adicionalmente pueden estar presentes en la reacción rellenos, plastificantes, ignífugos, pigmentadores, aditivos, estabilizadores y antioxidantes, lo que sin duda incrementa la complejidad de la estructura química e incrementa notablemente la diferencia entre las propiedades de un producto a otro. Uno de los monómeros más empleados es el bisfenol epóxico y cuya estructura aparece en la figura 6. El valor de n varía entre 0 y 200, por lo que la resina puede tener diferentes estados físicos que van desde un líquido viscoso para n=1, a un sólido amorfo para valores de n iguales o mayores a 2. Su peso molecular para la elaboración de productos comerciales se encuentra en el intervalo comprendido entre 400 y 4000, pero inclusive puede alcanzar valores del orden de los 50000 convirtiéndolo en un polímero de alto peso molecular. Para este último caso, los monómeros reaccionantes solamente se ubican en los extremos de las cadenas, lo cual varía sus propiedades químicas. Aunque ciertamente los grupos secundarios hidroxilos forman una parte muy importante en la reacción, en el caso del bisfenol, algunas veces se aprovecha la reactividad que presentan las terminales de los grupos epoxi.



Figura 6. Bisfenol Epóxico.

En todos los casos el entrecruzante tiene como función primordial llevar a cabo el entrecruzamiento o curado de las resinas constituyendo estructuras moleculares del tipo reticular. Es decir, forman arreglos tridimensionales y se debe a que las resinas epóxicas son monómeros trifuncionales. Esta clase de arreglos se caracterizan por ser casi completamente amorfos y favorecer al incremento de la resistencia mecánica, con el inconveniente de presentar una mayor fragilidad. Los polímeros así obtenidos se denominan copolímeros ya que cuentan con dos o más tipos diferentes de monómeros. Dependiendo del endurecedor y demás sustancias que se emplean comúnmente en la reacción, varias de las características del polímero resultante son afectadas, siendo el peso molecular y el grado de entrecruzamiento de las cadenas de las más importantes, ya que repercuten en la temperatura de transición vítrea T_q, en la temperatura de fusión T_m y la temperatura de degradación T_d . Debido a que es una condición deseable desde el punto de vista mecánico, que los adhesivos no sean afectados por la temperatura, los polímeros constituidos a partir de resinas epóxicas poseen un alto peso molecular.

5.2 Mecanismos de adhesión.

La adhesión es la propiedad por la cual se unen dos superficies de sustancias iguales o diferentes cuando entran en contacto, y se mantienen juntas por fuerzas intermoleculares. La adhesión es diferente de la cohesión ya que mientras esta última es la atracción entre partículas adyacentes dentro de un mismo cuerpo, la adhesión es la interacción entre las superficies de distintos cuerpos (Heinbockel, 1996). El concepto de adhesión según el manual 17 de la "ASTM's manual series", se define como el fenómeno debido al cual dos cuerpos que son claramente distinguibles entre sí permanecen unidos en una superficie de contacto como consecuencia de la acción de fuerzas intermoleculares, la cual se manifiesta en dicha región mediante uno o varios tipos de adhesión en conjunto. Ciertos fenómenos relacionados con las fuerzas intermoleculares tal como el ángulo de contacto o ángulo de humectación se emplean para predecir el desempeño del sistema. Otros factores que influyen en la adhesión son la temperatura, la estructura guímica, el sustrato, las reacciones guímicas secundarias, así como el tamaño, distribución y forma de los defectos, entre otros.

Se dice que existe un problema de adherencia cuando la falla en el sistema adherente-adhesivo se presenta en la interfase, siendo igualmente probable que la falla se origine en el adhesivo, en el

adherente o como una combinación de todas las anteriores. Desde el punto de vista mecánico, la situación más idónea para el adhesivo es aquella en la cual la falla se presenta únicamente en el adherente.

Varias teorías intentan describir los fenómenos de adhesión. Las teorías más comunes de la adhesión se basan en: la adsorción, difusión, interacciones electrostáticas, anclaje mecánico y enlace químico.

La teoría de la adsorción declara que la adherencia es resultado del contacto molecular entre dos materiales y las fuerzas superficiales que se desarrollan. Se desarrolla un vínculo a partir de la adsorción de las moléculas del pegamento sobre el sustrato. Las fuerzas resultantes atractivas son designadas como fuerzas de Van der Waals. Para que estas fuerzas puedan desarrollarse, las respectivas superficies no deben ser separadas de más de cinco Armstrong de distancia. Por lo tanto, el pegamento debe hacer un contacto íntimo con la superficie de sustrato.

La teoría de difusión surge a través de la interdifusión entre las moléculas cuando tanto el adhesivo como la superficie adherida son polímeros, debiendo ser miscibles entre ellos. También, se requiere una buena movilidad para establecer una red que interconecte el adhesivo y el substrato.

El mecanismo de anclaje mecánico implica una interferencia mecánica. En este mecanismo, la adherencia ocurre sólo por el flujo de adhesivo y el relleno de poros, agujeros, grietas, y microvacíos sobre el sustrato. Cuando el adhesivo endurece, se logra la interferencia mecánica y los sustratos se mantienen unidos mecánicamente. La superficie de un material sólido realmente nunca es lisa ya que consiste en un laberinto de picos y valles. Según la teoría mecánica de adherencia, para funcionar correctamente el pegamento debe penetrar las cavidades sobre la superficie, desplazando el aire atrapado en la interfase, y anclando de manera mecánica sobre el sustrato.

Una manera de aumentar la resistencia en la adherencia es por el aumento del área total de contacto entre los sustratos y el adhesivo. En caso que la fuerza intermolecular sea la base de la adhesión, el aumento del área de contacto puede aumentar en su totalidad y también la resistencia mecánica de manera proporcional. Los estudios de la adhesión, de acuerdo a la clasificación en el manual 17 de la ASTM (Koleske, 1995), se dividen en dos grupos:

- I. aquellos que incluyen las fuerzas intermoleculares y sus posibles combinaciones,
- II. los estudios de adhesión práctica, que se enfocan en cuantificar la magnitud de la adherencia.

En lo consecutivo, se dejarán de lado las fuerzas intermoleculares que logran la adhesión y se limitará el estudio a la adhesión práctica.

III. Antecedentes.

En este capítulo se hace un resumen de los trabajos relevantes realizados por otros investigadores en temas afines al objetivo de esta tesis. Estos trabajos están clasificados de la siguiente forma:

- curado y caracterización térmica de adhesivos,
- comportamiento mecánico de adhesivos,
- análisis de esfuerzos en uniones adhesivas,
- predicciones de inicio de falla,
- pruebas mecánicas.

1. Curado y caracterización térmica de adhesivos.

En una reacción ideal se esperaría que la totalidad de los reactivos se consuman. Esto no se lleva a cabo en la realidad. En el caso de los adhesivos esto no es la excepción y aún menos si hablamos del curado de éstos en un tiempo específico como el propuesto por el fabricante. Por ello es necesario el sometimiento de las muestras a un tratamiento térmico a una temperatura igual o mayor a su temperatura de transición vítrea Tg (J.Y. Cognard R. C., 2008) (J.Y. Cognard P. D., 2005) (Ficha tecnica Loctite, 2001) (Jiangsong Zhang, 2011,), (Jongwoo Parka, 2006).

Para conocer los tiempos y temperatura de curado en el adhesivo existen varias técnicas esenciales como lo son:

- la calorimetría diferencial de barrido DSC,
- el análisis termo gravimétrico TGA,
- el análisis termo mecánico TMA.

El DSC se emplea para conocer la energía absorbida y liberada durante el proceso de curado (Vergnaud, 1983) (Lawrence E. Nielsen, 2010). Asimismo, es necesario conocer las temperaturas de transición vítrea y temperatura de degradación para poder designar la temperatura máxima a la cual se llevará a cabo un tratamiento térmico. Esta tarea se puede realizar mediante un equipo de DSC (Wei-Fang Sua, 2002), (Guijun Xian, 2007), (R. Polansky, 2009), (North American Thermal Analysis Society, 2000). El análisis de TMA ha sido reportado como útil no solo para el cálculo del coeficiente de expansión (Jongwoo Parka, 2006) sino que también es empleado como una técnica alternativa para verificar la etapa de curado del adhesivo (M. Lai, 2010), (Olivier, 2006).

2. Comportamiento mecánico de adhesivos.

Para poder predecir el inicio de falla de una estructura, es necesario propiedades mecánicas de conocer las los materiales en los componentes adhesivas, de la misma. Para las uniones es imprescindible caracterizar el comportamiento mecánico de los adhesivos y de los substratos. Los metales tienen un comportamiento que ya ha sido modelado con buena precisión mientras que los adhesivos son actualmente el objeto de muchas investigaciones en lo que se refiere a su comportamiento mecánico.

Los adhesivos pueden presentar plasticidad considerable antes de su falla (Chataigner S, 2011), (Cognard, 2006). Se ha observado que la plasticidad y la falla de estos materiales son sensibles al esfuerzo hidrostático (Wang CH, 2000). Por lo general, un adhesivo resiste más en tensión que en compresión. Los criterios de tipo Von-Mises o Tresca no son entonces adecuados para el estudio de falla o plasticidad de los adhesivos (Wang CH, 2000). Por otro lado se ha demostrado que los adhesivos presentan un efecto torniquete ("ratchetting") bajo cargas cíclicas con amplitud de esfuerzo constante (Lin YC, 2011) (ver figura 7). En este efecto, existe un incremento de deformación plástica después de cada ciclo a amplitud de carga constante. En la figura 8, se muestra el efecto torniguete en una prueba de torsión efectuada en (Castillo, 2010) con el mismo adhesivo empleado en esta tesis. Adicionalmente, se ha demostrado que los adhesivos presentan un comportamiento que es muy sensible a variaciones de temperatura y humedad (Y. Hua, 2008) así como a la velocidad de carga (X.X Yu, 2001) puesto que los fenómenos viscosos están omnipresentes en todos los polímeros.



Figura 7. Esquema del efecto torniquete en una prueba de tensión (Castillo, 2010).



Figura 8. Esfuerzo cortante aparente vs deformación angular en una prueba de torsión (Castillo, 2010).

En esta tesis, se consideran cargas monotónicas casi-estáticas y se emplea una temperatura entre 20 y 25°C para las pruebas realizadas. De esta manera se disminuye el efecto de variaciones de temperatura, de la velocidad de carga y el efecto torniquete sobre la resistencia mecánica de las uniones adhesivas.

3. Cálculo de esfuerzos en uniones adhesivas.

En uniones adhesivas, el cálculo de esfuerzos es indispensable para un diseño confiable. Existen varias técnicas para calcular los esfuerzos en estas estructuras. Una clasificación sencilla de estas técnicas es la siguiente:

- modelos analíticos,
- modelos de placa ó cascarón laminado,
- cálculos 3D con elementos finitos.

Uno de los modelos analíticos más empleados es el de Volkersen (1938) basado en la teoría "shear-lag" de Garett y Bayley (Bailey., 1977). En este modelo unidimensional se desprecian los esfuerzos normales de interfase, se aproximan los esfuerzos por funciones exponenciales cerca de la zona de efectos de borde y no aparecen singularidades de esfuerzos. Se suponen además cargas y geometrías planas sencillas. Estos modelos no pueden ser aplicados para geometrías más complicadas y la precisión de sus resultados es sacrificada para obtener resultados rápidamente sin costo computacional alguno.

Existen modelos más complejos que los anteriores y que permiten obtener una mejor aproximación de la solución de problemas estructurales con estructuras laminadas. Entre estos modelos se los "layer-wise" aue presentan grandes encuentran ventaias computacionales con respecto a los cálculos 3D en elementos finitos (Carrera, 2001, 2003). En (Carreira et al., 2002), se desarrolló un modelo llamado M4-5N que aproxima los esfuerzos en cada capa de un laminado por medio de polinomios de la variable de espacio en la dirección del apilamiento de capas. Al aplicar el modelo a una estructura con topología de tipo placa o cascarón, el problema 3D se convierte en un problema 2D. Las ecuaciones diferenciales y algebraicas del modelo son resueltas mediante la técnica de elementos finitos (Diaz, 2002, 2009). El modelo fue validado mediante una comparación con los resultados de un software comercial de elementos finitos 3D. El modelo va ha sido ampliado para modelar fenómenos no lineales como la plasticidad en la capa de adhesivo (Aquino, 2009), lo que lo hace un modelo único entre la familia de los modelos layer-wise. Estos modelos layer-wise, al igual que los modelos analíticos, no presentan singularidades de esfuerzos.

En la literatura, obviamente existen cálculos con elementos finitos 3D para calcular los esfuerzos en uniones adhesivas. Uno de los inconvenientes de la técnica es el alto costo computacional que implica, además de la dificultad del manejo de singularidades de esfuerzos presentes en las intersecciones entre las interfases y los bordes. Para geometrías en las que se puede asumir un estado de deformaciones planas o de esfuerzos planos, existen varias publicaciones en las que se hace uso de la técnica de elemento finito debido al menor costo computacional que implica un problema 2D. Por ejemplo, en (Cognard., 2008) se emplea el software comercial CAST3M para analizar los efectos de borde en probetas de tipo ARCAN suponiendo un estado 2D de esfuerzos.

Sea cual sea la técnica empleada, es necesario que los efectos de borde puedan ser estimados para poder predecir el inicio de falla. En la figura 9, se muestran los resultados de esfuerzos cortantes en una interfase de una unión con doble traslape mediante las tres técnicas vistas arriba (Diaz et al., 2009). Se puede apreciar que el modelo layer-wise arroja resultados de buena precisión comparables a los obtenidos mediante la técnica de elementos finitos 3D.



Figura 9. Esfuerzos en una interfase de una unión adhesiva con doble traslape (Diaz et al, 2009).

4. Criterios de falla adhesiva.

Para la predicción de un inicio de falla es necesario aplicar un criterio. Existen pocos criterios de falla adhesiva publicados en la literatura debido a la dificultad que representa el manejo de los esfuerzos producto de las singularidades (McCarthy, 1999). Es por ello que muchos investigadores asumen que en una unión adhesiva ideal la capa del adhesivo falla antes que la interfase. Sin embargo, varias observaciones experimentales muestran que las fallas de interfase aparecen en las uniones reales (Xu, 2003), (Castagnetti et al, 2010).

En el marco teórico de este trabajo ya se comentó que los criterios de falla sobre el valor puntual de esfuerzos son inadecuados para predecir el inicio de fallas de interfase en presencia de efectos de borde. Recientemente, con el fin de obtener un mapa de esfuerzos en la interfase al inicio de falla Cognard et al (2006, 2008) diseñaron un tipo de pruebas en las cuales los efectos de borde son suprimidos logrando así asegurar esfuerzos finitos al inicio de falla. En la figura 10, se muestra un ejemplo de la envolvente de falla en el plano esfuerzo normal (σ) y esfuerzo cortante (τ).



Figura 10. Gráfica de esfuerzos σ Vs. T. (Diaz et al. 2011.)

De acuerdo con la envolvente de falla experimental de la figura 10, es obvio que un criterio cuadrático del tipo

$$\sqrt{\tau^2 + a_1 \sigma^2} = \tau_1^c \tag{16}$$

no predice correctamente el efecto benéfico de un esfuerzo normal negativo en la carga máxima soportable por la interfase. En el artículo presentado por (Díaz et al. 2011) se prefiere el empleo de un criterio del tipo:

$$\alpha \tau^2 + \sigma = \sigma_c \tag{17}$$

Este criterio sí considera el efecto benéfico de los esfuerzos normales negativos. En la figura 10, se puede apreciar que con este criterio se logra reproducir correctamente la envolvente de falla. Por otro lado, cuando se presenta efecto de borde algunos autores como Crocombe et al. (1994) proponen una integración de esfuerzos en una longitud característica para obtener un esfuerzo promedio finito. Otros autores como Kim et al. (2008) o Brewer y Lagace (1988) manejan también criterios sobre estos esfuerzos promedio cuando hay efectos de borde.

Recientemente, Leguillon (2002) propuso un criterio mixto sobre energías y esfuerzos donde la energía disipada por la fractura es calculada de acuerdo a la ecuación (18), en la cual la liberación de energía a diferencia de lo propuesto por Griffith (1920), es del tipo incremental:

$$G^{inc} = \frac{W_p(0) - W_p(l)}{A(l)}$$
(18)

donde A es el área de la grieta de longitud *I*, Wp (0) es la energía potencial antes de que aparezca la grieta, Wp (I) es la energía potencial en la estructura agrietada, G^{inc} es la energía incremental y G^c es la energía critica de fractura la cual es propiedad del material. Es necesario hacer notar que G^{inc} es equivalente a la tasa de liberación de energía cuando A tiende a cero. Leguillon demuestra entonces que los criterios sobre esfuerzos o energías por sí solos no son suficientes para predecir la falla en una geometría o condición de carga cualquiera. Se demuestra que para que pueda ocurrir una falla en la zona A ambas condiciones deben de verificarse: el criterio sobre esfuerzos en todos los puntos donde aparecerá la grieta y la grieta debe liberar energía suficiente para verificar el criterio energético.

El cumplimiento del criterio sobre esfuerzos no es motivo suficiente para el cumplimiento del criterio energético.

5. Pruebas mecánicas para caracterización de uniones adhesivas.

Las pruebas mecánicas tienen como finalidad la caracterización de la unión adhesiva. Existe una gran variedad de pruebas para estas caracterizaciones siendo algunas de ellas:

- Tensión de uniones de traslape simple,
- tensión de uniones de traslape doble,
- las pruebas de pelado,
- tensión de uniones tipo T,
- pruebas con uniones a tope,
- pruebas Arcan.

Lamentablemente, estos tipos de pruebas presentan gran dispersión en la resistencia mecánica y presentan una falla prematura de la unión adhesiva. Esto se debe principalmente a la gran sensibilidad de la resistencia de la unión con respecto al acabado y los pequeños defectos existentes en las interfases cuando existe efecto de borde. Hasta la fecha, no es posible controlar los defectos existentes en la superficie, por lo cual no es posible disminuir la dispersión experimental en la medición de la resistencia mecánica (Cognard, 2008). Un ejemplo de esta dispersión se muestra en la figura 11 donde se presentan los resultados de pruebas con 4 tipos de uniones tipo T (Castagnetti, 2010), (Mendoza et al. 2012)



Figura 11. Dispersión de resultados para para una prueba con unión tipo T (Castagnetti, 2010).

Las uniones de traslape simple son relativamente simples desde la perspectiva de su preparación (ver Figura 12). Se considera usualmente que solamente el adhesivo sufre deformación en cortante, mientras el sustrato permanece rígido (Da Silva 2009). Este tipo de pruebas poseen como desventajas principales la existencia de cargas excéntricas, las cuales son responsables de una flexión de los sustratos y la rotación de la región adherida. Esto implica un cálculo en grandes deformaciones, lo cual puede significar un alto costo computacional.



Figura 12. Unión de traslape simple (Gang Lia et al., 2000).

Las uniones de traslape doble han surgido como una variante simétrica para la eliminación de los dos principales problemas de las pruebas de traslape simple. Además presentan la ventaja de permitir variar la ubicación del esfuerzo máximo a tensión, mediante el cambio en la geometría final de sus componentes (ver figura 13). A pesar de estas ventajas, se tiene como desventaja un aumento del costo de preparación comparado con las pruebas de traslape simple. También estas pruebas presentan por lo general gran dispersión de valores de carga máxima en las mediciones.



Figura 13. Unión de traslape doble (Tsai y Morton, 2010).

Las pruebas de pelado se encuentran altamente estandarizadas, siendo empleadas para la comparación de adherencia entre diversos adhesivos con un mismo sustrato o diversos sustratos con un mismo adhesivo. Entre las desventajas de estas pruebas se encuentra la gran disipación de energía debido a la deformación del adherente.

Las uniones tipo T son utilizadas para calcular la resistencia de los sistemas adhesivos para una carga de pelado de fuerza normal (ver figura 14). Para este tipo de pruebas es necesaria la utilización de un

adherente flexible debido al ángulo de 90° al cual debe ser sometido. En esta prueba se realiza una propagación constante del tamaño de grieta generada en el adhesivo cuando la prueba es llevada a cabo con desplazamiento constante. Los resultados de esta prueba son altamente sensibles a los espesores, a las propiedades mecánicas de los materiales así como a la distribución de fuerzas producto del doblado de los adherentes (Castagnetti, 2010).



Figura 14. Prueba de unión tipo T (Castagnetti et al., 2010).

En las pruebas con uniones a tope pueden emplearse geometrías: planas, con macho-hembras, auto concentradas, biseladas entre otras. Esto depende si serán sometidas a pruebas de tensión o de torsión. Mostrándose en la figura 15 una de las configuraciones más comunes de esta prueba.



Figura 15. Prueba de unión a tope con diámetro y longitud variable (Andreas Öchsner, 2007).

Las pruebas Arcan son relativamente recientes y fueron publicadas por primera vez por Arcan en el año de 1987. La principal ventaja consiste en permitir diferentes combinaciones de esfuerzos con un mismo dispositivo. Sin embargo en estas pruebas se presentan normalmente efectos de borde. Se muestra en la figura 16 el dispositivo utilizado para estas pruebas.



Figura 16. Dispositivo Arcan original y probetas. (Arcan, 1987).

Como se mencionó anteriormente todas estas pruebas presentan el problema de una gran dispersión de sus resultados debido al efecto de borde y a los defectos en el acabado en los bordes de las probetas.

Cognard et al (2006) dio a conocer una modificación de las pruebas Arcan. Dentro de sus principales modificaciones propone el cambio de geometría de las probetas (ver figura 17) con ayuda de la cual se disminuye de manera importante el efecto de borde sobre los esfuerzos de interfase. De esta manera se aumenta la repetitividad de los resultados.



Figura 17. Disco Arcan modificado y probeta modificada. (Cognard, 2006, 2008, 2010).

IV. Materiales y métodos.

En este capítulo se especifican los materiales y procedimientos empleados en el desarrollo en esta tesis. Este capítulo está estructurado en cinco partes:

- Materiales y equipos utilizados.
- Metodología y preparación de muestras.
- Análisis térmico.
- Análisis mecánico.
- Metodología teórica.

1. Materiales, equipos y dispositivos empleados.

La presente sección será dividida en dos partes:

- Materiales: en donde se enumeran los materiales consumibles empleados en el presente trabajo
- Equipos y dispositivos empleados: donde se detallan los materiales y equipos reusables empleados.

1.1. Materiales.

Para la realización de las probetas y moldes se emplearon diversos materiales:

- adhesivo epóxico comercial de la marca Loctite® D609
- resina de uretano de dos componentes
- agujas mezcladoras de 24 pasos con 1/4"
- algodón
- cinta adhesiva
- solventes (el thinner y acetona)
- guantes de nitrilo
- Tzero pan modelo T110107.

1.2. Equipos y dispositivos empleados.

Debido a la experimentación fue necesaria una variedad de equipos de análisis térmico y mecánico. Los equipos para el análisis mecánico fueron los siguientes:

• Máquina MT2 de la marca Instron, empleada para la realización de las pruebas de torsión.
- La máquina universal de tensión 3382 también de la marca Instron, usada con adaptadores para la realización de las pruebas Arcan modificadas.
- El equipo de DMA RSA3 de la marca TA Instruments empleado para la comprobación de la estabilidad mecánica al variar la temperatura así como para la verificación del grado de curado del material.

Por el lado del análisis térmico se usaron los equipos de la marca TA Instruments:

- DSC Q 200.- en el cual se realizaron los análisis de DSC y TGA,
- TMA Q 400.- equipo empleado para medir el coeficiente de expansión térmica que permite el cálculo de esfuerzos residuales.

Asimismo se emplearon los siguientes equipos y dispositivos durante la preparación de muestras para su análisis.

- Microbalanza marca Sartorius,
- báscula marca Torrey modelo L-EQ series,
- rugosímetro marca Mytutyo modelo SJ-201P/M,
- discos Arcan modificados,
- probetas rectangulares con efecto de borde,
- probetas rectangulares sin efecto de borde,
- dispositivo de pegado para las probetas rectangulares,
- probetas cilíndricas,
- dispositivo de pegado para las probetas cilíndricas,
- estándares de acero cold rolled.

2. Métodos y preparación de muestras.

En esta sección se describe de manera breve los procesos y métodos empleados para la preparación de las probetas a analizar.

2.1. Metodología experimental.

La experimentación se dividió en dos áreas principales:

- el análisis térmico,
- el análisis mecánico.

Con ambas partes se pretende obtener todos los datos experimentales necesarios para la obtención de un criterio de falla adecuado considerando las singularidades de esfuerzo, así como las grietas en las interfases cerca del borde.

2.1.1.-Análisis térmico.

El adhesivo epóxico sobre el cual se realizaron las pruebas posee un tiempo de curado de 24 horas a una temperatura de 25 °C de acuerdo con su fabricante. Sin embargo se encuentra reportado en varios artículos la necesidad de someter a estos adhesivos a un proceso de envejecimiento posterior al curado a temperatura ambiente; esto con el fin de asegurar un curado casi completo (Cognard, 2006) (2008), (Ficha tecnica Loctite, 2001). Asimismo es necesario conocer la máxima temperatura alcanzada durante el proceso de curado. Debido a las reacciones ocurridas en este proceso y al tratamiento térmico se generan esfuerzos residuales los cuales se considerarán para la determinación del criterio de resistencia.

2.1.1.1. Calorimetría diferencial de barrido.

La técnica de calorimetría diferencial de barrido o DSC es de utilidad para el cálculo de la máxima temperatura alcanzada por el adhesivo durante su proceso de curado.

Para este análisis, el proceso es el siguiente:

- se tara en la micro balanza una Tzero Pan,
- en la Tzero Pan se deposita una muestra de adhesivo,
- la muestra se pesa y se procede a introducirlo al equipo,
- en el equipo se realiza la medición de la temperatura liberada por la muestra durante un periodo de 12 horas.

2.1.1.2. Análisis termo gravimétrico.

El análisis termo gravimétrico o TGA nos puede ayudar a determinar los siguientes parámetros:

• La temperatura de cristalización (T_g) del material. Este dato se emplea para determinar la temperatura mínima a la cual se debe de llevar a cabo el tratamiento térmico que asegurara el curado completo del adhesivo.

• La temperatura de degradación (T_d) . Este dato representa la máxima temperatura a la cual puede someterse el adhesivo.

La muestra a analizar será una que haya sido sometida al proceso de curado propuesto por el fabricante el cual consiste en mantener a la muestra durante 24 horas a una temperatura de 25°C análisis se realiza en atmosfera estática y a condiciones normales, con una rampa de temperatura de 5°C por minuto, con una temperatura que va desde la temperatura ambiente hasta la temperatura de degradación del material.

2.1.1.3. Análisis termo mecánico.

El análisis termo mecánico TMA se utiliza para determinar el coeficiente de dilatación térmica tanto del adhesivo como del sustrato; en este caso se trata de una probeta de acero 1018. Estos coeficientes son utilizados para determinar el cálculo de los esfuerzos residuales generados durante las etapas de curado y del tratamiento térmico. Con ayuda de este mismo equipo se puede revisar la efectividad del tratamiento térmico al cual es sometido el adhesivo luego del proceso de curado.

Las muestras empleadas para este análisis son muestras con un espesor no mayor a 0.3 mm de alto y con por lo menos dos caras planas. Se utilizan muestras curadas de acuerdo a las especificaciones del fabricante y muestras con el tratamiento térmico que se propone para asegurar el buen curado del adhesivo y que será presentado en el capitulo de resultados de esta tesis.

2.1.2. Análisis mecánico.

La parte fundamental para la recolección de datos para la obtención de un criterio de falla es sin duda alguna la experimentación mecánica. Esta caracterización se divide en cuatro grandes áreas:

- caracterización mecánica del adhesivo,
- análisis dinámico mecánico,
- pruebas de torsión,
- pruebas Arcan.

2.1.2.1. Caracterización mecánica del adhesivo.

Esta sección en particular es parte de otro trabajo de tesis el cual fue realizado de manera paralela. Mediante pruebas de tensión se obtienen el módulo de Young y el coeficiente de Poisson del material necesarios para los cálculos posteriores. En estas pruebas se emplean probetas cilíndricas de adhesivo de acuerdo a lo estipulado por la norma ASTM E8. La medición de deformaciones se realiza mediante el uso de galgas extensiométricas adheridas de manera transversal y longitudinal a las probetas. Cabe resaltar que los adhesivos en todas las pruebas fueron curados y tratados térmicamente para asegurar un curado casi completo.

2.1.2.2. Análisis dinámico mecánico.

El análisis dinámico mecánico DMA permite entre otras cosas analizar la estabilidad mecánica del adhesivo luego del tratamiento térmico. Para este efecto, se realizan tres ciclos con rampas de temperatura desde la temperatura ambiente hasta los 70 °C y de vuelta a la temperatura ambiente con amplitud de deformación de 1%. Las probetas que se analizan mediante el DMA son preparadas de la siguiente manera:

Primeramente, se elaboran moldes de poliuretano con estándares metálicos. Se escogió el poliuretano por su poca adherencia con el adhesivo, una buena flexibilidad que permite una fácil recuperación de las probetas sin sufrir grandes deformaciones al momento de desmoldar y la sencillez en su elaboración. Se elaboraron cinco estándares de acero cold roll con dimensiones de 60x10x3 mm, los cuales se rectificaron en sus seis caras. Posteriormente se limpió su superficie en la cámara de "sand blast". En la Figura 18 se muestran los estándares utilizados. Los estándares son adheridos por medio de un adhesivo de contacto a la superficie de un molde con base removible. De esta manera, se evita su movimiento durante el vaciado del poliuretano. El molde donde se vacía el poliuretano es fabricado con mica transparente con un espesor de 0.5cm. Las dimensiones son de 15x10x2 cm. En la figura 19, se muestra el molde antes de vaciar el poliuretano.



Figura 18. Estándar de acero para la elaboración de muestras de adhesivo.



Figura 19. Estándares de acero adheridos a la base del molde.

Por su parte el poliuretano consta de dos componentes, los cuales deben ser empleados en una proporción 1::1 y mezclados de manera vigorosa durante 5 minutos antes de ser utilizada la mezcla. Una vez vertida ésta en el molde es necesario esperar un periodo de 48 horas para su utilización. Una vez transcurrido este periodo de tiempo, son extraídos los estándares de acero y se procede a la preparación del molde para su uso. Esta preparación comienza con la limpieza de los moldes con acetona, para luego ser recubierto con desmoldante y dejado secar por 15 minutos. Después de este tiempo se vierte el adhesivo en el molde eliminando las burbujas que puedan presentarse y se cubre la cara libre con una placa plana para asegurar de esa manera una superficie plana. Después se extraen las probetas, se recortan los excedentes del adhesivo y se corrigen errores en la geometría de las probetas (ver figura 20). Finalmente, se procede con el proceso de

curado sugerido por el fabricante y el tratamiento térmico propuesto en esta tesis. Es importante mencionar que se elaboraron blancos de control sin tratamiento térmico para evaluar el efecto del tratamiento térmico.



Figura 20. Probeta recién extraída del molde y probeta rectificada y tratada térmicamente.

2.1.2.3. Pruebas de torsión.

Las primeras pruebas propuestas para identificar un criterio de falla adhesiva son pruebas de torsión. Las probetas tienen una geometría cilíndrica y fueron diseñadas por Madrid Pérez (2011). En la Figura 21, se muestra la geometría de estas probetas.

Una de las múltiples ventajas que posee este tipo de pruebas de torsión es que no existen singularidades en los bordes de las probetas. Estas probetas tienen un área de unión por cara de 76mm² y reciben el momento angular debido a 16 tornillos que las acoplan a los platos del equipo MT2 de la marca Instron.



Figura 21. Dimensiones de las probetas de torsión.

El proceso de preparación de estas probetas es relativamente sencillo. Éste comienza con una exposición en el equipo de "sand blast" para la eliminación de los posibles residuos remanentes en las superficies de contacto. Después se remueve la arena restante en las superficies procedente del proceso anterior por medio de una corriente de aire y una limpieza con Thinner de todas las superficies de la probeta.

Para asegurar el espesor del adhesivo en la probeta se emplea un dispositivo que consiste de tres barras roscadas, y seis tuercas con las cuales se ajusta el espesor deseado (0.5mm). Tras fijar el espesor con apoyo de los tornillos se limpia con acetona las superficies a adherir y se aplica al adhesivo (ver figura 22).



Figura 22. Probetas para las pruebas a torsión. A la izquierda probetas libres de residuos; en el centro probeta con el dispositivo de pegado y a la derecha probeta unida con adhesivo.

Estas probetas, después de pasar por el proceso de curado y el tratamiento térmico, son introducidas a la máquina Instron MT2. Se emplea un paso de carga de 0.5Nm por minuto lo que hace que la prueba dure alrededor de 4 minutos antes de que ocurra la falla de la interfase. De esta manera se disminuyen los fenómenos viscoelásticos en la prueba.

2.1.2.4. Pruebas Arcan.

Las pruebas Arcan son de gran importancia pues al permitir variar el ángulo de la dirección de la carga se puede barrer una amplia gama de combinaciones de esfuerzo normal- esfuerzo cortante. Gracias a estas pruebas se pueden determinar criterios de falla de interfase y poner a prueba la precisión de las predicciones de falla empleando estos criterios. En esta tesis, se realizaron pruebas Arcan con tres tipos de probetas:

a) Probetas sin efecto de borde con acabado triangular en los bordes del substrato (ver figura 23). El pico fue propuesto por (Cognard JY, 2006, 2008, 2011) para hacer desaparecer los efectos de borde y asi asegurar la falla de la probeta en la zona central de la interfase donde los esfuerzos son finitos. Gracias a estas pruebas y variando el ángulo de las pruebas se puede describir la envolvente de falla en el plano (τ, σ). Al obtener esta envolvente de falla se puede proponer mediante una interpolación un criterio puntual de falla sobre los esfuerzos de interfase. El empleo exclusivo de este criterio permite predecir fallas únicamente cuando no existen singularidades por efecto de borde.



Figura 23. Probetas sin efecto de borde.

b) Probetas con efecto de borde con acabado recto en los bordes de los substratos (ver figura 24). Estas probetas sí presentan en sus bordes singularidades de esfuerzo. Gracias a estas pruebas se ajustará el criterio mixto de Leguillon, el cual incorpora un criterio sobre los valores puntuales de los esfuerzos y un criterio energético.



Figura 24. Probetas con efecto de borde.

c) Probetas con defectos que simulan grietas (ver figura 25). Esta probeta, además de tomar en cuenta los efectos de borde simulan grietas que fueron detectadas en algunas probetas del tipo anterior. El propósito es cuantificar el efecto que tiene un defecto de tamaño controlado sobre la resistencia de la unión. Se considera para este fin un tamaño de 3 mm.



Figura 25. Probetas con efecto de borde y grieta.

pruebas Arcan con probetas y discos modificados fueron Las presentados por Cognard et al (2006). Las dimensiones de los discos no fueron proporcionadas en ninguna publicación por lo cual se dedujeron éstas a partir de mediciones sobre las fotografías de los discos. Se hicieron pequeñas modificaciónes para asegurar la resistencia mecánica de los discos de acuerdo con los resultados de un análisis efectuado en el software COMSOL Multiphysics 3.5 mientras que el diseño fue realizado en el software Solidworks 2010. En la figura 26, se muestra una imagen del dispositivo realizado y del dispositivo construido. Debido a los esfuerzos teóricos a los cuales serían sometidos los discos se decidió que éstos, las mordazas, cachetes frontales y el adaptador para la máquina Instron fueran elaborados en acero 4140. De igual manera las probetas y el soporte lateral fueron hechos de acero 1018. De acuerdo al cortante que soportarían los tornillos, se eligió que éstos fueran de un diámetro de 10 mm para la conexión lateral y de 8mm para la vertical.



Figura 26. Imagen del dispositivo en SolidWorks (izquierda) y dispositivo construido (derecha).

Al momento de realizar el ensamblaje para la realización de las pruebas ocurrieron varias fallas de las probetas y cuyas causas fueron:

- Un momento parásito producido durante el ajuste de los tornillos verticales.
- Un momento producido por el peso propio de los discos.

Para la eliminación del momento parásito se fijó una placa de 90mm por lado en cada costado del disco. Las dos placas impiden el movimiento lateral de los discos sin desbloquear los movimientos vertical y frontal. En la figura 27, se muestran dichas piezas en el ensamble.



Figura 27. Ensamblaje de las placas laterales.

En cuanto al movimiento longitudinal se elaboraron dos pequeños cilindros con un diámetro de 10mm los cuales fueron fijados cada uno en la parte inferior de los soportes laterales, con la finalidad de recibir el peso del disco contrario (ver figura 28).



Figura 28. Ensamblaje de cilindros para evitar el momento producto del peso propio.

2.1.2.4.1. Elaboración de probetas con efecto de borde.

Estas probetas poseen una geometría rectangular de 65 mm de largo por 10 mm de ancho cuya área total de contacto es de 650mm² (ver figura 29).



Figura 29. Probeta con efecto de borde.

Para la preparación de las probetas se siguió el procedimiento siguiente:

- se exponen las probetas a la abrasión de la cámara de sand blast;
- se limpian las probetas con aire comprimido y con Thinner en todas sus caras;
- se mide la rugosidad por medio del rugosímetro marca Mitutoyo modelo SJ-201P/M (se obtiene una rugosidad promedio de $1.31\mu m$)
- las paredes circundantes al área adhesiva son cubiertos de desmoldante para evitar que el adhesivo desbordado afecte la resistencia de la probeta;
- tras el secado del desmoldante se cubren las paredes de la probeta con cinta adhesiva;
- después de este procedimiento se fijan las probetas en el dispositivo de pegado (ver figura 30) con los topes que den un espesor de 0.5mm;
- se limpia con acetona la cara a adherir antes de la aplicación del adhesivo;
- se deposita el adhesivo y se unen las dos partes de las probetas;
- se lleva a cabo el proceso de curado y el tratamiento térmico.

El dispositivo de pegado consta de dos placas de aluminio de 5/8 de pulgada, las cuales poseen seis muescas cada una donde se alojan las probetas (ver figura 30). Estas probetas son aseguradas con soleras de

1/8" de espesor y atornilladas a las placas. Para asegurar el alineamiento de substratos y paralelismo de caras, se utilizan cuatro guías cilíndricas de acero. El espesor queda definido por cuatro topes rectangulares.



Figura 30. Guías de acero(A), soleras (B), topes (C) y placas (D).

2.1.2.4.2. Elaboración de probetas con efecto de borde y grieta.

Estas probetas son similares a aquellas con efecto de borde con una diferencia en su preparación. Esta diferencia es la aplicación de una capa de desmoldante y de cinta adhesiva en una franja paralela al lado más corto de la probeta (ver figura 31). Esta franja será de un ancho de tres milímetros. El uso de este tipo de pruebas tiene la finalidad de medir la fuerza necesaria para provocar la falla teniendo una grieta conocida y controlada.



Figura 31. Probeta con efecto de borde y falla.

2.1.2.4.3. Elaboración de probetas sin efecto de borde.

Estas probetas poseen una modificación presentada por primera vez por Cognard et al (2006, 2008). Esta probeta posee un área de contacto de 966mm². (Ver figura 32) siendo la principal variante un pequeño pico a 45° que se extiende 2 mm del borde de la misma. El pico confiere un efecto de borde menor al presentado sin éste. El procedimiento de preparación es igual al realizado para las probetas con efecto de borde.



Figura 32. Probetas Arcan sin efecto de borde.

2.2. Metodología teórica.

El trabajo teórico consiste en el análisis de esfuerzos. Esta tarea se lleva a cabo tanto antes de fabricar los dispositivos como después de realizar las pruebas apoyándose en los software: SolidWorks y Comsol. En cada caso hay que utilizar un mallado pertinente, aplicando condiciones de frontera adecuadas y realizar un post-procesamiento del resultado.

2.2.1. Pruebas de torsión.



Figura 33. Mallado de cilindro en 3D y mallado del cilindro en 2D.

Para facilitar el análisis y disminuir el costo computacional se decidió emplear un sistema de coordenadas cilíndricas, proponiendo la resolución de las ecuaciones en un plano (r, z), ya que los desplazamientos y deformaciones no dependen de la coordenada angular. Se asume un comportamiento del tipo lineal elástico y pequeñas deformaciones

Para las condiciones de frontera, se fijó la base del sustrato inferior y se aplicó una rotación a la parte superior del sustrato. El lado izquierdo es el eje de simetría. En cuanto al mallado se optó por un mallado de 1.5mm de tipo triangular para las probetas, y un mallado máximo de 0.25 mm para el cuerpo del adhesivo, mientras que para los extremos del mismo se consideró un tamaño máximo de 1 micra. Los resultados de cálculo elástico muestran que no existen singularidades de esfuerzos y se demuestra que el esfuerzo cortante máximo en la interfase es:

$$\tau_{max} = \frac{2TR}{\pi * (R^4 - r^4)}$$
(17)

donde τ es el torque aplicado para obtener la falla, R el radio mayor de las probetas y r el radio menor de éstas.

2.2.2. Pruebas Arcan.

El trabajo teórico comenzó con el diseño de los discos Arcan con ayuda de los artículos de Cognard et al. (2005, 2006). Se realizó un trabajo de ingeniería inversa apoyado de los software COMSOL y SolidWorks. Se analizaron los esfuerzos en los materiales del dispositivo y se vigiló que éstos fueran inferiores a su cedencia.

V. Resultados y discusión.

En este capítulo se muestran los resultados del análisis térmico y de las pruebas mecánicas. Después de analizar los resultados se propone el criterio de falla adhesiva obtenido.

1. Resultados de análisis térmico y curado.

1.1 Térmicos.

En esta sección se presentan los resultados obtenidos de los análisis térmicos, así como la interpretación de los mismos.

1.1.1. Calorimetría diferencia de barrido.

La mayor temperatura alcanzada durante el proceso de curado fue de 37°C. (ver figura 34).



Figura 34. Gráfica de DSC de la temperatura máxima que se alcanza durante el curado.

1.1.2. Análisis termo gravimétrico.

Este estudio se realizó para obtener la Tg (Temperatura de transición vítrea) y la Td (Temperatura de degradación) del material. Se obtuvo una Tg de 55°C y un Td de 184°C (ver figura 36).



Figura 35. TGA realizado a muestra sin tratamiento térmico.

En base a los antecedentes encontrados donde se eleva alrededor de 20°C arriba de la Tg a los adhesivos antes de ser probados para asegurar un curado casi completo (Cognard, et al. 2005, 2006) (Castagnetti, 2010), se propuso el siguiente tratamiento térmico luego del curado propuesto por el fabricante (24 horas a una temperatura de 25°C);

- se sometieron a las probetas por un período de 36 horas a 65°C,
- después de este periodo se disminuye la temperatura a 40°C por un período de 4 horas, para estabilizar el adhesivo,
- tras lo cual se deja enfriar hasta temperatura ambiente dentro de la estufa.

Después de este tratamiento a una muestra se volvió a realizar el TGA para revisar la variación de la Tg y Td del material. En la figura 36 puede apreciarse que la Tg se encontró a 56°C mientras la Td a 185°C, teniendo una variación prácticamente nula entre la muestra sin tratamiento térmico (de la figura 35)y la muestra con el tratamiento.



Figura 36. TGA realizado a muestra sin tratamiento térmico.

1.1.3 Análisis termomecánico.

En este análisis se obtuvo el coeficiente de expansión térmica. Con tres repeticiones se obtuvo un promedio del coeficiente y se tuvo una idea de la dispersión. En esta prueba se varió la temperatura desde 20°C hasta 60 °C manteniendo esta temperatura durante 10 minutos para luego ser regresada a temperatura ambiente.

En el caso de las muestras sin tratamiento térmico se pudo observar una importante dispersión del coeficiente de expansión térmica entre las diferentes mediciones (ver figura 37). Esta variación se atribuye al curado inconcluso del material.



Figura 37. TMA de la muestra sin tratamiento térmico.

Para las muestras con tratamiento térmico se obtuvieron los resultados de la figura 38. Se puede observar la escasa dispersión en el coeficiente de expansión térmica del material. el promedio obtenido fue de 1.949×10^{-5} /°C (ver figura 38).



Figura 38.TMA de la muestra con tratamiento térmico.

Para el sustrato empleado (acero comercial 1018), se obtuvo la gráfica de la figura 39 y el coeficiente de expansión térmica fue de 1.135×10^{-5} °C⁻¹.



Figura 39. TMA del acero comercial 1018.

Gracias a estos valores del coeficiente de dilatación térmica se puede proceder a un cálculo de esfuerzos residuales en las probetas de unión adhesiva tal y como se muestra en el análisis de esfuerzos.

2 Pruebas mecánicas y determinación de criterios de falla.

Las pruebas mecánicas son la parte fundamental en la caracterización de este trabajo.

2.1 Caracterización mecánica del adhesivo.

Con esta caracterización realizada por (Gonzáles 2010) se obtuvieron los módulos de Young y el coeficiente de Poisson, dando como resultado 3.029 GPa para el módulo de Young y 0.3 para el coeficiente de Poisson.

2.2 Análisis dinámico mecánico.

Para analizar la estabilidad térmica del adhesivo se sometió una probeta de éste a un barrido de temperatura desde la temperatura ambiente hasta los 70°C y de regreso a la temperatura ambiente con una amplitud de deformación máxima de 1%. En las probetas sin tratamiento térmico se presentó una dispersión importante y así como poca estabilidad térmica. Se puede apreciar en la figura 40 que los módulos elásticos a 20°C presentan una variación considerable después de haber sido llevado el material a una temperatura de 70°C. Esto indica que existen reacciones químicas que son promovidas por el incremento de temperatura nuevamente y se comprueba que el curado aun no ha concluido.



Figura 40. Ciclo de temperatura en el DMA para un adhesivo sin tratamiento térmico.

En las muestras sometidas a tratamiento térmico (ver figura 41) se aprecia una buena estabilidad térmica existiendo poca variación del modulo elástico E' después de haber llegado el material a los 70°C. Esto comprueba que el tratamiento térmico prácticamente finalizó con el curado del adhesivo.



Figura 41. Ciclo de temperatura en el DMA para un adhesivo con tratamiento térmico

2.3 Pruebas de torsión.

Fueron considerados para este análisis los esfuerzos residuales producto del curado los cuales son despreciables como se mostrara mas adelante.

Las pruebas de torsión como se mencionó en la sección de metodología teórica se analiza con la ecuación 17 donde se calcula el esfuerzo cortante máximo. Esto se debe a la simplicidad de la geometría y la distribución de esfuerzos. Los esfuerzos máximos se encuentran en el borde de la probeta y disminuyen linealmente hasta cero a medida que la posición radial disminuye desde R hasta 0

$$\tau_{max} = \frac{2TR}{\pi * (R^4 - r^4)}$$
(17)

Se realizaron 3 pruebas con los siguientes valores de torque máximo: 198, 187 y 196 Nm. El valor promedio de esfuerzo cortante deducido a partir de la ecuación 17 es 42.37 MPa. En la figura 42 se muestra la curva torque Vs. ángulo de torsión obtenido durante una prueba.



Figura 42. Gráfica experimental torque en función del ángulo.

2.4. Arcan modificado.

El calculo de los esfuerzos residuales se calculo con los resultados de las pruebas de análisis térmico. Estos esfuerzos son relativamente baja los esfuerzos térmicos causados por el curado del adhesivo fueron calculados para cada probeta y éstos fueron inferiores a 40Pa. Así, los esfuerzos térmicos son despreciables con respecto a los de origen mecánico ya que éstos están por el orden de los MPa. En la comparación mostrada en la figura 43 se muestran los esfuerzos residuales producto del curado del adhesivo contra los esfuerzos mecánicos producto de la aplicación una carga de 500 Kg probada a 0°.



Figura 43. Comparación de los esfuerzos residuales producto del curado contra los esfuerzos mecánicos.

En esta sección se muestran de manera individual los resultados obtenidos en cada variante de las pruebas Arcan.

2.4.1. Pruebas con probetas sin efecto de borde.

En la tabla 1 se muestran las fuerzas máximas obtenidas durante la experimentación. En la figura 44 se pueden apreciar graficados estos valores. Se puede apreciar una dispersión considerable. Esta dispersión es inherente al fenómeno de falla, debiéndose principalmente a los posibles defectos en la superficie del adhesivo.

Ángulo	0	15	30	45	60	75	90
Fuerzas de	1573	1302	1364	2069	1053	1503	1485
falla (N)	1459	1648	1850	1354	1503	1284	1851

Tabla 1. Fuerzas (N) de falla de las pruebas Arcan sin efecto de borde.



/ inguio (cin grados)

Figura 44. Gráfica de las fuerzas de falla en función del ángulo (Arcan sin efecto de borde).

Al conocer la fuerza máxima promedio soportada por cada probeta, se aplica esta prueba virtual en COMSOL y se grafican los esfuerzos normales (σ) y cortantes (τ) en las interfases. En la figura 45 y 46 se muestran los esfuerzos obtenidos en las pruebas a 0° y 45°, respectivamente. Se puede apreciar que los esfuerzos son máximos en el centro de la probeta y que no existen singularidades. Para las demás pruebas en los otros ángulos se obtuvieron resultados similares. El valor máximo de deformación normal y cortante es graficado en la figura 47, en el plano σ , τ . Estos puntos definen la envolvente de falla que permite ajustar un criterio sobre el valor puntual de los esfuerzos de interfase. Un método de mínimos cuadrados permite ajustar el criterio siguiente:

$$0.043\tau^2 + \sigma = 16.7 \, MPa \tag{18}$$

En la figura 47, se muestra cómo el criterio reproduce correctamente los valores experimentales obtenidos. Este criterio prueba que un criterio cuadrático no es el adecuado así como se menciona en Madrid – Pérez et al. (2011)



Figura 45.Esfuerzos en la interfase inferior (Arcan sin efecto de borde 0°).



Figura 46. Esfuerzos en la interfase inferior (Arcan sin efecto de borde 45°).



Figura 47. Envolvente de falla experimental y criterio de falla.

En la figura 47, se incluyó el valor del esfuerzo cortante máximo deducido de la prueba de torsión adaptado a una hipótesis elástica. Se puede apreciar que este valor está por fuera de la envolvente de falla. Esto se debe seguramente a que el adhesivo en la unión a tope ensayada a torsión tiene posibilidad de deformarse plásticamente y de seguir soportando una mayor carga. En la figura 48 para un momento igual a 33 Nm, se muestran los valores de esfuerzo cortante en función de la posición radial calculados mediante un cálculo lineal elástico y un cálculo elastoplástico empleando un modelo de plasticidad perfecta con un esfuerzo de cedencia de 44 MPa. Este valor de esfuerzo de cedencia es deducido de (González Castillo, 2010).

Se puede apreciar que a pesar de que los dos perfiles de esfuerzos cortantes equilibran un mismo torque, los valores en los bordes son diferentes, siendo más real el valor de esfuerzo cortante proporcionado por el análisis elastoplástico. En la figura 47, se incluyó también el valor de esfuerzos cortantes deducido del cálculo elastoplástico (33MPa). Se puede apreciar que el punto obtenido por la prueba de torsión y el cálculo elastoplástico queda muy cerca de la envolvente de falla teórica, lo cual válida de cierta manera el criterio de falla determinado en la ecuación 18.



Figura 48.Esfuerzo cortante de interfase en la prueba de torsión.

Es importante insistir que cuando existen singularidades de esfuerzos, el sólo criterio de la ecuación 18 no basta para predecir el inicio de falla.

2.4.2. Resultados Arcan con efecto de borde.

En la tabla 2 se encuentran los valores de las fuerzas de falla obtenidas en las pruebas Arcan con efecto de borde. En al figura 49, estos valores fueron graficados para cada ángulo. Nuevamente, se puede apreciar una gran dispersión experimental a pesar del cuidado con el que se elaboraron las probetas y se realizaron las pruebas. Esto se puede deber a la presencia de defectos en las interfases y en el acabado del adhesivo en los bordes. Cabe señalar que se observaron defectos con diámetros de hasta 3mm.

Ángulo	0	15	30	45	60	75	90	105
	9329.31	6759.09	8829.00	5071.77	8515.08	10741.95	8348.31	15411.51
Arcan con efecto y sin grieta (N)	5895.81	5238.54	6101.82	5375.88	7151.49	7639.93	5513.22	12233.07
	3109.77	4905.00	6523.65	4434.12	7082.82	4414.50	4532.22	4895.19
Arcan con efecto y grieta (N)	7190.73		6523.65	4434.12				4895.19

Tabla 2. Fuerzas de falla (N) de las pruebas Arcan con efecto de borde.



Figura 49. Gráfica de fuerzas de falla de probetas con efecto de borde con y sin grieta.

Al conocer la fuerza máxima soportada por cada probeta, se realizó la prueba virtual en COMSOL y se graficaron los esfuerzos normales (σ) y cortantes (τ) en las interfases. En la figura 50 y 51 se muestran los esfuerzos obtenidos en las pruebas a 0° y 45°, respectivamente. Se puede apreciar que los esfuerzos son máximos en los bordes donde se encuentran en los puntos de singularidad de esfuerzo. Estos valores de esfuerzos de interfase en los bordes no convergen y tienden hacia el infinito al refinar el mallado por causa de la singularidad. En la figura 52, se puede apreciar cómo aumenta el esfuerzo normal cuando se disminuve el tamaño de elemento en la zona cercana a la intersección del borde con la interfase. Si se aplicara el criterio sobre el valor puntual de esfuerzos propuesto en la ecuación 17, se obtendría con valor de fuerza teórica igual a cero, lo cual no corresponde con la realidad. Como ya se mencionó anteriormente para predecir la falla cuando existen singularidades de esfuerzos, no basta un criterio sobre el valor puntual de los esfuerzos. Es necesario combinar ese criterio con un criterio energético.



Figura 50. Esfuerzos en la interfase inferior (Arcan con efecto de borde 0°).



Figura 51. Esfuerzos en la interfase inferior (Arcan con efecto de borde 45°).



Figura 52. Singularidad del esfuerzo normal a la fineza del mallado en una probeta ensayada a 0°

Usemos ahora los resultados experimentales de las probetas con efecto de borde sin grieta para determinar el criterio sobre energía de fractura. Este criterio se combina con el criterio sobre esfuerzos para la predicción de fallas en las uniones adhesivas con efecto de borde y singularidades de esfuerzo. El criterio buscado es del tipo:

$$G^{inc} \ge G^c \tag{19}$$

donde *G*^{*inc*} es la energía de fractura incremental (la energía liberada por la aparición espontánea de grieta dividida entre el área de la grieta), *G*^{*c*} es la energía de fractura crítica (propiedad del material ligada con la tenacidad). Este criterio fue propuesto por primera vez por Leguillon et al. (2002) en el cual se maneja una aparición espontánea de grieta de tamaño no infinitesimal a diferencia de lo propuesto por Griffith (1920) quien maneja un aumento diferencial para el tamaño de grieta. Se calcula la energía con la siguiente ecuación:

$$G^{inc} = \frac{W_p(0) - W_p(l)}{A(l)}$$
(18)

donde W_p (0) es la energía potencial de la pieza sin grieta, W_p (l) la energía potencial de la pieza con una grieta de longitud l, A(l) el área de la grieta.

Tomando en cuenta la gran dispersión experimental mostrada en la figura 49 y que son principalmente los defectos en el acabado de las probetas los que disminuyen y alteran la resistencia mecánica de la unión, se busca el valor de Gc que arroje predicciones de fuerzas de falla apenas superiores a todos los valores experimentales obtenidos para cada una de las probetas suponiéndolas con un acabado perfecto. El valor de Gc que arrojó predicciones apenas superiores a todos los valores experimentales fue de 6.6 J/m². Veamos ahora la manera en que se predice la falla de una unión adhesiva sin defectos y con efecto de borde y singularidades de esfuerzos. Primeramente, se define la fuerza crítica $F^{\sigma}(x)$ requerida para que el criterio sobre esfuerzos se verifique en el punto de abscisa x; de esta manera al aplicar esta fuerza se obtiene:

$$\tau^c = \sqrt{\propto \tau^2(x) + \sigma(x)} . \tag{20}$$

Después, se define la fuerza crítica $F^G(x)$ requerida para que una grieta de longitud x - a partir del borde de la interfase de abscisa x = 0 tal y como lo muestra la figura 53- libere la suficiente energía para que el criterio sobre energía de fractura incremental de la ecuación (18) se verifique. Para calcular esta fuerza $F^G(x)$ se impone una fuerza F_1 arbitraria y se calcula la energía de fractura incremental asociada $G_1^{inc}(x)$ y luego se emplea la ecuación siguiente:

$$F^{G}(x) = F_{1} \sqrt{\frac{G^{C}}{G_{1}^{inc}(x)}}$$
 (21)

En la figura 54, se muestran las gráficas de las fuerzas críticas $F^{\sigma}(x)$ y $F^{G}(x)$ en función de x para una probeta a 0 grados. Las dos curvas representativas de F^{σ} y F^{G} se intersectan en un punto de abscisa x_{c} y de ordenada entonces F_{c} . La fuerza que asegurará el cumplimiento simultáneo del criterio sobre esfuerzos y sobre energía de fractura es F_{c} . Este valor F_{c} representa entonces la fuerza de falla de la probeta en cuestión. De manera similar se procede para las otras probetas con el fin de obtener la fuerza teórica que inicia la falla adhesiva. En la figura 55, se muestran las fuerzas teóricas que inician la falla suponiendo una probeta sin defectos.



Figura 53. Grieta de longitud x en una interfase.



Figura 54. Fuerzas de falla F^{σ} y F^{G} .


Figura 55. Valores de carga de falla (experimental y teórica) en función del ángulo.

Cuando existe una pregrieta, la carga que inicia la propagación de grieta se puede predecir empleando únicamente un criterio sobre la energía de fractura diferencial clásica definida por Griffith:

$$G \ge G^c \tag{22}$$

donde G es la energía de fractura diferencial y Gc=6.6 J/m²es la energía crítica de fractura determinada en el párrafo anterior. Para la predicción de inicio de falla se supuso un defecto inicial de 3mm. Cabe señalar que de 3mm fue el tamaño del defecto más grande encontrado en las probetas elaboradas la intención de crear defectos artificiales. Las predicciones de fuerza de falla para las probetas con defecto de 3mm se encuentran en la figura 55. Se puede apreciar que las predicciones arrojan una curva apenas inferior a la nube de puntos experimental. De esta manera, se está proporcionando un valor mínimo esperado para la resistencia mecánica de las probetas con y sin defectos.

Gracias a la combinación de los criterios empleados en este capítulo se ha podido definir el rango de resistencia mecánica esperado para las probetas ensayadas. Puesto que no ha sido posible controlar experimentalmente los defectos y desaparecerlos, se ha proporcionado una herramienta teórica precisa que basada en la medición del tamaño máximo de defectos permite predecir, no el valor de resistencia mecánica esperado, sino el rango en el cual se esperan obtener las resistencias mecánicas. Esto es sin lugar a dudas novedoso y representa, junto con la aplicación del criterio mixto de Leguillon a las uniones adhesivas, la mayor contribución de este trabajo a la tecnología de uniones adhesivas.

VI. Conclusiones.

Dentro del presente trabajo se alcanzaron diversos logros como el diseño y construcción del dispositivo Arcan que permitió la realización de pruebas mecánicas con diferentes proporciones de esfuerzo cortante/ esfuerzo normal en las interfases de las uniones. También se llevó a cabo la elaboración de los moldes y probetas para la realización de las mismas pruebas. Se realizó el análisis de los resultados obtenidos mediante la técnica de elementos finitos en el software Comsol Multiphysics 3.5. Estos análisis brindaron los esfuerzos presentes dentro de la unión adhesiva en el momento de la falla. Asimismo se consiguió definir un tratamiento térmico que aseguró un curado casi completo del adhesivo. De esta manera se alcanzaron los objetivos particulares de esta tesis. Cabe señalar que existió una gran dispersión en los resultados experimentales debido a defectos en los bordes y en las interfases de la unión los cuales en algunos casos llegaron a ser de hasta 3 mm.

La hipótesis planteada al inicio de este trabajo se verificó puesto que se obtuvieron fallas de interfase en las pruebas realizadas y se determinó un criterio de inicio de falla que involucra energías de fractura y esfuerzos de interfase. Suponiendo que no existen defectos en las interfases se obtuvo un valor máximo teórico esperado para la resistencia mecánica de las uniones. Considerando defectos teóricos de 3 mm se hicieron predicciones que arrojaron valores mínimos esperados de resistencia. De esta manera se desarrolló una metodología para predecir el rango de valores de resistencia mecánica esperada. El rango obtenido fue bastante preciso para los materiales ensayados en esta tesis. El objetivo general de esta tesis se cumplió satisfactoriamente.

Aún es posible mejorar el método de predicción obtenido empleando cálculos elastoplásticos para predecir los esfuerzos y energías. Se sugiere llevar a cabo pruebas con condiciones de carga y geometrías diferentes a las ensayadas hasta el momento. El trabajo realizado en esta tesis representa un importante avance en la tecnología de uniones adhesivas y se espera que con la inclusión de cálculos elastoplásticos se logre obtener la herramienta teórica buscada por los diseñadores de uniones adhesivas.

VII. Referencias.

- MATERIAL CHARACTERIZATION BY THERMAL ANALYSIS AND CALORIMETRY. . (2000). A collection of Papers Scheduled for the 28th North American Thermal Analysis Society Conference Orlando, FL 4-6 October.
- A.D. Crocombe, G. R. (1994). "A Unified Approach for Predicting the Strength of Cracked and Non-Cracked Adhesive Joints". *The Journal of Adhesion*, *49*(*3-4*), 211-244.
- Andreas Öchsner, J. G. (2007). An evaluation of the elastic properties of an adhesive layer using the tensile-butt joint test: Procedures and error estimates. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 129–135.
- Aquino, d. L. (2009). Laminated materials with plastic interfaces: modeling and calculation. *Modeling and Simulation in Materials Science and Engineering; 17(2),* 1-21.
- Arcan, L. A. (1987). SEM fractography of pure and mixed mode interlaminar fracture in graphite/epoxy composites. *ASTM Special Tech Publ*, 41-67.
- Bailey.,]. K. (1977). Multiple transverse fracture in 90 ° cross-ply laminates of glass-fibre reinforced polyester. *J. Mater. Sci., 12*, 157-168.
- Carreira, R. C. (2002). Model of multilayered materials for interface stresses estimation and validation by finite element calculations. *Mechanics of Materials* ;34(4):, 217-230.
- Carrera. (2003). Theories and finite elements for multilayered plates and shells: a unified compact formulation with numerical assessment and benchmarking. *Archives of Computational Methods in Engineering*;10(3), 215-296.
- Carrera, E. (2001). Developments, ideas, and evaluations based upon Reissner's mixed variational theorem in the modelling of multilayered plates and shells. *Applied Mechanical Reviews;54(4)*, 301-329.
- Castagnetti, E. D. (2010). "Failure analysis of bonded T-peel joints: Efficient modelling by standard finite elements with experimental validation". *International Journal of Adhesion and Adhesives*, *30*(*5*), 306-312.
- Castillo, E. (2010). Modelado, Caracterización y Simulación del Comportamiento Elastoplástico de Adhesivos. *Tesis de maestría en Ciencia de materiales del CIMAV S.C. Diciembre de 2010*.
- Chataigner S, C. J. (2011). Experimental and numerical investigation of shear strain along an elastoplastic bonded lap joint. *Construction and Building Materials;25(2)*, :432-441.
- Cognard, J. D. (2006). A study of the non-linear behaviour of adhesively-bonded composite assemblies. *Composite Structures;76(1-2)*, 34-46.

- Cognard., J. Y. (2008). Numerical analysis of edge effects in adhesively-bonded assemblies application to the determination of the adhesive behavior. . *Computers & Structures, Volume 86, Issues 17-18, September*, 1704-1717.
- D.G. Dixona, W. U. (1998). Physical modifications for improved peel strength in a high-temperature epoxyadhesive. *adhesion & adhesives 18*, 125-130.
- Diaz, ,. A. (6-9 Septiembre, 2011.). Memorias del Congreso: CC2011 The Thirteenth International Conference on Civil, Structural and Environmental Engineering Computing. Chania, Creta, Grecia. Memorias del Congreso: CC2011 The Thirteenth International Conference on Civil, Structural and Environmental Engineering Computing. Chania, Creta, Grecia, dsada.
- Diaz, ,. D.-A. (2009). Stress analysis in a classical double lap, adhesively bonded joint with a layerwise model. *International Journal of Adhesion and Adhesives, Volume 29, Issue 1, January*, 67-76.
- Diaz, A. D. (2010). Apuntes de la materia mecanica de materiales. Chihuahua.
- Diaz, D. A.-F. (2002). Software application for evaluating interfacial stresses in inelastic symmetrical laminates with free edges. *Composite Structures, Volume 58, Issue 2, November*, 195-208.
- Ficha tecnica Loctite, H. t. (2001). Hoja tecnica adhesivo E20-HP. Loctite.
- Gang Lia, P. L.-S. (11 January 2000.). Nonlinear finite element analysis of stress and strain distributions across the adhesive thickness in composite single-lap joints. *Composite Structures*, 395–403.
- Griffith, A. A. (1920). "The phenomena of rupture and flow in solids". *Phil. Trans. Roy. Soc. London, CCXXI*, 163-198.
- Guijun Xian, V. M. (2007). Segmental relaxation of water-aged ambient curedepoxy. *Stability, Polymer Degradation and; Volume 92, Issue 9, September,* 1650-1659.
- Heinbockel, J. (1996). *Introduction to Tensor Calculus and Continuum Mechanics*. : Deparment of ;athematics and Statistics Old Dominion University.
- J. Brewer, P. L. (1988). "Quadratic stress criterion for initiation of delamination," . *Journal of Composite Materials, 22(12),* 1141-1155.
- J.Y. Cognard, P. D. (2005). Development of an improved adhesive test method for composite assembly design. *Composites Science and Technology Volumen 65*, 359-368.
- J.Y. Cognard, R. C. (2008). Analysis of the nonlinear behavior of adhesives in bonded assemblies— Comparison of TAST and Arcan tests. *International Journal of Adhesion & Adhesives*, 393-404.

- Jiangsong Zhang, R. L. (2011,). The preparation and performance of a novel room-temperaturecured heat-resistant adhesive for ceramic bonding. *Materials Science and Engineering Volume 528, Issue 6, 15 March*, 2952-2959.
- Jongwoo Parka, J. O. (2006). Processability and reliability of epoxyadhesive used in microelectronic devices linked to effects of degree of cure and damp heat aging. *Microelectronics Reliability Volume 46, Issues 2-4, February-April*, 503-511.
- Jongwoo Parka, J. O. (2006). Processability and reliability of epoxy adhesive used in microelectronic devices linked to effects of degree of cure and damp heat aging; . *Microelectronics Reliability Volume 46, Issues 2-4, February-April*, 503-511.
- Jongwoo Parka, J. O. (2006). Processability and reliability of epoxyadhesive used in microelectronic devices linked to effects of degree of cure and damp heat aging. *Microelectronics Reliability Volume 46, Issues 2-4, February-April,* 503-511.
- Jongwoo Parka, J. O. (2006). Processability and reliability of epoxyadhesive used in microelectronic devices linked to effects of degree of cure and damp heat aging. *Microelectronics Reliability*, 503-511.
- K.S. Kim, Y. Y. (2008). "Failure prediction and strength improvement of uni-directional composite single lap bonded joints". *Composite Structures*, *82(4)*, 513-520.
- Koleske, J. V. (1995). "Paint and Coating Testing Manual: 14th Edition of the Gardner-Sward Handbook". *ASTM International*.
- Lawrence E. Nielsen, R. F. (s.f.). Mechanical Propierties Of Polymers And Composites. .
- Leguillon, D. (2002). "Strength or toughness? A criterion for crack onset at a notch". *European Journal of Mechanics - A/Solids, 21(1), ,* 61-72.
- Lin YC, C. X. (2011). Uniaxial ratchetting behavior of anisotropic conductive adhesive film under cyclic tension. *Polymer Testing; 30(1),* 8-15.
- M. Lai, K. F. (2010). Evaluation of residual strains in epoxy with different nano/micro-fillers using embedded fiber Bragg grating sensor. *Composites Science and Technology volumen 70 Issue 15, 15 December*, 2168-2175.
- M.Y. Tsai, J. M. (1 December 2010). An investigation into the stresses in double-lap adhesive joints with laminated composite adherends. *International Journal of Solids and Structures*, 3317– 3325.
- Mario Madrid, R. C. (2011). *Memorias del congreso : CC2011 The Thirteenth International Conference on Civil, Structural and Environmental Engineering Computing.* Chania, Creta, Grecia: Civil-comp.

- McCarthy. (1999). Failure criteria for adhesive joints, an industry briefing. En McCarthy, *Failure criteria for adhesive joints, an industry briefing*. AEA Technology, May,.
- North American Thermal Analysis Society, N. A. (2000). MATERIAL CHARACTERIZATION BY THERMAL ANALYSIS AND CALORIMETRY. A collection of Papers Scheduled for the 28th North American Thermal Analysis Society Conference Orlando, FL 4-6 October.
- Odian, G. G. (2004). Principles of polymerization. State Island New York: Wiley interscience.
- Olivier, P. A. (2006). A note upon the development of residual curing strains in carbon/epoxy laminates. Study by thermomechanical analysis. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Volume 37, April*, 602-616.
- R. Polansky, V. M. (2009). Influence of thermaltreatment on the glass transition temperature of thermosetting epoxy laminate. *Polymer Testing*, 428-436).
- Vergnaud, V. M. (1983). Dta and dsc studies on polymers containing fire retardants. . *Journal of Thermal Analysis.*, 159-200.
- Volkersen, O. (1938). Die nietkraftverteilung in zugbeanspruchten mit konstanten laschenquerschritten. *Luftfahrtforschung*, 41-47.
- Wang CH, C. P. (2000). Plastic yielding of a film adhesive under multiaxial stresses. *International Journal of Adhesion and Adhesives;20(2):*, 155-164.
- Wei-Fang Sua, H.-W. H.-P. (2002). Thermal properties of rigid rod epoxiescured with diaminodiphenylsulfone and dicyandiamide. *Thermochimica Acta; Volumes 392-393, 15 September*, 391-394.
- X.X Yu, A. C. (2001). Material modelling for rate-dependent adhesives. . *International Journal of Adhesion and Adhesives, Volume 21, Issue 3*, 197-210.
- Xu, s. D. (2003). "Environmental aging effects on the durability of electrically conductive adhesive joints". *International Journal of Adhesion and Adhesives, 23(3)*, 235-250.
- Y. Hua, A. C. (2008). Continuum damage modelling of environmental degradation in joints bonded with EA9321 epoxy adhesive. *International Journal of Adhesion and Adhesives, Volume 28, Issue 6, September*, 302-313.

VIII. Anexo I hojas técnicas de los materiales empleados.



1001 Trout Brook Crossing Rocky Hill, CT 06067-3910 Telephone: (860) 571-5100 FAX: (860) 571-5465

Product Description Sheet Hysol® Product D609 formerly Hysol 609

Industrial Products, August 2001

Description

Loctite® Hysol® D609 is an exceptional epoxy formulation recommended for lower temperature or wet industrial bonding applications where fast curing is required. This ultra clear, two part, low viscosity system mixes easily at room temperature. It is suitable for high performance structural bonding applications requiring a combination of very fast room temperature cure, low shrinkage, and excellent mechanical properties. Fully cured Hysol D609 is an excellent electrical insulator and provides superior resistance to vapors and gases, water, galvanic action, petroleum fuels, salt solution and many other organic and inorganic compounds.

<u>Recommended Substrates:</u> metals, phenolic plastics, polyester, glass and glass fabrics, hardboards and forestry products, ceramics, rubber, masonry materials and other construction materials.

Features

Very Fast Room Temperature No Solvents Easy to Mix Very Clear Self Leveling

Typical Uncured	Part A	Part B	Mixed
Properties			E
POLLIE @ 77 F, 20			5
grams mins			
Color	Clear	Clear	Clear
Viscosity, cP	11,000 to	11,000 to	N/A
	19,000	19,000	
Mix Ratio			
By weight	1	1	
By volume	1	1	

Typical Properties	Typical Value
Tensile Strength, psi, ASTM D 638	4200
Hardness, Shore D	75

Electrical Properties	Typical Value
Dielectric Strength, ASTM D149, V/mil	415

Shear Strength, psi, ASTM D 1002 Etched Aluminum			
Cure Schedule	Test Temp °F	Typical Value	
24 Hours @ 77°F	77	1800	

Handling

<u>Mixing:</u> This product requires mixing two components together just prior to application. Complete mixing is necessary. The temperature of the separate components prior to mixing is not critical, but they should be close to room temperature.

Application

Mixing - Bulk: Combine Part A (resin) and Part B (hardener) in the correct ratio (1:1) and mix thoroughly until the color and consistency are uniform. Ratios given above can be used for measuring larger amounts. Mixing the adhesive just prior to use is recommended. Heat buildup during or after mixing is normal. Do not mix quantities greater than 1/2 pound as dangerous heat buildup can occur causing uncontrolled decomposition of the mixed adhesive. Mixing smaller quantities will minimize the heat buildup.

<u>Mixing - Cartridges:</u> Place cartridge in proper dispenser. To begin using a new cartridge, remove the cap and dispense a small amount of adhesive, making sure both parts A & B are extruding. Attach nozzle and dispense approximately 1-2" before applying onto the part to be bonded. Partially used cartridges should be stored with the mixing nozzle attached. To reuse, remove and discard the old nozzle, attach the new nozzle, and begin dispensing.

<u>Application:</u> Bonding surfaces should be clean and dry. Once the adhesive is applied, the bonded parts should be held in contact until the part has developed handling strength. It is not necessary to clamp the parts unless movement during cure is likely.

<u>Cure:</u> Complete cure is obtained after 24 hours at 77°F. HYSOL D609 will achieve handling strength after 10 minutes at 77°F (note: this can vary with different bond configurations).

<u>Clean Up:</u> It is important to remove excess adhesive from the work area and application equipment before it hardens. Many common solvents and citrus cleaners are suitable for removing uncured adhesive. Consult with your supplier's information pertaining to the safe and proper use of solvents.

Packaging

50 ml and 200 ml EPS Cartridges Gallon and Five Gallon Systems

GENERAL INFORMATION

This product is not recommended for use in pure oxygen and/or oxygen rich systems and should not be selected as a sealant for chlorine or other strong oxidizing materials.

For safe handling information on this product, consult the Material Safety Data Sheet, (MSDS).

NOT FOR PRODUCT SPECIFICATIONS THE TECHNICAL DATA CONTAINED HEREIN ARE INTENDED AS REFERENCE ONLY. PLEASE CONTACT LOCTIFE CORPORATION QUALITY DEPARTMENT FOR ASSISTANCE AND RECOMMENDATIONS ON SPECIFICATIONS FOR THIS PRODUCT. ROCKY HILL, CT FAX: +1 (860)-571-5473 DUBLIN, IRELAND FAX: +353-(1)-451 - 9959

Loctite and Hysol are Trademarks of Loctite Corporation USA

Storage

Store product in unopened container in a cool dry location. Ideal conditions are within the range 8 to 21 degrees C (46 to 70 degrees F) and are recommended for long term storage. Exposure to higher temperatures (greater than 28 degrees C) for prolonged periods should be avoided as extended exposure to warm conditions can adversely affect product properties. For further specific shelf life information, contact your local Technical Service Center.

Note

The data contained herein are furnished for information only and are believed to be reliable. We cannot assume responsibility for the results obtained by others over whose methods we have no control. It is the user's responsibility to determine suitability for the user's purpose of any production methods mentioned herein and to adopt such precautions as may be advisable for the protection of property and of persons against any hazards that may be involved in the handling and use thereof. In light of the foregoing, Loctite Corporation specifically disclaims all warranties expressed or implied, including warranties of merchantability or fitness for a particular purpose, arising from sale or use of Loctite Corporation's products. Loctite Corporation specifically disclaims any liability for consequential or incidental damages of any kind, including lost profits. The discussion herein of various processes or compositions is not to be interpreted as representation that they are free from domination of patents owned by others or as a license under any Loctite Corporation patents that may cover such processes or compositions. We recommend that each prospective user test his proposed application before repetitive use, using this data as a guide. This product may be covered by one or more United States or foreign patents or patent applications.

Hysol D609 August 2001

Loctite and Hysol are Registered Trademarks of Loctite Corporation U.S.A.

LOCTITE

Henkel Capital, S.A. de C.V. Calz. de la Viga s/n, Fracc. los Laureles, Loc. Tulpetlac, 55090 Ecatepec de Morelos, Edo. de México Asesoria Técnica sin costo: 01 800 90 18 100 Ventas: 5836 1305

DESCRIPCION DEL PRODUCTO

El Producto LOCTITE® E-20HP es un adhesivo epóxico grado industrial tenaz de viscosidad media con un tiempo de vida de trabajo medio. Una vez mezclado, el epóxico de dos componentes cura a temperatura ambiente formando una línea de unión blanca y tenaz. Cuando el epóxico endurece completamente, es resistente a una amplia variedad de solventes y trabaja como un excelente aislante eléctrico.

APLICACIONES TIPICAS

Epóxico de alto desempeño que proporciona una resistencia excelente en una amplia variedad de plásticos y metales. Ideal para ensambles industriales de propósitos generales.

PROPIEDADES DEL MATERIAL SIN CURAR

Resina	Tipico		
	Valor	Rango	
Tipo Químico	Epóxico		
Apariencia Líqui	ido amarillo páli	ido	
Gravedad específica @ 25°C	1.00	0.9 a 1.1	
Viscosidad @ 25°C, mPa.s(cP)	65,000	40,000 a 90,000	
Flash Point (TOC), °C (°F)	>93(>200)		

Endurecedor	Típico	
	Valor	Rango
Tipo Químico	Amina	
Apariencia	Líquido Amarillo	
Gravedad específica @ 25°C	1.10	1.0 a 1.2
Viscosidad @ 25°C, mPa.s(cP) 7,000	5,500 a 8,000
Flash Point (TCC), °C (°F)	>93(>200)	

Mezcia	valor Tipico
Apariencia	Blanco opaco
Gravedad Específica @ 25°C	1.03
Razón de mezcla (R:E) por peso) 100 a 55
Por volumen	2 a 1

COMPORTAMIENTO TIPICO DEL CURADO Velocidad de curado

La gráfica siguiente muestra la resistencia desarrollada con el tiempo en placas de aluminio lijadas y tratadas con ácido con una holgura en la línea de unión de 3 a 9 milésimas y probadas de acuerdo a la norma ASTM D-1002.



Hoja de Datos Técnicos Producto E-20HP

Versión Industrial, Agosto 2001

Propiedades de Curado

(@ 25°C a menos que se indique o	tra cosa)
	Valor Típico
Tiempo de Trabajo, minutos	20
Secado al tacto, minutos	40

PROPIEDADES TIPICAS DEL MATERIAL CURADO

(@ 25°C a menos que se indique otra cosa)	
Propiedades Físicas	Valor Típico
Resistencia Dieléctrica, Volts/Mil	500
Resistencia a la tensión ASTM D-638 psi	5,700
Elongación ASTM D-638, %	8
Dureza ASTM D-1706, Shore D	80
Temperatura de Transición del Vidrio, Tg, °C	60

COMPORTAMIENTO DEL MATERIAL CURADO

Resistencia al Corte vs Substratos

(Substratos curados durante 5	días a 22°C)	
PLACA	N/mm²	(psi)
Acero samblasteado	22.6	3270
Aluminio (Lijado/Decapado con ác	ido,	
Con holgura de 3 a 9 milésimas)	28.2	4090
Aluminio (Anodizado)	17.4	2530
Acero Inoxidable	22.0	3190
Policarbonato	3.9	560
Nylon	1.8	260
Madera (Abeto)	11.4	1,660
RESISTENCIA AL CORTE EN BLOQU	E N/mm²	(psi)
PVC	7.9	1140
ABS	10.4	1510
Epóxico	28.6	4140
Acrílico	2.0	290
Vidrio	32.3	4690

RESISTENCIA TIPICA AMBIENTAL

Resistencia a la Temperatura

Procedimiento de prueba ASTM D 1002 Substrato: Aluminio, decapado con ácido y lijado Holgura en la unión, milésimas: 3 a 9 Procedimiento de curado: 12 horas a 65°C a 4 horas a 22°C



NO UTILIZAR COMO ESPECIFICACIONES DEL PRODUCTO LOS DATOS TÉCNICOS QUE AQUÍ SE MENCIONAN, SE FACILITAN SOLO COMO REFERENCIA PARA MÁS INFORMACIÓN Y RECOMENDACIONES DE ESTE PRODUCTO, POR FAVOR PONERSE EN CONTACTO CON EL DEPARTAMENTO TÉCNICO DE LOCTITE

(Henkel) Technologies

Envejecimiento a la temperatura

Envejecido a la temperatura indicada y probado a 22°C. Curado por 5 días a 22°C en ácero sin inducción de holgura.



Resistencia Química/Solventes

Curado por 5 días a 22°C en acero sin holgura, envejecido bajo las condiciones indicadas y probadas a 22°C

iemp. %Resister		esistencia ini	ncia inicial	
		Retenida en		
	500 hr	1000 hr		
87°C	-	137		
87°C	164	171		
22°C	108	82		
87°C	121	125		
22°C	-	73		
38°C	-	100		
49°C	-	90		
22°C	-	81		
22°C	76	95		
22°C	87	125		
	87°C 87°C 22°C 87°C 22°C 38°C 22°C 22°C 22°C 22°C 22°C	temp. %R 500 hr 500 hr 87°C - 87°C 164 22°C 108 87°C 121 22°C - 38°C - 49°C - 22°C 76 22°C 87	Wreststencia (m) Retenida en 500 hr 1000 hr 87°C - 137 87°C 164 171 22°C 108 82 87°C 121 125 22°C - 73 38°C - 100 49°C - 90 22°C - 81 22°C 76 95 22°C 87 125	

INFORMACION GENERAL

Este producto no está recomendado para uso con oxígeno puro y/o sistemas ricos en oxígeno, y no se debe elegir como un sellador para cloro u otros materiales oxidantes fuertes.

Para información sobre seguridad en la manipulación de este producto, consultar la Hoja de Datos de Seguridad del Material (HDSM)

Modo de Empleo

- Para obtener una resistencia estructural de pegado, remueva de la superficie los contaminantes existentes como pintura, capa de óxido, aceite, polvo, agentes desmoldantes y otros materiales contaminantes.
- Use guantes para minimizar el contacto con la piel. NO USE solventes para la limpieza de sus manos.
- 3. Cartuchos Dobles: Para su uso simplemente inserte el cartucho en la pistola aplicadora y empuje el embolo dentro de los cilindros presionando ligeramente el gatillo. Posteriormente remueva la tapa del cartucho de la punta y expulse una pequeña cantidad de adhesivo para asegurarse que en ambos lados el adhesivo fluye en una manera adecuada y libre. Si se desea un mezclado automático de la resina y del endurecedor, coloque la pipeta de mezclado en la punta del cartucho y empiece a dosificar el adhesivo. Para un mezclado manual, expulse la cantidad de adhesivo deseado y mezcle minuciosamente. Mezcle durante 15 segundos

aproximadamente hasta obtener un color uniforme. Contenedores a Granel: Mezcle minuciosamente pesando o midiendo en volumen las proporciones indicadas en la sección de Propiedades del Material Sin Curar. Mezcle vigorosamente durante 15 segundos aproximadamente hasta obtener un color uniforme.

- Para obtener la máxima resistencia de pegado aplique adhesivo en ambas superficies a ser pegadas.
- La aplicación a los substratos debe ser realizada dentro de los 3 minutos posteriores al mezclado. El uso de grandes cantidades y/o altas temperaturas reducen el tiempo de trabajo.
- Junte las superficies con el adhesivo aplicado y permita que curen a 25°C(77°F) durante 24 horas para obtener una alta resistencia. Calentar a 93°C(200°C), acelerara el curado)
- Mantenga las piezas sin mover durante el tiempo de curado. Se requiere aplicar una presión de contacto. La resistencia máxima se alcanza con una holgura de unión entre 3 – 9 milésimas.
- El exceso de adhesivo sin curar puede limpiarse con solventes derivados de la acetona.

Almacenamiento

Almacene el producto en un lugar frío y seco, en envases cerrados a una temperatura entre 8°C y 28°C (46°F a 82°F). A menos que se indique lo contrario en la etiqueta. Las condiciones óptimas de almacenamiento se alcanzan a la mitad del rango de temperatura. Para evitar la contaminación del producto no usado, no regresar el producto sobrante al envase original. Para información específica del tiempo de vida útil del producto ponerse en contacto con el Departamento Técnico.

Rango de los Datos

Los datos aquí contenidos se pueden indicar como un valor y/o rango típico. Los valores están basados en datos reales y se verifican periódicamente.

Nota:

Los datos aguí contenidos se facilitan sólo para informacion, y se consideran fiables. No podemos asumir responsabilidades sobre los resultados obtenidos por otros cuyos métodos no tenemos control alguno. Es responsabilidad del usuario determinar la aptitud de los métodos de producción aguí mencionados para sus propios fines, y adoptar las precauciones que sean recomendables para proteger a toda persona o propiedad de los riesgos que pueda entrañar la manipulación y utilización del mismo. A la vista de lo anterior, Henkel Loctite Corporation declina especificamente todas las garantías explícitas o implícitas, incluyendo garantías de comercialización o instalación para un propósito en particular, producidas por la venta o uso de productos de Henkel Loctite Corporation. Henkel Loctite Corporation declina especificamente cualquier responsabilidad por daños, como consecuencia o incidentales, de cualquier tipo, incluvendo la pérdida de ganancias. La exposición aquí ofrecida sobre procesos o composiciones, no debe interpretarse como una afirmación de que estos estén libres de patentes que obran en poder de otras firmas, o que son licencias de Henkel Loctite Corporation, que pueden cubrir dichos procesos o composiciones. Recomendamos a cada posible usuario que pruebe la aplicación propuesta antes de su utilización habitual, empleando estos datos como guía. Este producto puede estar cubierto por una o varias patentes estadounidenses o de otras nacionalidades, o por solicitudes de patentes

Loctite es una marca Registrada de Henkel Loctite Corporation, U.S.A.

IX. Tabla de figuras e ilustraciones.

Figura 1. Tipos de fallas: a) falla cohesiva, b) falla adhesiva c) combinación de	е
fallas cohesiva y adhesiva, d) falla de sustrato.	. 9
Figura 2Transformación rígida de un cuerpo	12
Figura 3. Mallado de piezas en COMSOL para su análisis	15
Figura 4. Pieza con efecto de borde (derecha) y acercamiento al mismo	
(izquierda).	16
Figura 5. Envolventes de falla de los criterios de Von Mises y Tresca	17
Figura 6. Bisfenol Epóxico.	19
Figura 7. Esquema del efecto torniquete en una prueba de tensión (Castillo,	
2010)	25
Figura 8. Esfuerzo cortante aparente vs deformación angular en una prueba d	le
torsión (Castillo, 2010)	25
Figura 9. Esfuerzos en una interfase de una unión adhesiva con doble traslape	Э
(Diaz et al, 2009)	28
Figura 10. Gráfica de esfuerzos σ Vs. T. (Diaz et al. 2011.)	29
Figura 11. Dispersión de resultados para para una prueba con unión tipo T	
(Castagnetti, 2010)	31
Figura 12. Unión de traslape simple (Gang Lia et al., 2000)	32
Figura 13. Unión de traslape doble (Tsai y Morton, 2010)	32
Figura 14. Prueba de unión tipo T (Castagnetti et al., 2010).	33
Figura 15. Prueba de unión a tope con diámetro y longitud variable (Andreas	
Ochsner, 2007)	34
Figura 16. Dispositivo Arcan original y probetas. (Arcan, 1987).	34
Figura 17. Disco Arcan modificado y probeta modificada. (Cognard, 2006,	
2008, 2010).	35
Figura 18. Estándar de acero para la elaboración de muestras de adhesivo	41
Figura 19. Estándares de acero adheridos a la base del molde.	41
Figura 20. Probeta recién extraída del molde y probeta rectificada y tratada	
	42
Figura 21. Dimensiones de las probetas de torsion.	43
Figura 22. Probetas para las pruebas a torsion. A la izquierda probetas libres	
de residuos; en el centro probeta con el dispositivo de pegado y a la derecha	
probeta unida con adhesivo.	44
Figura 23. Probetas sin efecto de borde.	45
Figura 24. Probetas con efecto de borde.	45
Figura 25. Prodetas con efecto de borde y grieta.	46
rigura zo. Imagen dei dispositivo en Solidworks (Izquierda) y dispositivo	47
Construido (derecha).	4/
rigura 27. Ensamplaje de las placas laterales	48

Figura 28. Ensamblaje de cilindros para evitar el momento producto del peso	
propio4	8
Figura 29. Probeta con efecto de borde4	9
Figura 30. Guías de acero(A), soleras (B), topes (C) y placas (D) 5	0
Figura 31. Probeta con efecto de borde y falla	0
Figura 32. Probetas Arcan sin efecto de borde 5	1
Figura 33. Mallado de cilindro en 3D y mallado del cilindro en 2D 5	2
Figura 34. Gráfica de DSC de la temperatura máxima que se alcanza durante e	el.
curado5	4
Figura 35. TGA realizado a muestra sin tratamiento térmico5	5
Figura 36. TGA realizado a muestra sin tratamiento térmico5	6
Figura 37. TMA de la muestra sin tratamiento térmico 5	7
Figura 38.TMA de la muestra con tratamiento térmico5	8
Figura 39. TMA del acero comercial 10185	9
Figura 40. Ciclo de temperatura en el DMA para un adhesivo sin tratamiento	
térmico6	0
Figura 41. Ciclo de temperatura en el DMA para un adhesivo con tratamiento	
térmico6	1
Figura 42. Gráfica experimental torque en función del ángulo6	2
Figura 43. Resultados del análisis térmico y mallado en comparación con los	
esfuerzos mecanicos6	3
Figura 44. Gráfica de las fuerzas de falla en función del ángulo (Arcan sin	
efecto de borde)6	4
Figura 45.Esfuerzos en la interfase inferior (Arcan sin efecto de borde 0°)6	5
Figura 46. Esfuerzos en la interfase inferior (Arcan sin efecto de borde 45°)6	5
Figura 47. Envolvente de falla experimental y criterio de falla6	6
Figura 48. Esfuerzo cortante de interfase en la prueba de torsión6	7
Figura 49. Gráfica de fuerzas de falla de probetas con efecto de borde con y sin	า
grieta6	8
Figura 50. Esfuerzos en la interfase inferior (Arcan con efecto de borde 0°)6	9
Figura 51. Esfuerzos en la interfase inferior (Arcan con efecto de borde 45°). 6	9
Figura 52. Singularidad del esfuerzo normal a la fineza del mallado en una	
probeta ensayada a 0°7	0