

Copyright 2012, ABRACO

Trabalho apresentado durante o INTERCORR 2012, em Salvador/BA no mês de maio de 2012.

As informações e opiniões contidas neste trabalho são de exclusiva responsabilidade do(s) autor(es).

Medidas de Aderência pelo Método Pull-Off Aspectos Práticos Não Abordados em Norma

Rodolpho C. D. Pereira^a, Walter Andrade de Souza^b, Jeferson Leite Oliveira^b,
Bruno Pacheco Silva^a, Isabel Cristina P. Margarit Mattos^c

Abstract

The objective of this work is to illustrate the importance of some experimental aspects about measurements of organic coatings adhesion by pull-off method. The issues addressed in this work are: surface preparation of the dollies, surface preparation of the coating where the dollies are glued and choice of adhesive. These procedures are not standardized leading to difficulties in industrial and laboratory practice. It is hoped that this work encourages regulatory agencies to address these issues in future revisions.

Keywords: Coatings, Adhesion, pull-off.

Resumo

O objetivo deste trabalho é ilustrar a importância de alguns aspectos experimentais nas medidas de aderência de revestimentos orgânicos pelo método *pull-off*. Os aspectos abordados neste trabalho são: preparação da superfície dos pinos, preparação da superfície do revestimento onde serão colados os pinos e escolha do adesivo. Esses procedimentos não são abordados em norma o que dificulta a aplicação do método na prática industrial e laboratorial. Espera-se que este trabalho estimule órgãos normativos a abordar esses aspectos nas próximas revisões.

Palavras-chave: Revestimento, Aderência, pull-off.

Introdução

O método conhecido por *pull-off* é um dos possíveis testes para medir a aderência de revestimentos orgânicos. O método consiste em colar um pino metálico à superfície do revestimento e aplicar uma força trativa para arrancá-lo. O resultado do teste se dá em função da força aplicada e do tipo de falha que se observa, podendo ser de dois tipos: falha coesiva e falha adesiva. Uma das normas que descreve procedimentos para realização do teste é a Norma ASTM D 4541 (1), existindo textos equivalentes publicados por outros órgãos normativos, por exemplo, ABNT e BS.

^a Aluno, Iniciação Científica – UFRJ/PEMM/LNDC

^b Químico, Pesquisador – UFRJ/PEMM/LNDC

^c D.Sc., Prof^a Adjunta – UFRJ/PEMM/LNDC

O método pull-off é menos subjetivo do que os métodos da fita adesiva que envolvem riscar o revestimento (2). Sua utilização vem sendo ampliada inclusive em medidas de campo. No entanto, este ensaio demanda amostragem estatística de medidas, pois existe um nível intrínseco de falta de reprodutibilidade nos resultados. Como se trata de um método destrutivo, sobretudo em medidas de campo, é desejável a observância de alguns procedimentos que possam diminuir o grau de incerteza dos resultados. Alguns fatores que não estão contemplados em norma podem ser melhor observados, tais como: preparação da superfície e limpeza dos pinos; força adesiva da cola utilizada e preparação da superfície do revestimento na região onde será colado o pino.

O primeiro aspecto, tratamento superficial do pino, deve considerar que se a superfície do pino tiver uma rugosidade pequena, sua aderência à cola também ficará prejudicada e com forças trativas muito baixas já ocorre falha na interface pino/cola.

O segundo aspecto está relacionado com a força adesiva da cola utilizada para prender o pino no revestimento. Se essa força for inferior à força de aderência do revestimento no metal, as falhas ocorrerão na interface pino/cola ou cola/revestimento e a aderência do revestimento ao metal não será quantificada.

O terceiro aspecto é o tratamento superficial do revestimento na área de fixação do pino. Existem revestimentos com superfície irregular e revestimentos com superfície quase vitrificada. No primeiro caso, superfície irregular, não existe garantia de distribuição homogênea da carga de tração aplicada ao pino. No segundo caso, superfície vitrificada, a fixação do pino é muito fraca porque a cola não adere bem ao revestimento liso.

O objetivo deste trabalho é ilustrar a importância desses fatores, de forma que eles sejam melhor observados quando o teste for realizado.

Metodologia

O procedimento adotado para as medidas de aderência é o recomendado no anexo A4 da norma ASTM D 4541. O equipamento utilizado foi do tipo pneumático, marca Elcometer 110 Patti. As variáveis na preparação das superfícies foram programadas, em ordem estabelecida, de forma a se utilizar os resultados já obtidos para as análises dos fatores seguintes. A ordem adotada foi:

Tratamento superficial dos pinos:

- Jateamento de 15 placas de aço carbono de dimensões 90 mm x 140 mm x 5 mm com granalha de aço atingindo perfil de rugosidade na faixa de (80 a 100) μm ;
- Polimento de 15 pinos ao espelho, utilizando lixas na seqüência de #300 a #1500;
- Jateamento de 30 pinos com micro esfera de vidro atingindo perfil de rugosidade na faixa de (20 a 30) μm . Após o jateamento, 15 pinos foram limpos somente com ar comprimido e os outros 15 pinos foram limpos com ultrassom durante imersão em álcool etílico por 20 min.

Os pinos foram colados diretamente sobre o aço jateado, utilizando a cola 1 apresentada na Tabela 1. Foram fixados 3 pinos por placa. A decisão de colar os pinos diretamente sobre a superfície do aço se baseou na hipótese de que o perfil de rugosidade do aço provocaria uma

boa adesão da cola ao mesmo, já que o perfil no aço seria maior que no pino. Desta forma, as falhas adesivas que se desejava observar estariam concentradas na interface pino/cola, garantindo-se a comparação dos preparos de superfície dos pinos.

Análise das colas:

- Jateamento de 15 placas de aço carbono com granalha de aço atingindo perfil de rugosidade na faixa de 80 a 100 μm ;
- Preparação da superfície de 45 pinos por jateamento com micro esfera de vidro e limpeza com ultrassom de acordo com procedimento descrito no item acima.
- Os pinos foram colados diretamente sobre as placas de aço carbono jateadas, sendo fixados 3 pinos por placa. A cada grupo de 5 placas, foi utilizada uma cola diferente cujas especificações estão na Tabela 1.

Tabela 1: Informações dos boletins técnicos das colas.

COLA 1	COLA 2	COLA 3
Resina-Azul, Endurecedor: Amarelo Viscosidade a 25°C. Resina : Tixotrópica Endurecedor: (3000 a 5000) cPs Mistura: Tixotrópica Densidade (peso por volume) Resina: (1,85 a 1,95) g/cm ³ Endurecedor: 1,05 a 1,10 g/ cm ³ Relação de mistura Resina: 100 g Endurecedor: 9 g Temp. de trabalho: 22°C a 25°C Tempo de Cura: 72h	Adesivo bicomponente à base de resina epóxi - Adesivo multiuso - Adesivo de alto poder de adesão para colagens de grandes superfícies lisas, porosas ou irregulares Resiste a até 80°C Para diluição e limpeza utilizar o solvente B-57 Secagem: 90 min Cura total em 24 h	Adesivo epóxi transparente, com alta resistência. Secagem em 15 minutos. Ideal para objetos rígidos como: louças, cerâmicas, metais, madeiras, pedras, vidros e acrílicos. Composição das partes Parte A: Resina Epoxi e carga. Parte B: Resina poli-mercaptana, amina terciária e carga.

Preparação da superfície do revestimento:

- Jateamento de doze placas de aço carbono com granalha de aço atingindo perfil de rugosidade na faixa de (80 a 100) μm ;
- Aplicação com trincha de revestimento comercial com resina epóxi modificada, curado com agente cicloalifático de amina, reforçado com carga cerâmica, espessura seca média de 800 μm ;
- Preparação da superfície 36 pinos por jateamento com micro esfera de vidro e limpeza com ultrassom de acordo com procedimento descrito no item acima.
- Os pinos foram fixados com a cola 1 sobre as placas revestidas, sendo 3 pinos por placa. A superfície do revestimento foi levemente lixada, somente até perda do brilho do revestimento, nas regiões de fixação dos pinos em 6 placas. Nas placas restantes não houve nenhum tratamento superficial. A perda de espessura do revestimento nos locais de lixamento foi de aproximadamente 10 μm .

As placas com os pinos fixados de acordo com o exposto nos itens anteriores foram então submetidas ao teste de aderência. Ao final de cada grupo de placas das quais os pinos foram arrancados, calcula-se a média da tensão necessária para arrancá-los e avalia-se o tipo de falha. Os resultados são apresentados em diagramas de barra.

Resultados e discussão

Na Figura 1 são apresentados os resultados referentes à influência do tratamento superficial dos pinos sobre a tensão de arrancamento de aço carbono jateado. O tipo de falha observado foi predominantemente na interface cola/pino (Y/Z). Observa-se que as menores tensões foram obtidas para os pinos polidos ao espelho. A substituição do polimento pelo jateamento com microesfera implicou num aumento de cerca de 5 MPa na tensão de arrancamento. A limpeza dos pinos jateados em banho de ultrassom aumentou ainda mais a tensão de arrancamento em cerca de 2,5 MPa. De modo que as maiores tensões foram obtidas para os pinos jateados e limpos com ultrassom. O aumento do perfil de rugosidade e do grau de limpeza dos pinos também implicou em sutil diminuição na ocorrência de falhas entre a cola e o pino (Y/Z). As porcentagens de falha mostradas na Figura 1 são a média entre 15 medidas.

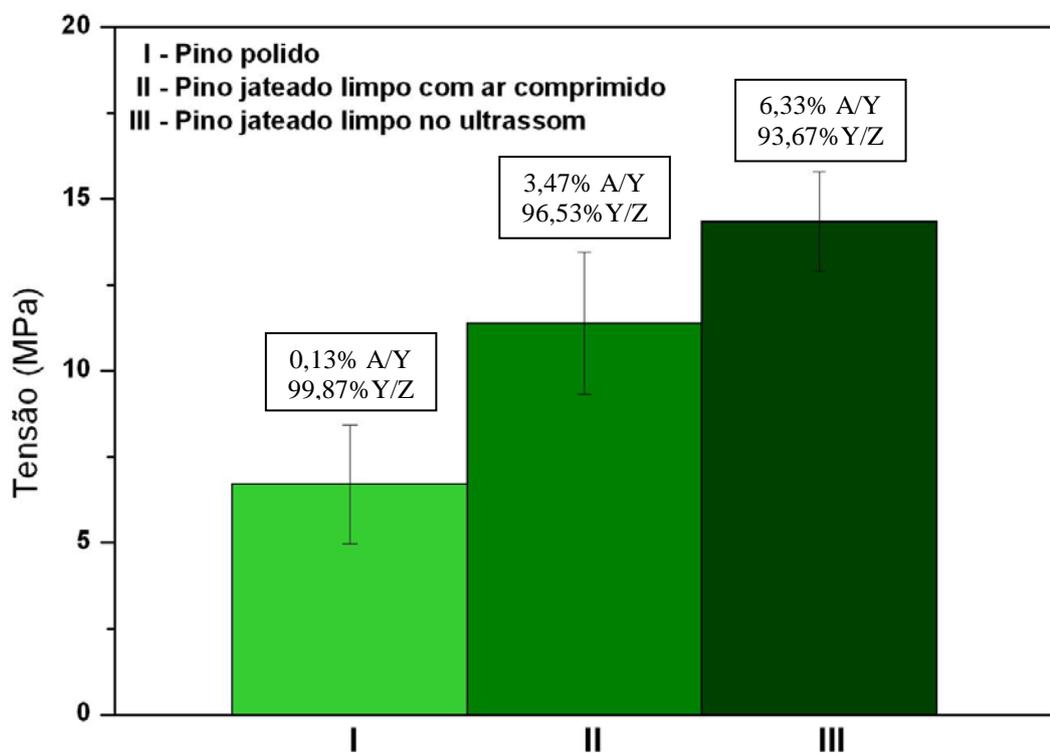


Figura 1: Efeito do tratamento superficial dos pinos sobre a tensão de arrancamento em ensaios de aderência pelo método pull off. Falha predominante Y/Z.

Na Figura 2 estão os resultados referentes ao desempenho de três colas comerciais na tensão de arrancamento de pinos jateados e limpos com ultrassom, colados diretamente na superfície de aço carbono jateado. Junto com a identificação das colas estão os respectivos tempos de cura especificados nos boletins técnicos.

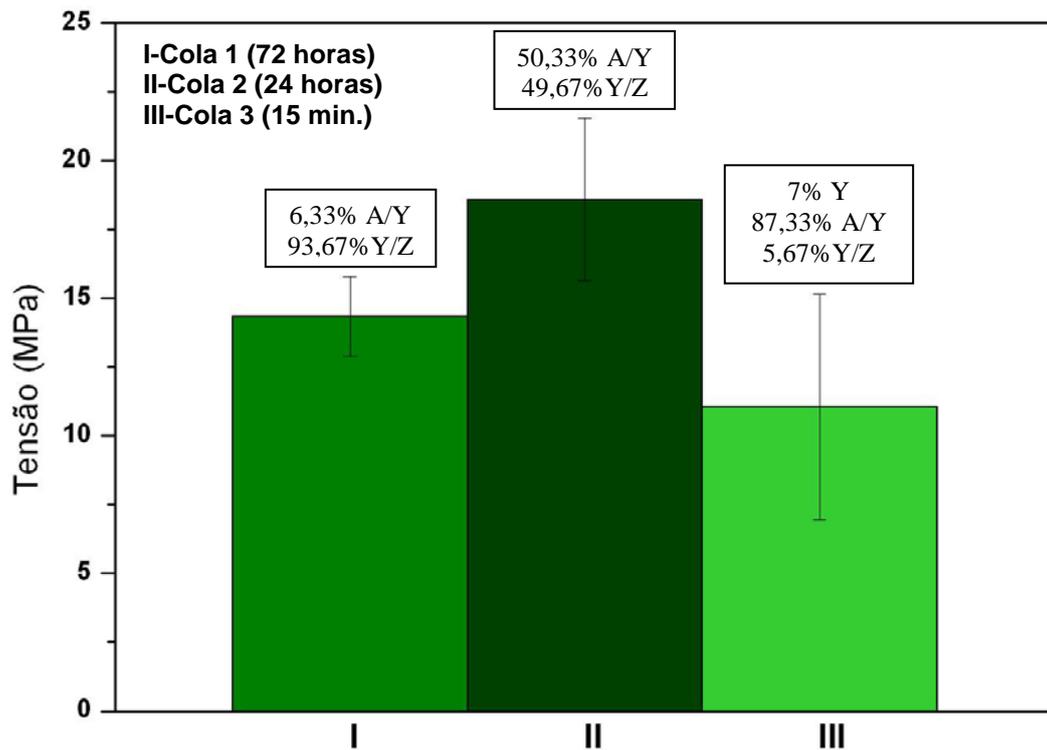


Figura 2: Desempenho de três colas comerciais em ensaios de aderência pelo método pull off.

A força de arrancamento e o tipo de falha variam entre as três colas testadas. O ideal seria ter indicação de colas nas normas de acordo com a aderência a ser medida. O grande fator limitante na escolha da cola é o tempo de cura, principalmente para medidas em campo. Geralmente a preferência é por cura rápida, que normalmente está associada a menores forças adesivas nos produtos comerciais. Ainda na Figura 2, observa-se que cada cola apresentou um tipo de falha predominante. Com efeito, a falha com a cola 1 foi na interface cola/pino (Y/Z); com a cola 2 a falha ocorreu tanto na interface aço/cola (A/Y), quanto na interface cola/pino (Y/Z); finalmente, com a cola 3 a falha ocorreu predominantemente na interface aço/cola (A/Y). Lembrando que o fator mecânico (rugosidade) responsável pela aderência das colas era idêntico nos três casos, os resultados da Figura 2 sugerem que a afinidade química da cola pelo metal componente do pino, também contribuiu para o tipo de falha.

Na Figura 3 verifica-se a influência do tratamento superficial do revestimento sobre a força de arrancamento dos pinos com a utilização da cola 1. O leve lixamento da superfície implicou em aumento da força de arrancamento.

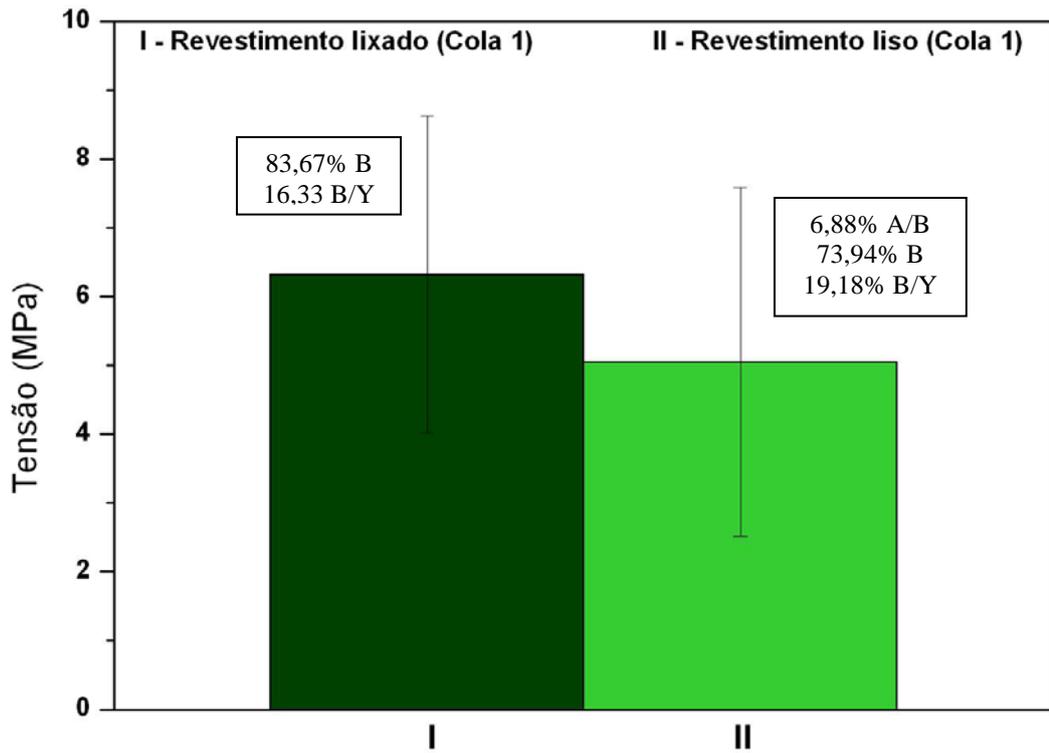


Figura 3: Influência do tratamento superficial do revestimento nas áreas onde foram colados pinos para ensaio de aderência pelo método pull off. Cola 1.

100% B	30% A/B 70% B
65% B 35% B/Y	---
100% B	75% B 25% B/Y
40% B 60% B/Y	100% B
---	20% A/B 80% B
100% B	90% B 10% B/Y
100% B	30% A/B 65% B 5% B/Y
100% B	5% A/B 95% B
100% B	10% A/B 90% B
100% B	---
---	90% B 10% B/Y
100% B	30% B 70% B/Y
100% B	30% B 70% B/Y
---	60% B 40% B/Y
100% B	85% B 15% B/Y
20% B 80% B/Y	93% B 7% B/Y
100% B	15% A/B 85% B
30% B 70% B/Y	45% B 55% B/Y

(a)

(b)

Figura 4: Descrição das falhas em ensaio de aderência pelo método pull off em amostras com o revestimento lixado (a) e liso(b). Cola 1.

Na Figura 4 está a caracterização dos tipos de falha ocorridos com o mesmo tipo de amostra apresentado na Figura 3, ou seja, uso da cola 1 sobre revestimento lixado e liso. Constatase

que quando se mantém o revestimento liso, aumenta a frequência de falhas adesivas na interface revestimento/cola (B/Y), ou seja, o leve lixamento resultou em melhor caracterização da força coesiva do revestimento.

Conclusões

Nesse trabalho foram abordados aspectos experimentais visando a obtenção de melhores resultados em medidas de aderência pelo método pull off. Ressaltou-se a contribuição do tratamento superficial dos pinos e do revestimento antes da etapa de colagem. Outro aspecto abordado foi a força adesiva da cola utilizada.

- 1 – O perfil de rugosidade do pino e sua limpeza contribuem para o aumento da tensão de arrancamento e para a diminuição da porcentagem de falha entre a cola e o pino (Y/Z).
- 2 – A força adesiva da cola influencia a tensão de arrancamento. Por outro lado, tempos de cura prolongados dificultam seu uso em campo. A escolha deve sempre privilegiar a diminuição de falhas entre o revestimento e a cola (B/Y) ou entre a cola e o pino (Y/Z).
- 3 – Lixar o revestimento antes de colar os pinos se mostrou eficiente, diminuindo falhas entre o revestimento e a cola (B/Y). É necessário cuidado para não haver perda significativa de espessura do revestimento.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq e PIBIC/UFRJ pelo apoio financeiro e bolsas de iniciação científica para os alunos Rodolpho C. D. Pereira e Bruno Pacheco Silva.

Referências bibliográficas

- (1) ASTM D 4541 -Standard Test Method for Pull-Off Strength of Coatings Using Portable Adhesion Testers
- (2) ASTM D 3359 - Standard Test Methods for Measuring Adhesion by Tape Test