

COMPORTAMENTO A FRATTURA DI UN ADESIVO STRUTTURALE

A. Pirondi, G. Nicoletto

Dipartimento di Ingegneria Industriale, Università di Parma
Parco Area delle Scienze - 181/A, 43100 Parma, Italia
pirondia@me.unipr.it nick@me.unipr.it

Sommario

In questo lavoro si presentano prove condotte su un adesivo strutturale commerciale mediante provini DCB (Double Cantilever Beam) allo scopo di valutarne la tenacità alla frattura coesiva. Preliminarmente sono state determinate le proprietà meccaniche fondamentali dell'adesivo e si sono messe a punto una tecnica di preparazione dei provini, un'attrezzatura di carico e un sistema di monitoraggio della lunghezza della fessura. Gli esperimenti condotti con un metodo monocampione hanno infine permesso di misurare la curva di resistenza a frattura dell'adesivo.

Abstract

Tests have been performed on a commercial adhesive using DCB (Double Cantilever Beam) specimens, with the aim of determining the cohesive fracture toughness. The mechanical properties of the adhesive have been initially determined and a specimen preparation technique, a specific testing rig and a crack length monitoring system developed. Finally, the R-curve has been measured by means of the unloading compliance method.

Introduzione

L'utilizzo degli adesivi come metodo di collegamento e sigillatura in ambito industriale comporta vantaggi rispetto a soluzioni tradizionali (viti, rivetti, saldatura, ...) principalmente in termini di compattezza, peso, distribuzione degli sforzi, rapidità di assemblaggio [1]. Per contro, le applicazioni strutturali meritano una speciale attenzione poichè occorre assicurare che il giunto incollato possieda adeguate resistenza e durata nelle condizioni operative. Lo studio dei meccanismi di cedimento e la previsione della durata di giunti incollati si possono convenientemente affrontare con i mezzi della meccanica della frattura [2-4], in quanto essi presentano normalmente una certa quantità di difetti generatisi durante l'operazione d'incollaggio o a seguito di effetti ambientali.

Nella stratificazione aderendo-adesivo-aderendo di Fig. 1, la frattura può avvenire all'interno dell'adesivo (1a) oppure all'interfaccia adesivo-aderendo (1b), mentre più raramente nei comuni giunti incollati, essa propaga in uno dei due aderendi. La frattura all'interfaccia prende in generale il nome di frattura adesiva, mentre quella confinata nello strato di collante si dice frattura coesiva. Nel caso di adesivi fragili, cioè in cui la zona di processo di frattura è piccola in confronto allo spessore di adesivo, la propagazione può avere ulteriori morfologie [5] secondo quanto rappresentato in Fig. 1c-d.

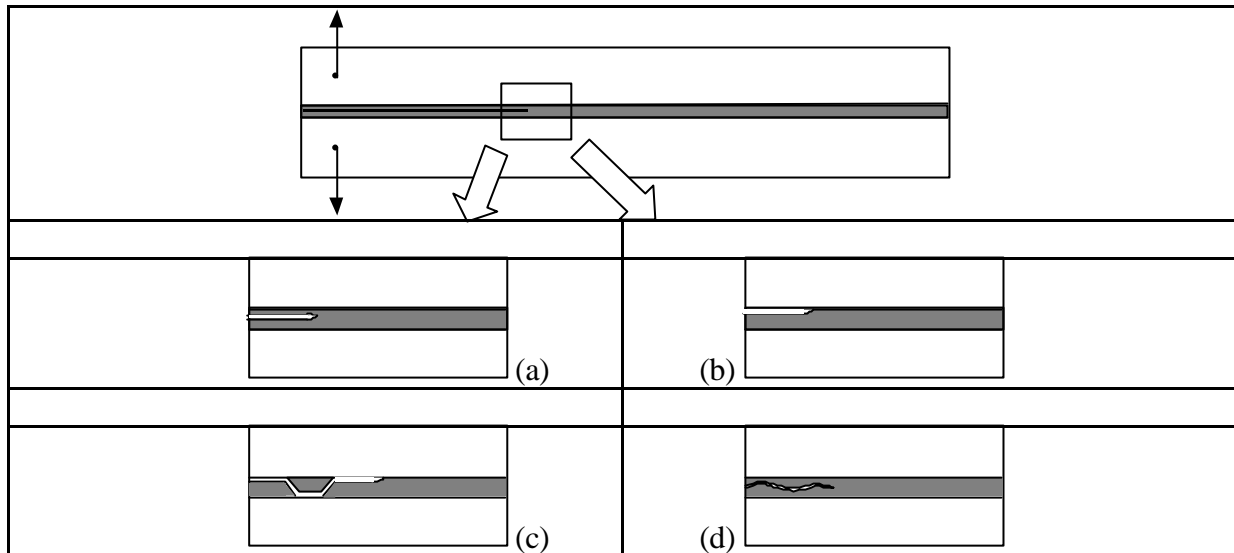


Fig. 1a-d: modalità di frattura in adesivi a comportamento fragile.

L'analisi della propagazione di un difetto in un giunto incollato [5] mostra che, nel caso il modulo elastico dell'adesivo sia molto minore di quello degli aderendi (i.e. metalli), la frattura procede in modo coesivo e, inoltre, tende alla mezzeria dello strato. Una frattura adesiva (Fig. 1b) si verifica più facilmente se lo strato è relativamente rigido rispetto agli aderendi e si hanno tensioni residue di trazione. Il passaggio inverso, cioè da una frattura adesiva ad una coesiva, può generare la morfologia di Fig. 1a se questa risulta stabile, ovvero quella di Fig. 1c se la precedente non è stabile. Lo spostamento dall'interfaccia avviene se esiste una condizione più favorevole in termini di tasso di rilascio di energia per la propagazione all'interno dello strato [5]. La morfologia di Fig. 1d rappresenta una condizione che si può verificare qualora la cricca stabile di Fig. 1a venga "disturbata" da stati tensionali che provochino caricamento in modo II o tensioni residue.

La sperimentazione si è finora rivolta prevalentemente [2-4, 6-10] agli adesivi epossidici, che sono usati per incollare tra loro parti metalliche (essenzialmente Al, Fe, Cu) in campo aeronautico, automobilistico ed elettronico. Essi presentano normalmente una tenacità a frattura, misurata in termini di G (tasso di rilascio di energia) inferiore ai 100 J/m^2 , mentre nel caso di adesivi epossidici tenacizzati si possono superare i 1000 J/m^2 . La curva di resistenza è generalmente piatta. In questo lavoro, come adesivo si è utilizzato un estere metacrilato modificato commerciale di utilizzo generale per l'incollaggio di metalli, legno, ferrite e materie plastiche. Al fine di approfondirne il comportamento in presenza di difetti, sono state condotte prove di tenacità a frattura coesiva misurando le curve di resistenza con un metodo monocampione. I risultati sono stati discussi in rapporto alle caratteristiche dei comuni adesivi epossidici ed all'influenza della modalità di prova.

Metodologie

Adesivo e sue proprietà meccaniche

L'adesivo strutturale oggetto di prova è un estere metacrilato modificato commerciale (Loctite Multibond 330) fornito sotto forma di liquido viscoso più attivatore da applicarsi separatamente sulle superfici da unire. Non richiede preparazione particolare delle superfici e dà maneggiabilità nell'arco di cinque minuti. La completa polimerizzazione avviene nell'arco di 24 h a temperatura ambiente. La rilevazione delle proprietà meccaniche fondamentali dell'adesivo (E , ν , R) ha richiesto lo sviluppo di un'apposito provino. Si è inizialmente creata una striscia di adesivo deponendolo all'interno di una cava lunga 32mm e profonda 1mm ricavata in un blocco di teflon, successivamente sagomata per dare il provino di Fig. 2.

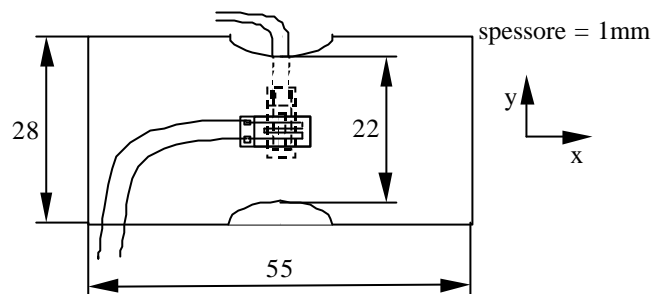


Fig. 2: provino utilizzato per la misura delle proprietà meccaniche dell'adesivo.

La prova è stata condotta in controllo di spostamento con una velocità di 5mm/min. Non potendo montare un estensometro convenzionale per la misura della deformazione, si sono utilizzati due estensimetri elettrici a resistenza, il primo per la misura della deformazione assiale e il secondo, sul lato opposto, per la misura della contrazione trasversale. Dai due segnali è stato estratto il valore di ν in base alla seguente relazione per uno stato di sforzo uniassiale:

$$\nu = -\frac{\epsilon_y}{\epsilon_x} \quad (1)$$

Le proprietà fondamentali rilevate dalla curva di trazione sono: $E = 878$ MPa; $\nu = 0.15$; $R = 8.6$ MPa; $A_{\%} = 2.14$ %. I valori di E e ν sono risultati in buon accordo con i dati rilevati mediante un approccio analitico-sperimentale in [11], in cui $E = 880$ MPa e $\nu = 0.16$. Tali valori si pongono al di sotto degli usuali valori per gli epossidici, nei quali $E = 1000 \div 4000$ MPa e $\nu > 0.3$.

Tenacità a frattura

Per la determinazione della tenacità a frattura, si usa spesso la configurazione Double Cantilever Beam [2, 3, 6, 9] per la semplicità degli elementi da accoppiare e la similitudine con alcuni tipi di giunti incollati. In questa sperimentazione come aderendi si sono utilizzati dei piatti trafilati di alluminio. La preparazione della superficie consiste essenzialmente nella carteggiatura con carta abrasiva di gradazione progressivamente più fine, sgrassatura con acetone e risciacquo finale con acqua.

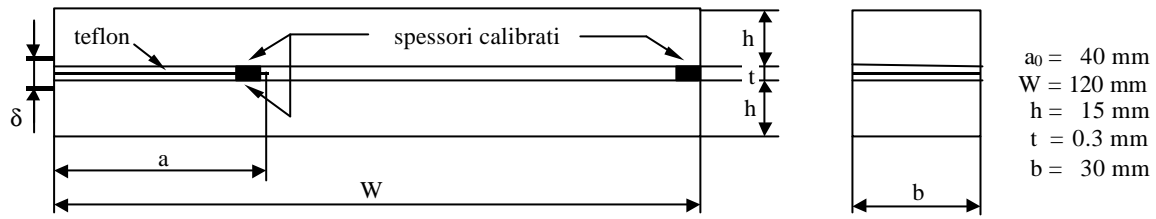


Fig. 3: provino utilizzato nelle prove di tenacità

Nello studio della frattura negli adesivi è invalso l'utilizzo del tasso di rilascio di energia, G , come misura della crack driving force. Nel caso del provino DCB di Fig. 3, G può essere calcolato attraverso l'equazione seguente [12]:

$$G = \frac{P^2 a^2}{bEI} \left(1 + \frac{1}{\lambda_\sigma a} \right)^2 \quad (2)$$

in cui

$$\lambda_\sigma = \left(\frac{6 E_a'}{h^3 t E} \right)^{1/4} \quad (3)$$

ed E , I sono il modulo elastico e il momento d'inerzia baricentrico del piatto di alluminio, rispettivamente, ed $E_a' = E_a/(1-\nu_a^2)$ il modulo elastico (plane strain) dell'adesivo. Per l'alluminio si sono assunti i valori $E = 70$ GPa e $\nu = 0.32$. Si è scelta la formulazione dell'Eq. (2) per stimare G perchè il contributo dell'adesivo all'elasticità del provino può essere sensibile se lo spessore dello strato è rilevante: nel caso della presente sperimentazione $\lambda_\sigma = 0.092$ e perciò, nel campo di lunghezze di cricca considerato ($40 \leq a \leq 100$ mm), $1/(\lambda_\sigma a)$ non è trascurabile.

Le prove sono state condotte in controllo di spostamento ad una velocità di 1 mm/min. Per monitorare la lunghezza della fessura è stato usato il metodo della cedevolezza allo scarico esprimibile, in base al modello analitico dell'Eq. (2), con l'equazione seguente [12]:

$$\frac{\delta}{P} = \frac{2\lambda_\sigma t}{E_a' b} \left[1 + 2(\lambda_\sigma a) + 2(\lambda_\sigma a)^2 + \frac{2}{3}(\lambda_\sigma a)^3 \right] \quad (4)$$

Validazione

Parallelamente alla messa a punto della sperimentazione, si è sviluppata una simulazione agli elementi finiti con il codice di FRANC-2D [13] per validare le Eq. (2) e (4). In Fig. 4 è riportato il modello discretizzato con elementi isoparametrici ad otto nodi in deformazione piana. La singolarità dello stato tensionale all'apice è stata modellata con la tecnica degli elementi quarter-point collassati. Il tasso di rilascio d'energia G viene calcolato con una routine interna al programma basata sulla tecnica della Modified Crack Closure. L'apertura δ è stata misurata in corrispondenza della retta d'azione del carico.

I risultati della modellazione sono riportati in Fig. 5a-b in termini di confronto tra l'andamento di G e δ/F analitico e simulato al variare della lunghezza di cricca a per un carico imposto di 250 N. Si evidenzia così che le curve analitiche e le simulazioni FEM sono discoste al massimo del 10% nel caso di G e del 6% nel caso di δ/P .

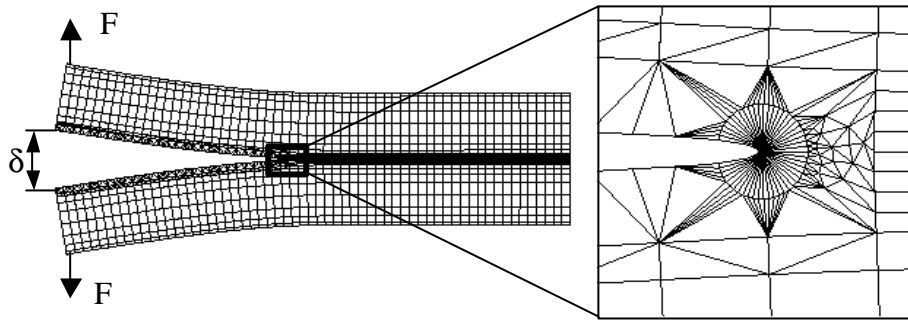


Fig. 4: modello ad elementi finiti del provino DCB.

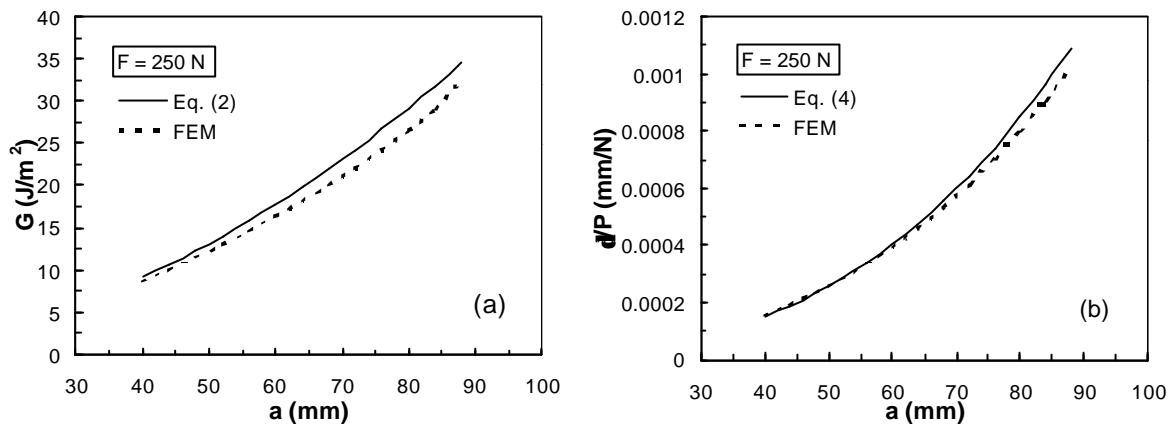


Fig. 5a-b: confronto tra G e δ/P calcolati analiticamente e con gli elementi finiti.

Risultati e discussione

Nelle Fig. 6a-b sono mostrati esempi di curva carico-apertura sperimentali ottenute con serie distinte di esperimenti che si differenziavano perchè in un caso (Fig. 6-b) si è effettuata una fase di sosta (a spostamento fisso) per effettuare un ulteriore controllo visivo della propagazione. Nel caso delle prove con sosta, si è notato un evidente rilassamento del carico applicato, che indica la presenza di un comportamento tempo-dipendente. La propagazione ottenuta è sempre stata di tipo coesivo, senza rilevanti difetti d'incollaggio.

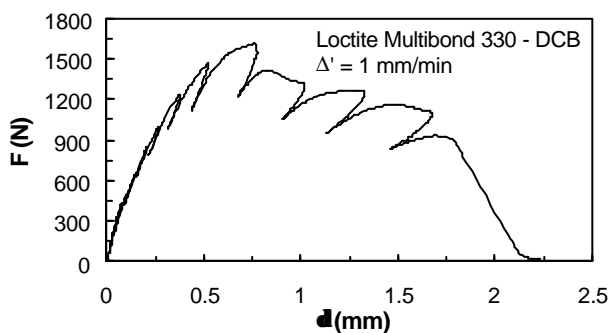


Fig. 6a: esempio di curva carico-apertura con fasi di scarico parziale per determinare la lunghezza di cricca.

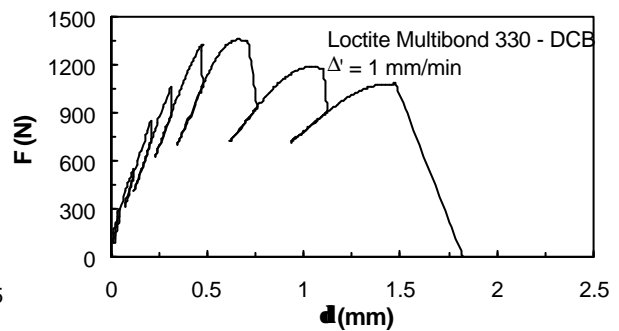


Fig. 6b: esempio di curva carico-apertura con fasi di scarico parziale precedute da una sosta sotto carico.

Le Figg. 7a-b evidenziano l'effetto dell'inserimento di una sosta prima della fase di scarico parziale sulla curva di resistenza. In entrambi i diagrammi si identifica poi una crescita rapida iniziale di G analogamente alla fase di blunting nei materiali tenaci omogenei, sebbene la consistente variazione della lunghezza di cricca rilevata in questa fase faccia presupporre la presenza di un meccanismo differente, legato eventualmente ad una deformazione plastica estesa nello strato di adesivo.

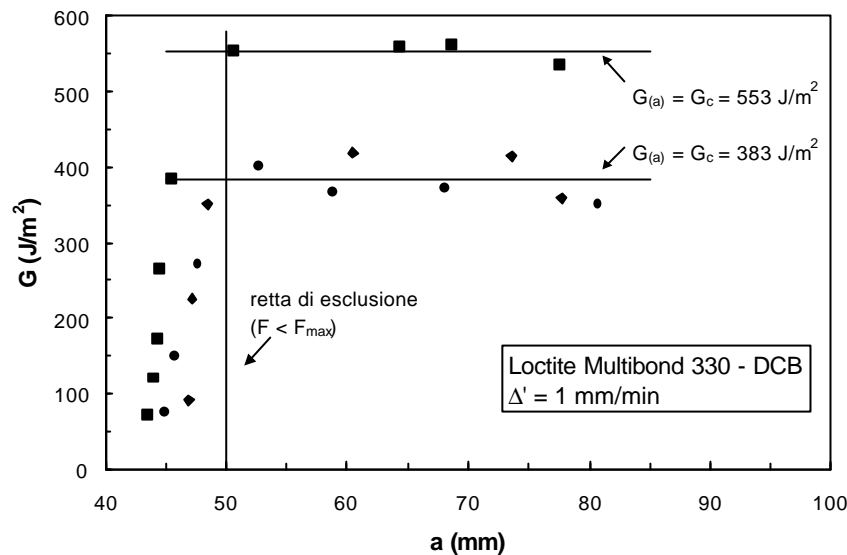


Fig. 7a: curve di resistenza a frattura col metodo degli scarichi parziali.

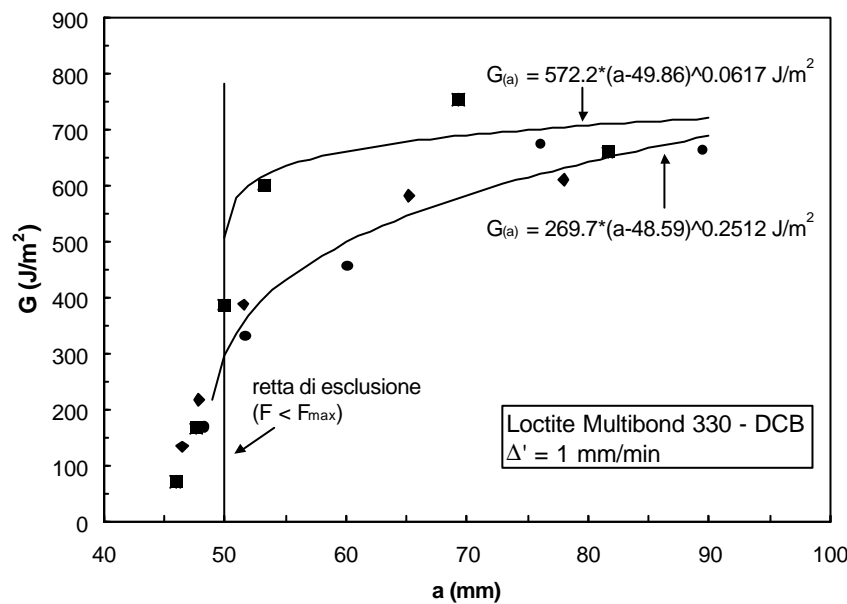


Fig. 7b: curve di resistenza a frattura ottenute con fase di sosta prima degli scarichi parziali.

Questa fase di crescita rapida di G ha termine in corrispondenza al raggiungimento di una lunghezza di cricca attorno ai 50mm, cui corrisponde il massimo carico di prova. Successivamente, i dati di tenacità di Fig. 7a si stabilizza ad un valore pressochè costante, mentre negli esperimenti in Fig. 7b la tenacità cresce marcatamente con l'avanzamento della

cricca. L'equazione scelta per la regressione è quella utilizzata per valutare la curva di resistenza ed il valore di J_{Ic} secondo [14]. L'aumento di tenacità riscontrato nelle prove con sosta prima dello scarico può trovare una spiegazione se durante la fase di sosta si ha un'arrotondamento dell'apice che richiede, nella successiva fase di ricarica, una maggiore energia per riprendere l'avanzamento. Questa ipotesi è supportata anche dall'aumento dell'apertura δ durante la fase di sosta, che indica una redistribuzione dello stato tensionale deformativo nel provino e/o avanzamento del difetto. In termini assoluti i valori di tenacità del Loctite Multibond sono comunque compresi tra quelli di adesivi epossidici [2, 10, 15] ($< 100 \text{ J/m}^2$) ed epossidici tenacizzati [3, 16] ($> 1000 \text{ J/m}^2$).

Conclusioni

In questo lavoro si è presentata la sperimentazione condotta allo scopo di determinare la tenacità alla frattura coesiva di un adesivo strutturale commerciale (Loctite Multibond 330). Preliminarmente sono state determinate le proprietà fondamentali dell'adesivo e si sono messe a punto una tecnica di preparazione dei provini, un'attrezzatura di carico e un sistema di monitoraggio della lunghezza della fessura. Le principali conclusioni sono le seguenti:

- le proprietà meccaniche dell'adesivo, in particolare il modulo elastico e il coefficiente di Poisson, sono in buon accordo con i risultati di [11] ottenuti con una tecnica diversa. I valori di E e ν sono inferiori a quelli dei più comuni adesivi epossidici;
- la propagazione della frattura nel provino DCB è stata sempre di tipo coesivo, con tenacità superiore agli adesivi epossidici ed inferiore a quella degli epossidici tenacizzati;
- si è riscontrata una significativa dipendenza della curva di resistenza dalla modalità di prova.

Ringraziamenti

La ricerca è stata parzialmente finanziata dal MURST attraverso il progetto co-finanziato: "Criteri di resistenza ed integrità di giunzioni strutturali incollate". Si ringrazia il Dott. Piero Mauri, Loctite Italia, per la proficua collaborazione e disponibilità.

Bibliografia

- [1] Raymond M.K., "Adhesives get in the groove", Mach. Des., 70-76, **Giugno 1998**.
- [2] Akisanya A.R., Fleck N.A., "Brittle fracture of adhesive joints", Int. J. Fract., **58**, 93-114, **1992**.
- [3] Jethwa J.K., Kinloch A.J., "The Fatigue and Durability of Automotive Adhesives. Part I: Fracture Mechanics Tests", J. Adhesion, Vol. 61, 71-95, **1997**.
- [4] A.J. Kinloch, "Adhesion and Adhesives", Chapman and Hall, Londra, UK, **1986**.
- [5] Hutchinson J.W., Suo Z. "Mixed Mode Cracking in Layered Materials", Advances in Applied Mechanics Vol. 29, J.W. Hutchinson e T.Y. Wu eds., Academic Press, 63-191, **1992**.
- [6] Kinloch A.J., Lau C.C., Williams J.G., "Modelling the Fracture Behaviour of Adhesive Joints", J. Adhesion, Vol. 59, 217-224, **1996**.
- [7] Krenk S., Jönsson J., Hansen L.P., "Fatigue analysis and testing of adhesive joints", Engng. Fract. Mech., Vol. 53, N° 6, 859-872, **1996**.

- [8] Shang J.-K., “*Interface crack growth in layered materials*”, Proc. Fatigue ‘96 Conference, Berlino, Germania, 43-54, **1996**.
- [9] Abou-Hamda M.M., Megahed M.M., Hammouda M.M.I., “*Fatigue crack growth in double cantilever beam specimen with an adhesive layer*”, Engng. Fract. Mech., Vol. 60, N° 6, 605-614, **1998**.
- [10] Wang J., Minfu L., Ren W., Zou D., Liu S., “*A Study of the Mixed-Mode Interfacial Fracture Toughness of Adhesive Joints Using a Multiaxial Fatigue Tester*”, IEEE Trans. on Electr. Packaging Manufacturing, vol. 22, N° 2, 166-173, **1999**.
- [11] V. Fontanari, comunicazione privata, Univ. di Trento, Italia, **Feb. 2000**.
- [12] Krenk S., “*Energy release rate of symmetric adhesive joints*”, Engng. Fract. Mech., Vol. 43, N° 4, 549-559, **1992**.
- [13] Franc 2D, Cornell University, USA.
- [14] Anon., “*ESIS Recommendations for Determining the Fracture Resistance of Ductile Materials - ESIS P1-92*”, European Structural Integrity Society, Delft Univ. of Technology, Olanda, **1992**.
- [15] H.L.J. Pang, C.W. Seetoh, “*A compact mixed-mode (CMM) fracture specimen for adhesive bonded joints*”, Engng. Fract. Mech., Vol. 57, N° 1, 57-65, **1997**.
- [16] M. Fernando, W.W. Harjoprayitno, A.J. Kinloch, “*A fracture mechanics study of the influence of moisture on the fatigue behaviour of adhesively bonded aluminium-alloy joints*”, Int. J. of Adhesion and Adhesives, 16, 113-119, **1996**.