CEFET/RJ
DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO

ESTUDO DA ADERÊNCIA DE ADESIVOS POLIURETANO E EPÓXI EM SUBSTRATO GEOPOLÍMERO E COMPÓSITO

Ana Carolina Viana Passos

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais, do Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de doutor.

Orientador: Silvio Romero de Barros
Coorientador: Eduardo Martins Sampaio

Rio de Janeiro
Maio de 2021

ESTUDO DA ADERÊNCIA DE ADESIVOS POLIURETANO E EPÓXI EM SUBSTRATO GEOPOLÍMERO E COMPÓSITO

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais, do Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de doutor.

Ana Carolina Viana Passos

Banca Examinadora:

Presidente, Professor Dr. Silvio Romero de Barros (CEFET/RJ) (orientador)

Professor Dr. Eduardo Martins Sampaio (UERJ) (Coorientador)

Professor Dr. Hector Reynaldo Meneses Costa (CEFET/RJ)

Professor Dr. Ricardo Alexandre Amar de Aguiar (CEFET/RJ)

Professor Dr. Aricelso Maia Limaverde Filho (UFRJ)

Dr. Carlos Eduardo Reuther de Siqueira (PETROBRAS)

Rio de Janeiro
Maio de 2021

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central do CEFET/RJ

P289 Passos, Ana Carolina Viana
Estudo da aderência de adesivos poliuretano e epóxi em substrato geopolímero e compósito / Ana Carolina Viana Passos — 2021.
55f. + apêndice : il. color. , enc.

Tese (Doutorado) Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca , 2021.
Bibliografia : f. 51-55
Orientador: Silvio Romero de Barros
Coorientador: Eduardo Martins Sampaio

1. Materiais compostos. 2. Polímeros. 3. Tecnologia dos materiais. 4. Resistência de materiais. 5. Adesivos – Ensaios e provas. I. Barros, Silvio Romero de (Orient.). II. Sampaio, Eduardo Martins (Coorient.). III. Título.

CDD 620.1183

Elaborada pela bibliotecária Tania Mello – CRB/7 nº 5507/04

DEDICATÓRIA

Dedico minha tese em memória às minhas avós Regina e Neném, Grandes Mulheres que me serviram de exemplo e que, cada qual a sua maneira, me permitiram chegar até aqui. Dedico em memória ao meu avó Moacyr, pelo apoio e acolhimento.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a toda minha família que, de alguma forma, me apoiou nessa trajetória. Um agradecimento especial à minha mãe Maria, meu pai Antônio, minha irmã Mônica. Agradeço ao meu incentivador e entusiasta diário, Vinícius Werner.

Agradeço ao meu orientador Dr. Silvio de Barros e coorientador Dr. Eduardo Sampaio pelo acolhimento e horas dedicadas à minha pesquisa e no meu aperfeiçoamento profissional.

Agradeço à banca examinadora, Dr. Hector Reynaldo Meneses Costa, Dr. Ricardo Alexandre Amar de Aguiar, Dr. Aricelso Maia Limaverde Filho e Dr. Carlos Eduardo Reuther de Siqueira pelo tempo dedicado à minha pesquisa e conhecimento compartilhado.

Agradeço ao Laboratório de Compósitos e Adesivos (LADES/CEFET) e ao Laboratório de Adesão e Aderência (LAA/IPRJ). Às empresas Pultrusão do Brasil e Masterpol.

Agradeço aos funcionários do CEFET pelo apoio e serviços prestados.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e à Fundação Carlos Chagas Filho de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro (FAPERJ) pelo suporte financeiro que possibilitou a pesquisa.

RESUMO

Estudo da aderência de adesivos poliuretano e epóxi em substrato geopolímero e compósito

Materiais metálicos são amplamente utilizados como elementos estruturais, em especial na indústria do petróleo onde grande parte dos componentes são produzidos em aço. Devido a sua susceptibilidade à corrosão, a substituição dos aços por materiais resistentes as condições de serviço diminuiriam consideravelmente o custo e tempo dedicados à manutenção. Materiais compósitos tem se mostrado uma boa alternativa devido a sua alta resistência mecânica, baixo peso e boa resistência à corrosão. No entanto, sua matriz de natureza polimérica limita sua aplicação em locais onde é exigido alta resistência ao fogo. Esta pesquisa teve como objetivo o estudo da viabilidade da substituição de grades de piso produzidas em aço por grades de piso de material compósito protegidas por placas antichamas de geopolímero coladas. O geopolímero, material semelhante ao cimento *Portland*, possui alta resistência à temperatura. Testes de aderência foram realizados em substratos de material compósito, geopolímero e compósito sanduíche. A influência do tipo de adesivo e tratamento de superfície foram avaliados. Adesivos poliuretanos e epóxi foram utilizados em superfícies tratadas com abrasão unidirecional (AU) e abrasão bidirecional (AB). Nos ensaios de aderência (*pulloff)*, substratos de material compósito tratados com AU e colados com o adesivo poliuretano apresentaram maior aderência, alcançando 13,48 MPa. Para o geopolímero submetido ao mesmo tratamento de superfície (AU) e colado com adesivo epóxi, houve falha no substrato sob uma tensão de 8,31 MPa. No compósito sanduíche ocorreu falha do geopolímero em amostras coladas com adesivo epóxi e tratadas com AB sob 7,22 MPa. Para colagem de compósitos sanduíche do tipo geopolímero-adesivo-compósito o adesivo epóxi apresentou melhores resultados.

Palavras-chave: Testes de aderência; Material compósito pultrudado; Geopolímero; Adesivos estruturais.

ABSTRACT

Study of the adhesion of polyurethane and epoxy adhesives on geopolymer and composite substrates

Metallic materials are widely used as structural elements, especially in the oil industry where most of the components are produced in steel. Due to its susceptibility to corrosion, the replacement of steels by materials resistant to service conditions would considerably reduce the cost and time dedicated to maintenance. Composite materials have been shown to be a good alternative due to their high mechanical strength, low weight and good resistance to corrosion. However, its polymeric matrix limits its application in places where high fire resistance is required. This research aimed to study the feasibility of replacing steel-made floor gratings with composite material floor gratings protected by bonded geopolymer flame sheets. The geopolymer, a material similar to *Portland* cement, has high temperature resistance. Adhesion tests were performed on composite, geopolymer and sandwich composite substrates. The influence of the type of adhesive and surface treatment were evaluated. Polyurethane and epoxy adhesives were used on surfaces treated with unidirectional abrasion (UA) and bidirectional abrasion (BA). In the adherence test (*pull off*), substrates of composite materials treated with UA bonded with the polyurethane adhesive showed greater adherence, reaching 13.48 MPa. For the geopolymer subjected to the same surface treatment (UA) and bonded with the epoxy adhesive, there was a failure in the substrate under a tension of 8.31 MPa. In the sandwich composite, geopolymer failure occurred in samples bonded with epoxy adhesive and treated with AB under 7.22 MPa. For bonding sandwich composites of geopolymer-adhesive-composite type, the epoxy adhesive showed better results.

Keywords: Adhesion tests; Pultruded composite material; Geopolymer; Structural adhesives.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Esquema de pultrusora com etapas do processo de pultrusão e diferentes perfis produzidos 21

Figura 2 – Pista do *Brisbane West Wellcamp Airport* (BWWA), na Austrália, construída com geopolímero 22

Figura 3 – a) Ilustração do mecanismo de cura do geopolímero e b) Ordenação do geopolímero 23

Figura 4 – Dimensões da grade de piso e do perfil “I” 24

Figura 5 – Modelo de grade de piso produzida em material compósito pultrudado protegido por placas antichama coladas de geopolímero 24

Figura 6 – Teste de tração adesivos poliméricos: a) geometria do corpo de prova b) amostras no molde antes da cura e c) amostra posicionada na máquina de teste 29

Figura 7 – S*ingle Lap Joints*: a) Dimensão das amostras b) Controle de espessura do adesivo c) Posicionamento das amostras no molde (antes da colagem) d) Configuração de teste 31

Figura 8 –Teste de aderência (*Pull Off Test)*: a) *Dolly* (20 mm de diâmetro) com disco de pultrudado b) Configuração do teste em substrato compósito e pultrudado c) Configuração do teste em compósito sanduíche 32

Figura 9 – Teste de tração em amostras de adesivos: curvas representativas força-deslocamento para os quatro adesivos testados 33

Figura 10 – Teste de tração em amostras de adesivos: curvas força-deslocamento do adesivo 34

Figura 11 – Teste de tração em amostras de adesivos: tensão média de 34

fratura do adesivo epóxi a) P 110 e dos adesivos poliuretanos b) E LTX c) E 300 d) E 1500

Figura 12 – Rugosidade 3D do geopolímero: a) sem tratamento b) tratado – AU e c) tratado – AB 37

Figura 13 – Rugosidade 3D do compósito: a) sem tratamento b) tratado – AU e c) tratado – AB 38

Figura 14 – Teste de aderência (*Single Lap Joints*): curvas representativas força-deslocamento para juntas coladas com o adesivo epóxi a) P 110 e os adesivos poliuretanos b) E LTX c) E 300 e d) E 1500 39

Figura 15 – Testes de aderência (*Single Lap Joints*): superfície de fratura de juntas coladas com adesivo epóxi P 110 a) sem tratamento b) tratada - AU c) tratada – AB 40

Figura 16 – Testes de aderência (*Single Lap Joints*): superfície de fratura de juntas coladas com adesivo poliuretano E LTX a) sem tratamento b) tratada - AU c) tratada – AB 41

Figura 17 – Testes de aderência (SLJ): superfície de fratura de juntas coladas com adesivos poliuretanos E 300 a) sem tratamento b) tratada 41

Figura 18 – Testes de aderência (SLJ): superfície de fratura de juntas coladas com adesivos poliuretanos E 1500 a) sem tratamento b) tratada – AU 42

Figura 19 – Superfície de fratura substrato compósito a) colado com adesivo epóxi P 110 e b) colado com adesivo poliuretano E LTX 44

Figura 20 – Superfície de fratura substrato geopolímero a) tratado - AU e colado com adesivo epóxi P 110 e poliuretano E LTX, b) colado com adesivo epóxi P 110 e tratado - AB e c) colado com adesivo poliuretano E LTX e tratado com AB 45

Figura 21 – Superfície de fratura substrato compósito sanduíche tratado - AU e AB colado com adesivos a) epóxi P 110 e b) poliuretano E LTX 46

Figura 22 – Aspecto da superfície de fratura do geopolímero fabricado com diferentes percentuais de água destilada a) 5% e b) 10% 46

Figura 23 – Propriedades mecânicas dos adesivos: adesivo epóxi P 110 58

Figura 24 – Propriedades mecânicas dos adesivos: adesivo poliuretano E LTX 58

Figura 25 – Propriedades mecânicas dos adesivos: adesivo poliuretano E 300 59

Figura 26 – Propriedades mecânicas dos adesivos: adesivo poliuretano E 1500 59

Figura 27 – Rugosidade: substrato compósito – amostra 1 – superfície sem tratamento 61

Figura 28 – Rugosidade: substrato compósito – amostra 2 – superfície sem tratamento 61

Figura 29 – Rugosidade: substrato compósito – amostra 1 – superfície tratada (AU) 61

Figura 30 – Rugosidade: substrato compósito – amostra 2 – superfície tratada (AU) 62

Figura 31 – Rugosidade: substrato compósito – amostra 1 – superfície tratada (AB) 62

Figura 32 – Rugosidade: substrato compósito – amostra 2 – superfície tratada (AB) 62

Figura 33 – Rugosidade: substrato geopolímero – amostra 1 – superfície sem tratamento 63

Figura 34 – Rugosidade: substrato geopolímero – amostra 2 – superfície sem tratamento 63

Figura 35 – Rugosidade: substrato geopolímero – amostra 1 – superfície tratada (AU) 64

Figura 36 – Rugosidade: substrato geopolímero – amostra 2 – superfície tratada (AU) 64

Figura 37 – Rugosidade: substrato geopolímero – amostra 1 – superfície tratada (AB) 64

Figura 38 – Rugosidade: substrato geopolímero – amostra 2 – superfície tratada (AB) 66

Figura 39 – Curva força-deslocamento *Single Lap Joint Tests*: junta colada com adesivo epóxi P 110 em superfície sem tratamento 66

Figura 40 – Curva força-deslocamento *Single Lap Joint Tests*: junta colada com adesivo epóxi P 110 em superfície tratada com AU 67

Figura 41 – Curva força-deslocamento *Single Lap Joint Tests*: junta colada com adesivo epóxi P 110 em superfície tratada com AB 69

Figura 42 – Curva força-deslocamento *Single Lap Joint Tests*: junta colada com adesivo poliuretano E LTX em superfície sem tratamento 69

Figura 43 – Curva força-deslocamento *Single Lap Joint Tests*: junta colada com adesivo poliuretano E LTX em superfície tratada AU 70

Figura 44 – Curva força-deslocamento *Single Lap Joint Tests*: junta colada 70

com adesivo poliuretano E LTX em superfície tratada AB

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Peso das grades de piso de acordo com as dimensões da Figura 4 25

Tabela 2 – Descrição dos adesivos poliméricos 28

Tabela 3 – Testes de aderência (*Single Lap Joints*) em substrato compósito 30

Tabela 4 – Testes de aderência (*Pull Off Tests*) em substrato compósito, geopolímero e compósito sanduíche 32

Tabela 5 – Propriedades mecânica dos adesivos: valores médios obtidos nos testes de tração 35

Tabela 6 – Parâmetros de rugosidade 36

Tabela 7 – Resultados do teste de aderência (*Single Lap Joints*) e modo de falha em amostras sem tratamento, tratadas com abrasão unidirecional (AU) e abrasão bidirecional (AB) 40

Tabela 8 – Resultados dos testes de aderência sob tração (*pulloff*) de acordo com o substrato, adesivo e tratamento de superfície 43

Tabela 9 - Propriedades mecânicas do adesivo epóxi P 110 49

Tabela 10 – Rugosidade do substrato compósito e do geopolímero.
média de fratura do adesivo epóxi a) P 110 e dos adesivos poliuretanos b) E LTX c) E 300 d) E 1500 60

Tabela 11 – Resultados dos ensaios de aderência (*Single Lap Joints*) em amostras de material compósito colados com adesivos epóxi P 110 65

Tabela 12 – Resultados dos ensaios de aderência (*Single Lap Joints*) em amostras de material compósito colados com adesivos poliuretano E LTX 68

Tabela 13 – Resultados dos ensaios de aderência (*Pull Off*) em amostras de material compósito 71

Tabela 14 – Resultados dos ensaios de aderência (*Pull Off*) em amostras de geopolímero 73

Tabela 15 – Resultados dos ensaios de aderência (*Pull Off*) em amostras de compósito sanduíche 75

SUMÁRIO

1	**Introdução**	**18**
2	**Revisão bibliográfica**	**20**
2.1	Material compósito pultrudado	21
2.2	Geopolímero	21
2.3	Juntas coladas	23
2.4	Projeto de grade de piso de material compósito pultrudado	24
3	**Materiais e métodos**	**27**
3.1	Substrato compósito	27
3.2	Substrato geopolímero	27
3.3	Adesivos estruturais	28
3.4	Tratamento de superfície	28
3.5	Análise da Rugosidade	28
3.6	Propriedades mecânicas dos adesivos	29
3.7	Testes de aderência	29
3.7.1	*Single Lap Joint Tests*	30
3.7.2	*Pull Off Tests*	31

4 Resultados e Discussões 33

4.1 Propriedades mecânicas dos adesivos 33

4.2 Rugosidade 35

4.3 Testes de aderência 38

4.3.1 *Single Lap Joint Tests* 38

4.3.2 *Pull Off Tests* 43

4.3.2.1 Substrato compósito 44

4.3.2.2 Substrato geopolímero 45

4.3.2.3 Compósito sanduíche 45

Conclusões e trabalhos futuros 47

Referências 51

Apêndices 55

Apêndice 1 – Cálculo do peso das grades de piso 55

Apêndice 2 – Resultados: propriedades mecânicas dos adesivos 57

Apêndice 3 - Resultados: análise da rugosidade 60

Apêndice 4 - Resultados: ensaios de aderência (*Single Lap Joints*) 65

Apêndice 5 - Resultados: ensaios de aderência (*Pull Off*) 71

Apêndice 6 – Artigo publicado em Dezembro de 2020 na revista *Journal of* 76

Adhesion Science and Technology: *Adherence of geopolymer and pultruded substrates: influence of adhesive type and surface treatment*

Apêndice 7 – Artigo publicado em Janeiro de 2021 na revista *Journal of Advanced Joining Processes*: *Adhesion of epoxy and polyurethane adhesives in pultruded composite material* 88

Apêndice 8 – Artigo resumido publicado em Janeiro de 2021 nos anais do *5th Brazilian Conference on Composite Materials – Adhesion performance of composite and geopolymer sandwich structures.* 96

1- Introdução

A busca por alternativas a materiais convencionais é uma crescente em diversos setores da indústria. Na indústria do petróleo, especialmente nas unidades *offshore*, o ambiente é altamente agressivo aos materiais metálicos. Com isso, a demanda por manutenção e, em alguns casos, substituição de componentes resulta em alto custo. Os gastos com manutenção vão desde pessoal qualificado para execução do serviço a paradas de produção. Além da substituição por componentes mais resistentes a corrosão, a utilização de materiais que produzam menos danos ao ambiente é um fator cada vez mais importante na seleção de materiais.

Materiais compósitos apresentam alta resistência mecânica e boa resistência à ambientes agressivos. Suas características possibilitam a utilização em indústrias químicas e em locais de exposição direta à névoa salina, por exemplo. Com alta durabilidade e sem necessidade de manutenção constante, mesmo que o custo inicial do projeto possa ser maior, tende a ser compensado a curto prazo. No entanto, alguns materiais compósitos apresentam baixa resistência ao fogo devido resina impregnada e a sua matriz polimérica. A alta inflamabilidade do material restringe seu uso em locais nos quais é imprescindível a integridade humana e estrutural na ocorrência de incêndio. Em contrapartida, o geopolímero, material que vem sendo muito utilizado na construção civil como alternativa ao cimento *Portland*, possui alta resistência à chama. Em alguns casos é necessária a adição de retardantes de chama. Além disso, a redução de dióxido de carbono (CO_2) na produção do geopolímero em relação ao cimento *Portland* é considerável.

Com base no exposto acima, esta pesquisa foi desenvolvida com objetivo de propor uma alternativa a problemática da corrosão em componentes metálicos utilizados atualmente na indústria do petróleo. A proposta é uma tentativa de redução dos custos e tempo de serviço dedicados a manutenção de grades de piso de aço, bem como do custo com paradas de unidades Como alternativa, propõe-se a substituição das grades de piso de aço por grades de piso de material compósito protegidas por placas antichamas de geopolímero. Esta pesquisa se trata de um estudo inicial para o projeto proposto com foco no estudo da aderência entre substratos. Os artigos publicados e em fase de submissão até a presente data encontram-se nos apêndices.

Esta pesquisa teve como objetivo principal o estudo da influência do tratamento de superfície e do tipo de adesivo na aderência à substratos de material compósito pultrudado e geopolímero. Foram realizados testes de aderência em substratos tratados

com abrasão unidirecional (AU) e abrasão bidirecional (AB). Três adesivos poliuretanos e um adesivo epóxi foram utilizados. Amostras de adesivos foram submetidas a testes de tração para obtenção das propriedades mecânicas. A superfície tratada e sem tratamento de ambos os substratos foi avaliada em rugosímetro 3D. Na primeira etapa de testes, juntas de sobreposição simples (*Single Lap Joints)* de material compósito produzidos em resina acrílica e poliéster tratadas (AU e AB) e sem tratamento foram testadas. Para a etapa seguinte, os dois adesivos que apresentaram melhor resultados na etapa inicial foram utilizados em substratos tratados (AU e AB). Na segunda etapa, testes de aderência (*Pull Off Tests*) com substratos de material compósito e geopolímero foram realizados. A terceira etapa de testes manteve as condições de superfície e adesivos da segunda etapa para execução de testes em amostras de compósito sanduíche (geopolímero-adesivo-compósito).

2- Revisão bibliográfica

Neste capítulo serão apresentadas uma revisão bibliográfica e a proposta de projeto de grade de piso produzida em material compósito pultrudado com placas coladas de geopolímero.

2.1 – Material compósito pultrudado

Dentre as técnicas de fabricação de materiais compósitos, a pultrusão é um processo de fabricação contínuo responsável pela produção de diferentes perfis de aplicação estrutural. A técnica consiste em tracionar fibras de reforço contínuas e unidirecionais através da resina polimérica, a qual atuará como matriz do material compósito. A cura da resina se dá em altas temperaturas, dependendo da resina utilizada. A Figura 1 ilustra as etapas do processo de pultrusão e os diferentes perfis produzidos. No Brasil, a resina acrílica, poliéster isoftálica e fenólica são as mais empregas na pultrusão [1]. Diferentes tipos de fibras sintéticas e naturais são utilizados como reforço em materiais compósitos. Como exemplo, fibras de vidro, fibras de carbono e fibras de basalto [2-5]. A união de perfis de material compósito pultrudado, em geral, se dá por colagem ou por componentes de união mecânicos. Entretanto, apesar da conhecida vantagem da colagem dos perfis, a técnica exige atenção especial devido a adição de desmoldante na resina. O desmoldante, que auxilia a passagem do perfil no molde, tende a migrar para superfície e dificultar a colagem dos perfis [1].

Algumas características dos materiais compósitos, quando utilizados em temperatura ambiente, pultrudados possibilitam seu uso como alternativa à materiais convencionais. Comparando com os metais, o material compósito pultrudado apresenta alta resistência mecânica, baixo peso e superior resistência à corrosão em ambientes altamente agressivos [6,7]. Diferentes dos metais, o material compósito resiste a condições adversas sem necessidade de manutenção. Entretanto, a natureza polimérica da matriz tende a ser uma limitação, pois impossibilita a aplicação do material compósito onde exista a necessidade de resistência ao fogo [8].

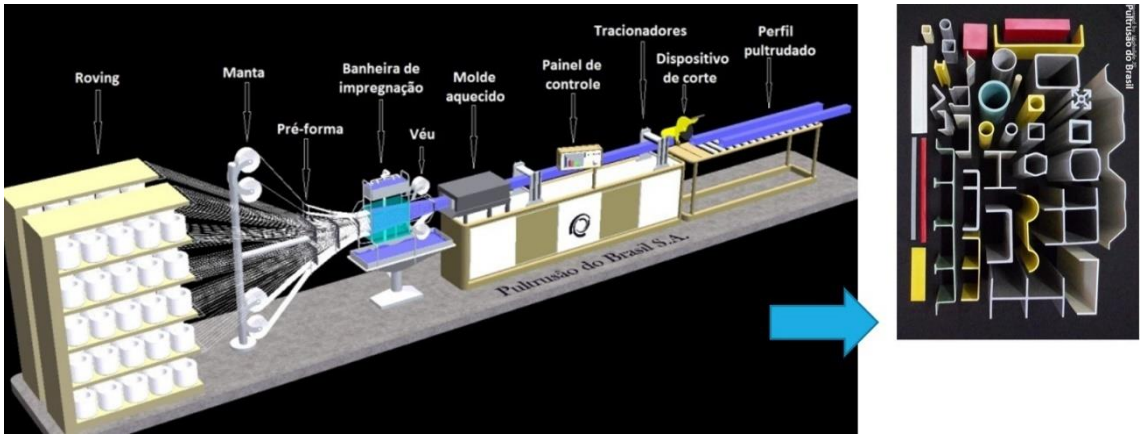


Figura 1 – Esquema de pultrusora com etapas do processo de pultrusão e diferentes perfis produzidos [1].

2.2 – Geopolímero

O cimento *Portland,* amplamente utilizado na construção civil, vem sendo substituído pelo geopolímero devido, principalmente, à alta emissão de dióxido de carbono (CO_2) no seu processo de fabricação. Cerca de 7% da emissão anual de CO_2 no mundo é resultado do processo de fabricação do cimento *Portland,* o que corresponde a mais de 13 toneladas de CO_2 lançados na atmosfera por ano [9-11]. Durante a vida útil do geopolímero, considerando desde a energia gasta na manufatura até a decomposição do carbonato de cálcio do cimento *Portland*, a redução da produção de CO_2 pode alcançar 64% [12].

Cabe ressaltar que a estrutura química do geopolímero é intrinsicamente diferente do cimento *Portland*. Enquanto o geopolímero tem a formação de uma fase gel de aluminossilicatos e resulta em um material amorfo, ou de baixa cristalinidade, o cimento *Portland* é um aglomerante, em geral, com base em reações de hidratação de óxidos de cálcio, silício e alumínio que resultam na formação de fases cristalinas e uma cadeia amorfa de silicato de cálcio [13]. Devido ao seu desempenho similar e inferior emissão de CO_2, o geopolímero tem sido utilizado como alternativa na construção civil. Como exemplo de aplicação do geopolímero, cabe citar o *Toowoomba Wellcamp Airport* (BWWA). O aeroporto fica situado na Austrália e foi construído com 40.000 m³ de geopolímero, dentre os quais estão pavimentos de serviço pesado. A Figura 2 mostra a pista do *Brisbane West Wellcamp Airport* (BWWA), na Austrália, construída com geopolímero [14].



Figura 2 - Pista do *Brisbane West Wellcamp Airport* (BWWA), na Austrália, construída com geopolímero [14].

Também conhecido como um polímero inorgânico, o geopolímero tem como base aluminossilicatos que são sintetizados pelo mecanismo de geopolimerização. A sua estrutura é formada por tetraedros de silício (SiO_4) e alumínio (AlO_4), alternados por átomos de hidrogênio. A síntese do geopolímero se dá por reações entre aluminossilicatos e ativadores à base de álcalis, em geral à base de sódio e potássio. [15]. A Figura 3-a ilustra o mecanismo de cura do geopolímero e a Figura 3-b a ordenação do geopolímero, típica de estrutura amorfa. A adição e a concentração de precursores e ativadores específicos, assim como a quantidade de água, velocidade de homogeneização e condições de cura alteram suas propriedades mecânicas e químicas significativamente [15, 16].

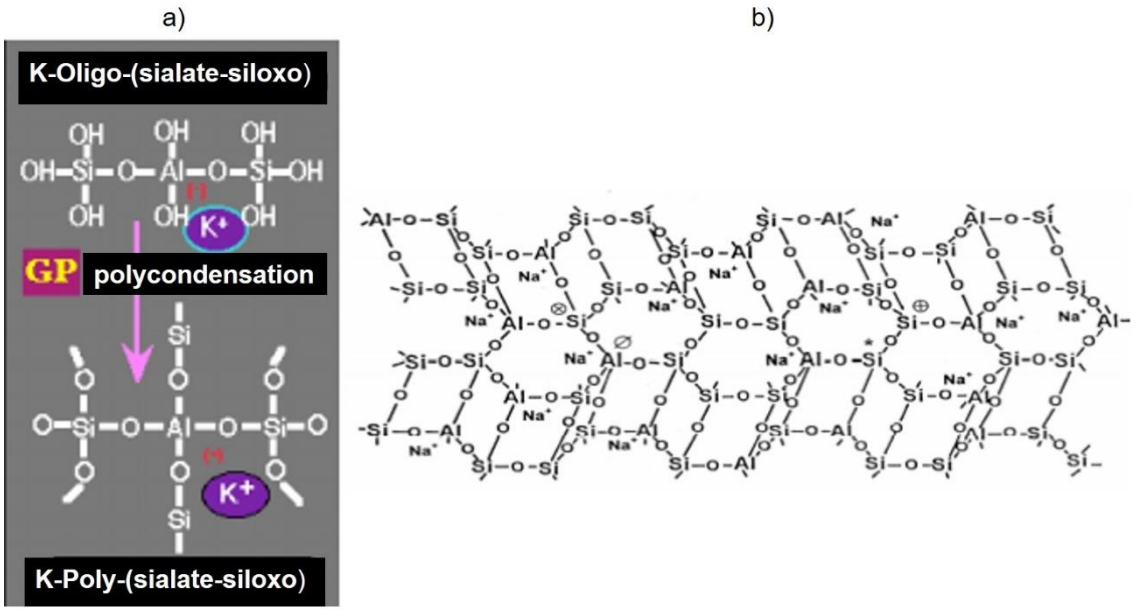


Figura 3 – a) Ilustração do mecanismo de cura do geopolímero [17] e b) Ordenação do geopolímero [18].

A capacidade de manter suas propriedades mecânicas quando exposto a alta temperaturas e ao fogo direto (jatos de fogo) [19, 20] é uma propriedade característica do geopolímero, ainda que possa variar de acordo com os ativadores e suas concentrações, e demais parâmetros de síntese empregados [13, 15]. Um estudo com compósito de geopolímero reforçado com fibra de carbono submetido a uma radiação térmica de 50kW/m², condição similares a de um incêndio. Os resultados mostraram que 60% das propriedades iniciais foram mantidas e nenhuma alteração no compósito foi detectada visualmente [21].

2.3 – Juntas coladas

A colagem de materiais compósitos é muito utilizada como método de união devido ao baixo peso adicionado a estrutura, alta resistência a corrosão, distribuição uniforme da tensão na área colada, flexibilidade de projeto, dentre outros [5, 22-24]. Como principais fatores que influenciam a resistência da junta colada estão o tipo de adesivo e tratamento de superfície [25-30]. Estudos anteriores mostram boa aderência de adesivos epóxi e poliuretano em juntas coladas de material compósito [5]. Nesse caso, em geral, é utilizada abrasão mecânica como tratamento de superfície seguida de limpeza com acetona [31,32]. O tratamento de superfície tende a aumentar rugosidade e a aderência na interface substrato compósito-adesivo. A limpeza garante a retirada de

contaminantes da superfície [33].

2.4 – Projeto de grade de piso de material compósito pultrudado

Visto as vantagens do material compósito pultrudado em relação ao aço quando se trata de resistência a corrosão e a característica antichama do geopolímero, essa pesquisa propõe a utilização de grades de piso de material compósito pultrudado protegidas por placas antichama de geopolímero coladas. A Figura 4 mostra a configuração da grade de piso similar à de aço com o detalhe do perfil “I” comumente utilizado na construção das grades de piso [34]. O projeto de grade de piso de material compósito pultrudada protegida por placas de geopolímero coladas é mostrada na Figura 5.

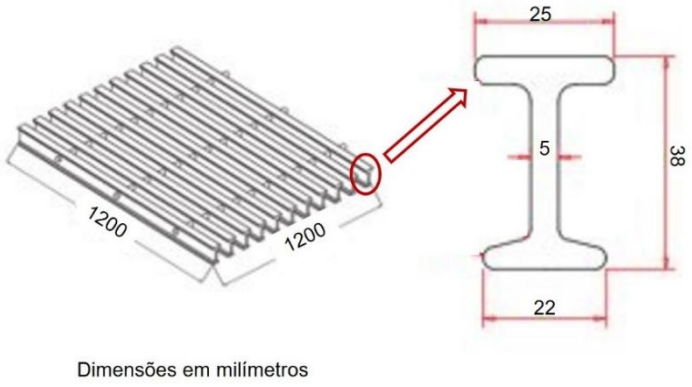


Figura 4 – Dimensões da grade de piso e do perfil “I”.

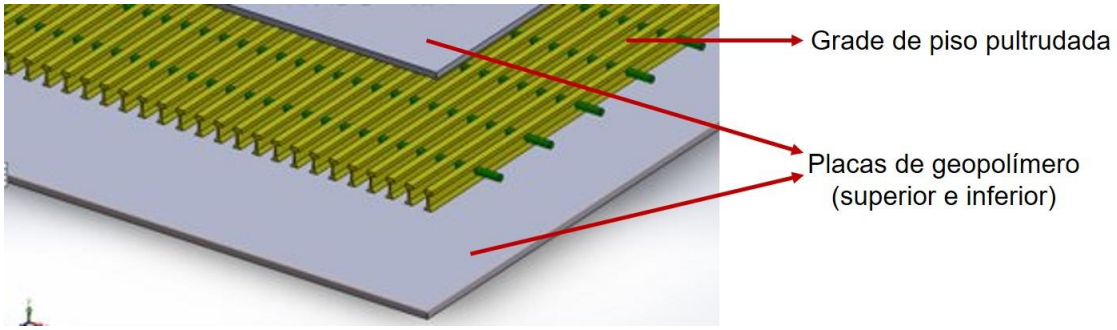


Figura 5 – Modelo de grade de piso produzida em material compósito pultrudado protegido por placas antichama coladas de geopolímero.

Para obter a espessura necessária da placa de geopolímero em uma condição de incêndio e avaliar a viabilidade do projeto, utilizamos a Lei de Fourier [35].

Considerando uma condutividade térmica (*k*) de 0,3 W/m.K para o geopolímero [36], um fluxo térmico (*q")* de 50 kW/m² [21] uma condição de fogo com temperatura externa (T_1) de 1000°C e temperatura limite na superfície do substrato de geopolímero em contato com adesivo (T_2) de 40°C.

Da Lei de Fourier, considerando apenas a condução no eixo x, tem-se que:

$q''_x = -k \frac{(T_2 - T_1)}{L} = k \frac{\Delta T}{L}$, reorganizando, $L = k \frac{\Delta T}{q''_x}$ (Eq. 1)

Substituindo os valores: $L = 0.3 \left[\frac{W}{m.K}\right] \frac{960 \text{ [K]}}{50 \left[{}^{kW}/_{m^2}\right]}$, logo $L = 5{,}76$ mm.

Ou seja, para a condição de incêndio descrita acima, uma grade de piso de compósito com duas placas de proteção antichama (superior e inferior) de geopolímero com 5,76 mm de espessura seria mantida a uma temperatura de 40°C.

No cálculo do peso das grades de piso foi desconsiderado o peso dos elementos de união e adotada a utilização de 24 perfis "I" espaçados entre si por 25 mm. Para a placa de geopolímero uma área de 1200 mm x 1200 mm espessura de 10 mm foi estabelecida. Nos cálculos foram utilizadas as densidades de 1,94 g/cm³ do compósito [37], 1,96 g/cm³ do geopolímero [36] e 7,8 g/cm³ de aço carbono [38]. A grade de piso proposta nessa pesquisa com duas placas de proteção antichama (inferior e superior) teria uma redução de cerca de 8 em relação a grade de piso em aço e, para a grade de piso com uma placa de proteção, a redução no peso seria de 42% no peso total. A Tabela 1 mostra o peso total calculado de acordo com o material e configuração de grade de piso. Os cálculos encontram-se detalhados no Apêndice 1.

Tabela 1 – Peso das grades de piso de acordo com as dimensões da Figura 4.

Configuração da grade de piso	Peso (kg)
Compósito + 1 placa de geopolímero	49,1
Compósito + 2 placas de geopolímero	77,3
Aço carbono	84,2

Entendida as vantagens dos materiais, do método de união e a viabilidade do projeto proposto em termos de peso e dimensões, essa pesquisa foi desenvolvida com objetivo principal de obter melhores condições de colagem da placa de geopolímero à grade de piso de material compósito. A pesquisa foi desenvolvida em três principais etapas. Nos primeiros testes foi avaliada a aderência de quatro adesivos nacionais, 1

epóxi e 3 poliuretanos, em juntas coladas de material compósito (*Single Lap* Joints) submetidas a tratamento de superfície, abrasão unidirecional (AU) e abrasão bidirecional (AB), e não tratadas [39]. Na segunda etapa, testes de aderência (*Pull Off Tests*) foram executados em substratos de compósito e geopolímero com os dois adesivos que apresentaram melhor resultado na primeira etapa. Ambos os substratos tiveram sua superfície tratada [40]. Na terceira e última etapa de testes, compósitos sanduíche (compósito-adesivo-geopolímero) foram submetidos também a testes de aderência (*Pull Off Tests*) com as mesmas condições da segunda etapa simulando a estrutura da grade de piso proposta.

3- Materiais e Métodos

Serão apresentados neste capítulo os materiais e a metodologia utilizada no desenvolvimento desta pesquisa. A descrição dos materiais e a fabricação das amostras é detalhada a seguir, assim como os testes de aderência, testes de tração dos adesivos, análise da rugosidade e da superfície de fratura.

3.1 – Substrato compósito

Foram utilizados nesta pesquisa chapas de material compósito pultrudado fornecidas pela *Pultrusão do Brasil*. Os perfis foram produzidos em matriz termofixa reforçada com fibra de vidro. Amostras com dois tipos de resina foram utilizadas, acrílica (amarela) e poliéster isoftálica (cinza). Também foram adicionados manta e véu de superfície durante a pultrusão dos perfis. O percentual de fibra de vidro varia em torno de 60% do volume total do perfil. Os aditivos adicionados não foram informados, apenas foi confirmada a presença do desmoldante.

3.2 – Substrato geopolímero

O cimento de geopolímero comercial (*GP 109R1*-M15) produzido pela *Geopol,* indicado para aplicações de performance mecânica moderada, foi selecionado para esta pesquisa. Com uma condutividade térmica que varia de 0,24 W/m.K a 0,3 W/m.K, seus constituintes principais são: SiO_2, $Al_2O_3, CaO, Na_2O, K_2O$ e os constituintes secundários: MgO, TiO_2, Fe_2O_3. As taxas molares são $SiO_2/Al_2O_3 = 5{,}35$ e $M_2O/SiO_2 = 0{,}21$ [36]. Conforme indicado pelo fornecedor, uma proporção de 1:1 (em peso) de precursor e ativador foi utilizada com adição de 5% - 10% em peso de água destilada. Não foram inseridos aglomerados. A produção das amostras no laboratório foi em condições ambiente. Para homogeneização foi empregado um misturador mecânico durante 5 minutos sob uma rotação de 1000 rpm. Após homogeneização, as amostras seguiram para cura no molde por, no mínimo, 20 dias. Amostras de 200 mm x 100 mm foram produzidas. A espessura variou entre 25 e 30 mm.

3.3 – Adesivos estruturais

Os quatro adesivos bicomponentes fornecidos pela *MasterPol* utilizados nesta pesquisa são mostrados na Tabela 2 juntamente com seu *pot-life,* tempo de manuseio após a homogeneização dos componentes. Todos são indicados para colagem entre substratos poliméricos [41].

Tabela 2 – Descrição dos adesivos poliméricos.

Adesivo	***Pot-life* (min) a 25°C [41]**
P 110 (epóxi)	20
E LTX (poliuretano)	1
E 300 (poliuretano)	5
E 1500 (poliuretano)	15

3.4 – Tratamento de superfície

Ambos os substratos foram submetidos a abrasão mecânica para aumento da rugosidade. O tratamento de superfície, foi aplicado manualmente com lixa (grão 80) de duas maneiras: abrasão unidirecional (AU) e abrasão bidirecional (AB). A abrasão unidirecional foi aplicada em uma única direção. Já na abrasão bidirecional, o substrato foi lixado em duas direções, formando um ângulo de 90° entre as duas. Antes da colagem as superfícies foram limpas com pano seco para remoção da poeira e acetona.

3.5 – Análise de rugosidade

A rugosidade foi analisada em um rugosímetro 3D modelo *Talyscan 150* (*Taylor Hobson*). Substratos de material compósito e geopolímero sem tratamento, tratados com abrasão unidirecional (AU) e abrasão bidirecional (AB) foram avaliados. Para cada substrato e condição de superfície duas leituras foram realizadas em uma área de 2 mm x 2 mm com espaçamento no eixo *x* de 1 µm e no eixo *y* de 10 µm. Como parâmetro de análise foi utilizada a média da rugosidade (R_a) e a rugosidade máxima da superfície (Rz) [42].

3.6 – Propriedades mecânicas dos adesivos

Testes de tração com base na norma ASTM D 638 [43] foram realizados em amostras dos 4 adesivos bicomponentes em estudo para obter suas propriedades mecânicas. Para cada adesivo 5 amostras foram confeccionadas de acordo com as proporções indicadas pelo fabricante [41]. Os componentes foram pesados em uma balança de precisão e, em seguida, homogeneizados e colocados de maneira a preencher toda cavidade do molde. As amostras curaram no molde em condições ambientes por 24 horas. Uma máquina de testes universal *Instron* modelo 5966 foi utilizada nos testes, com uma célula de carga de 10kN e sob uma velocidade de deslocamento de 1mm/min. A Figura 6-a mostra as dimensões em milímetros da amostra, a Figura 6-b o adesivo no molde antes da cura e a Figura 6-c a configuração do teste. Não foi utilizado extensômetro.

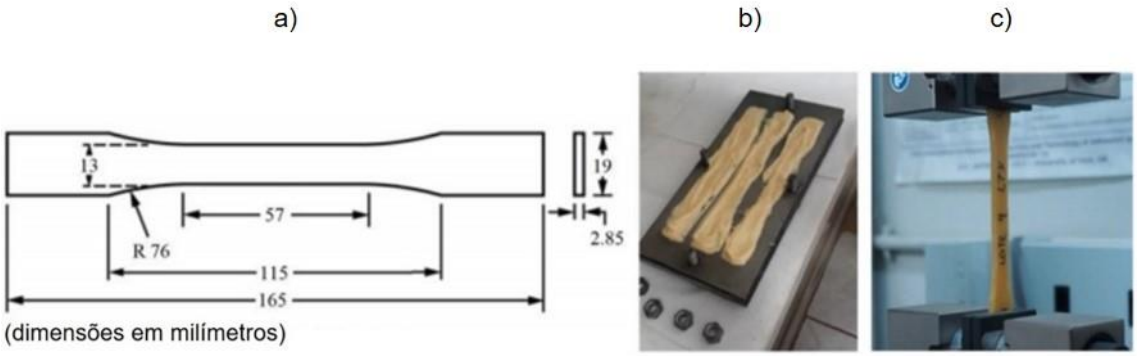


Figura 6 – Teste de tração adesivos poliméricos: a) geometria do corpo de prova b) amostras no molde antes da cura e c) amostra posicionada na máquina de teste.

3.7 – Testes de aderência

Testes de aderência foram conduzidos em amostras de compósito e geopolímero para análise da influência do tipo de adesivo e do tratamento de superfície. A primeira etapa de testes foi realizada com juntas de sobreposição simples (*Single Lap Joints*) com substrato compósito. Não foi possível a execução de testes de cisalhamento em substrato de geopolímero devido a fragilidade das amostras com 3 mm espessura. Na segunda etapa de ensaios foram realizados testes de aderência sob tração (*Pull Off Tests*) em substratos de compósito e geopolímero. Na terceira e última etapa, os testes de *Pull Off* foram conduzidos em compósitos sanduíche do tipo geopolímero-adesivo-compósito. Em todos os testes a superfície de fratura foi analisada visualmente.

3.7.1 – *Single Lap Joints Tests*

Com base nas normas ASTM D 1002 [42] e ASTM D 3163 [45] os testes de aderência sob cisalhamento foram conduzidos em substratos de compósito submetidos a 3 diferentes condições de superfície e colados com 4 adesivos diferentes, conforme mostra a Tabela 3. Para cada adesivo e condição de superfície 5 amostras foram confeccionadas. As amostras foram cortadas de chapas de 3 mm de espessura com 101 mm de comprimento e 25 mm de largura. As fibras de reforço são paralelas à aresta de 101 mm do compósito, garantindo que a força seja aplicada na direção de maior resistência. Uma área colada de 25 mm de largura e 12 mm de comprimento (*overlap*) foi estabelecida. A Figura 7-a mostra as dimensões em milímetros das juntas coladas. Uma espessura de 2 mm do adesivo foi controlada com auxílio de batentes, conforme mostra a Figura 7-b. O posicionamento das juntas e batentes no molde e a configuração de teste são mostradas nas Figuras 7-c e 7-d, respectivamente. Após a colagem, as amostras curaram por 24 horas no molde em condições ambiente. Os testes foram conduzidos na máquina de ensaios universal *Instron* modelo 5966 com uma célula de carga de 10kN a uma velocidade de deslocamento de 1,3 mm/min.

Tabela 3 – Testes de aderência (*Single Lap Joints*) em substrato compósito.

Adesivo	**Condição de Superfície**
P 110 (Epóxi)	Sem tratamento
	AU
	AB
E LTX (Poliuretano)	Sem tratamento
	AU
	AB
E 300 (Poliuretano)	Sem tratamento
	AU
E 1500 (Poliuretano)	Sem tratamento
	AU

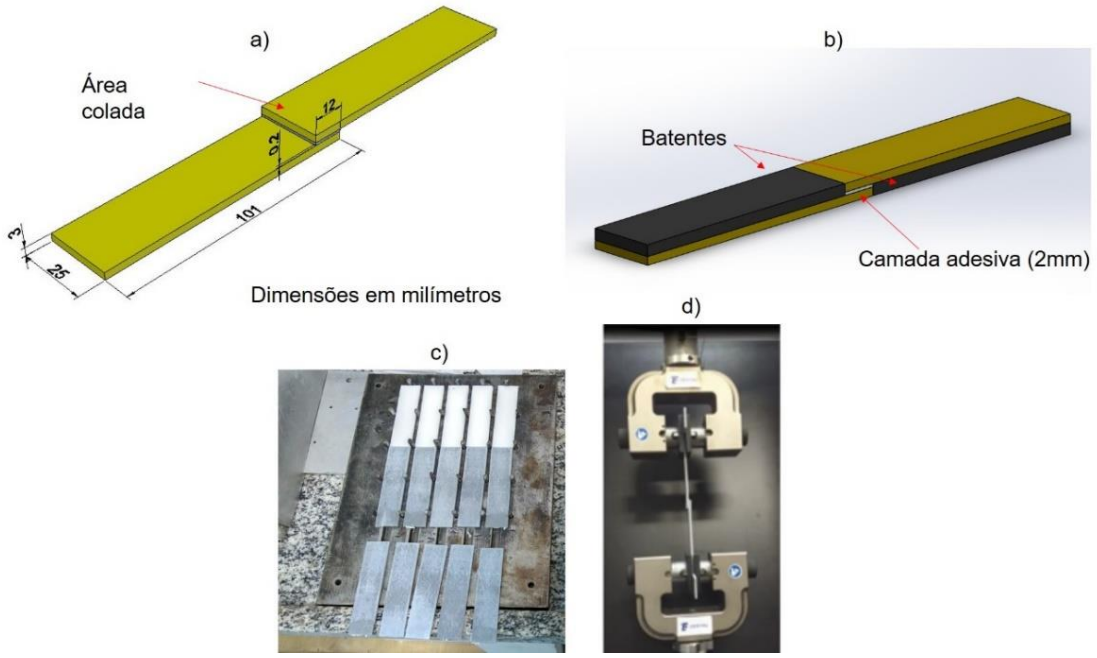


Figura 7 – S*ingle Lap Joints*: a) Dimensão das amostras b) Controle de espessura do adesivo c) Posicionamento das amostras no molde (antes da colagem) d) Configuração de teste.

3.7.2 – *Pull Off Tests*

Os testes de aderência sob tração (*pull off*) foram realizados com auxílio da norma ASTM D 4541 [46] em substratos de material compósito, geopolímero e compósito sanduíche. Apenas testes em superfícies tratadas com abrasão unidirecional (AU) e abrasão bidirecional (AB) foram realizados. Nessa etapa, somente os adesivos P 110 (epóxi) e E LTX (poliuretano) foram utilizados, conforme resume a Tabela 4. Para cada configuração de ensaio foram considerados 5 resultados. Um dispositivo de ensaio automático (*Positest AT-T)* com *dollys* de 20mm de diâmetro foi utilizado. Para os testes de aderência sob tração no substrato compósito uma chapa de 200 mm x 200 mm x 6.35 mm foi utilizada. Nos ensaios com substrato de geopolímero uma placa de 200 mm x 100 mm x 25-30 mm foi confeccionada em laboratório. A amostra de compósito sanduíche foi produzida com uma placa de geopolímero, conforme dimensões anteriores, e um disco de pultrudado de mesmo diâmetro que o *dolly* (20 mm). A Figura 8-a mostra o diâmetro do *dolly* e o disco de pultrudado para os testes em compósito sanduíche, a Figura 8-b a configuração do teste em substratos de compósito e geopolímero e a Figura 8-c em compósito sanduíche.

Tabela 4 – Testes de aderência (*Pull Off Tests*) em substrato compósito, geopolímero e compósito sanduíche.

Substrato	Adesivo	Tratamento de Superfície
Compósito	P 110 (Epóxi)	AU
		AB
	E LTX (Poliuretano)	AU
		AB
Geopolímero	P 110 (Epóxi)	AU
		AB
	E LTX (Poliuretano)	AU
		AB
Compósito Sanduíche	P 110 (Epóxi)	AU
		AB
	E LTX (Poliuretano)	AU
		AB

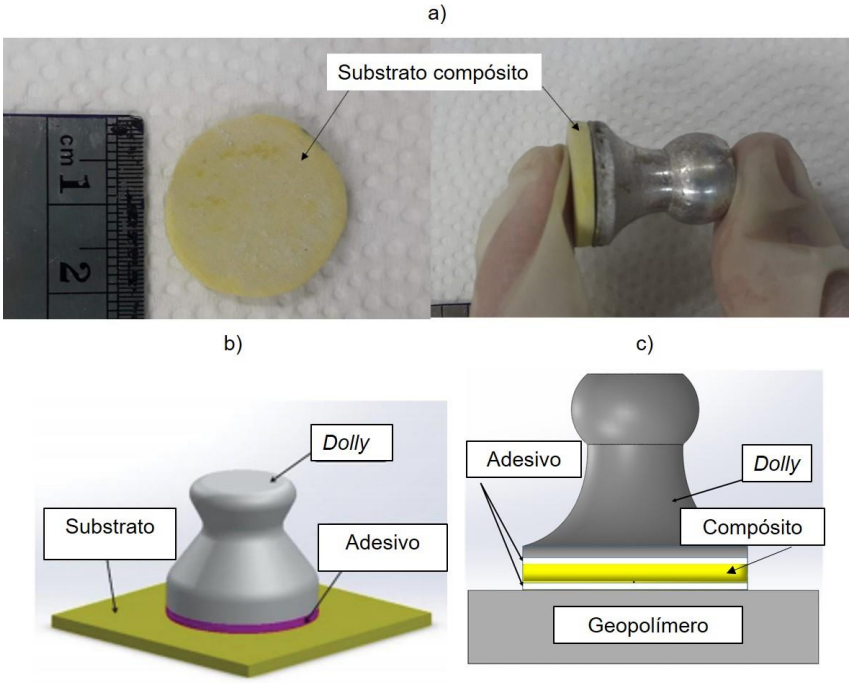


Figura 8 –Teste de aderência (*Pull Off Test)*: a) *Dolly* (20 mm de diâmetro) com disco de pultrudado b) Configuração do teste em substrato compósito e pultrudado c) Configuração do teste em compósito sanduíche.

4- Resultados e Discussões

Neste capítulo serão apresentados os resultados e a discussão dos testes de tração para os quatros adesivos em estudo, a rugosidade 3D de ambos os substratos com e sem tratamento de superfície, bem como os testes de aderência e análise visual das respectivas superfícies de fratura. Os cálculos referentes às médias aqui apresentadas encontram-se detalhados nos apêndices.

4.1 – Propriedades mecânicas dos adesivos

Os adesivos apresentaram comportamento mecânico distinto, conforme mostram as curvas representativas força-deslocamento para os quatro adesivos na Figura 9. O adesivo epóxi P 110 apresentou comportamento frágil e alta resistência mecânica (Figura 10-a), enquanto os adesivos poliuretanos apresentaram comportamento dúctil. O adesivo poliuretano E LTX apresentou resistência mecânica intermediária (Figura 10-b), cerca de 10 vezes maior que o adesivo poliuretano E 300 (Figura 10-c), e 5 vezes superior ao adesivo poliuretano E 1500 (Figura 10-d). Conforme mostra a Figura 11 e a Tabela 5, o adesivo epóxi P 110 e o adesivo poliuretano E LTX suportaram as maiores cargas, em torno de 17 MPa e 12 MPa, respectivamente. Com cargas inferiores, o adesivo poliuretano E 300 suportou 1,1 MPa e o adesivo poliuretano E 1500 2,5 MPa.

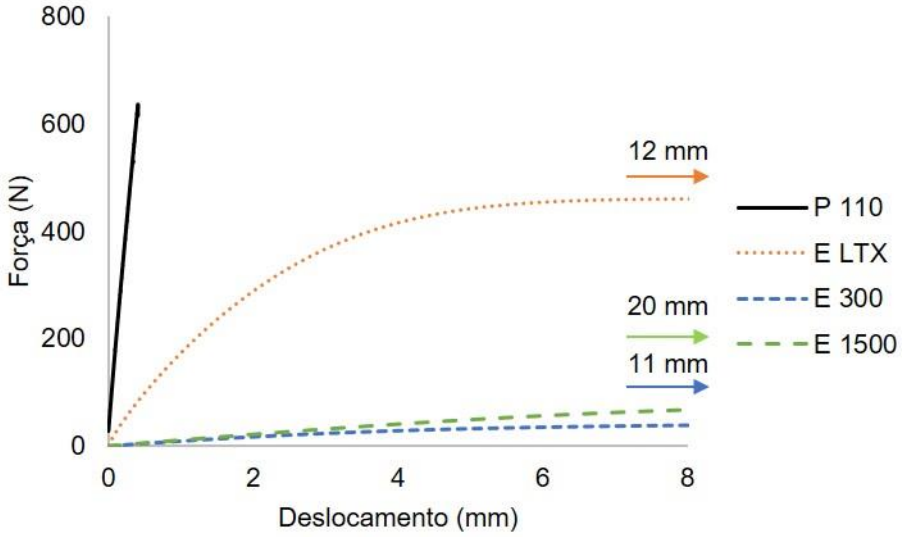


Figura 9 – Teste de tração em amostras de adesivos: curvas representativas força-deslocamento para os quatro adesivos testados.

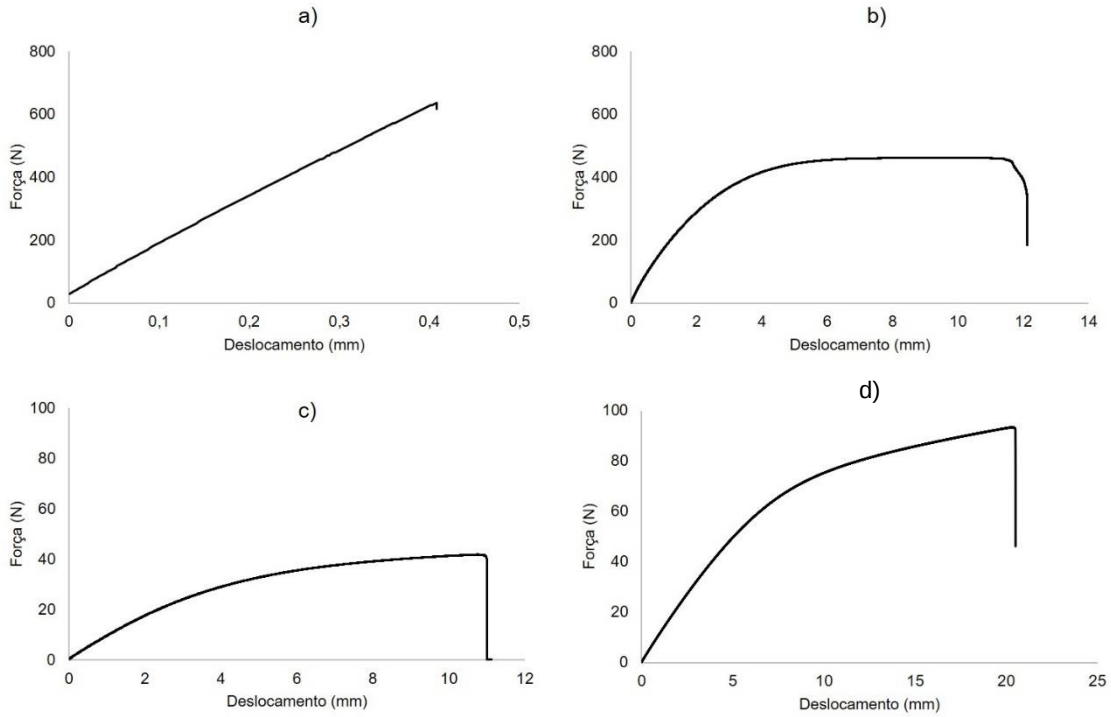


Figura 10 – Teste de tração em amostras de adesivos: curvas força-deslocamento do adesivo epóxi a) P 110 e dos adesivos poliuretanos b) E LTX c) E 300 d) E 1500.

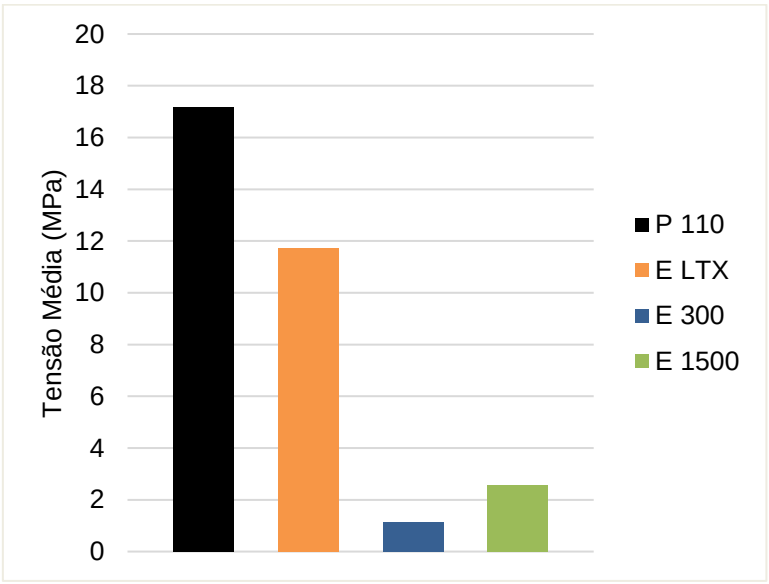


Figura 11 – Teste de tração em amostras de adesivos: tensão média de fratura do adesivo epóxi a) P 110 e dos adesivos poliuretanos b) E LTX c) E 300 d) E 1500.

Tabela 5 – Propriedades mecânica dos adesivos: valores médios obtidos nos testes de tração.

Adesivo	Força Máxima (N)	Deslocamento (mm)	Tensão Máxima (MPa)	Deformação (mm/mm)
P 110 (Epóxi)	636,0 ± 95,62	0,421 ± 0,070	17,17 ± 2,581	0,007 ± 0,001
E LTX (Poliuretano)	434,6 ± 37,49	10,01 ± 0,594	11,73 ± 1,012	0,176 ± 0,010
E 300 (Poliuretano)	41,78 ± 3,611	9,115 ± 1,802	1,128 ± 0,098	0,159 ± 0,032
E 1500 (Poliuretano)	94,41 ± 3,439	19,93 ± 1,139	2,548 ± 0,093	0,349 ± 0,020

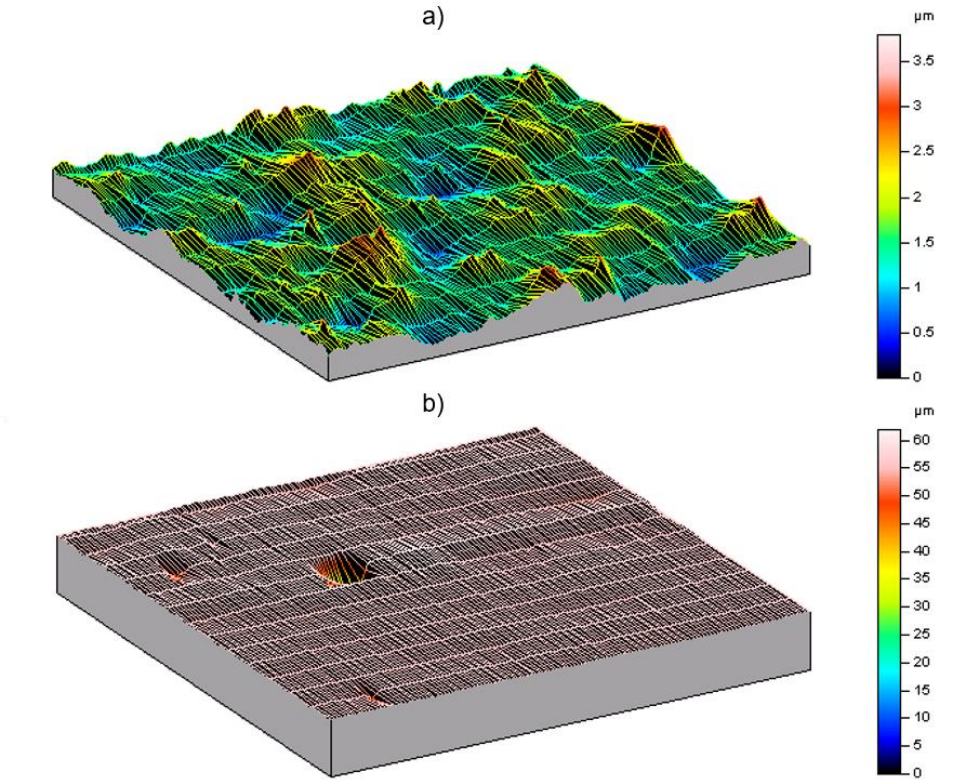
4.2 – Rugosidade

Os parâmetros e o perfil de rugosidade representativos para os substratos de geopolímero e compósito submetidos a tratamento de superfície e não tratados são apresentados, respectivamente, na Tabela 6 e nas Figuras 12 e 13. A escala à direita de cada perfil de rugosidade representa por meio de cores o tamanho de picos e vales.

O tratamento de superfície promoveu aumento significativo na rugosidade para ambos os substratos (Tabela 6), conforme observado nos perfis de rugosidade obtidos para geopolímero não tratado (Figura 12-a), tratado com AU (Figura 12-b) e tratado com AB (Figura 12-c). O perfil de rugosidade do compósito não tratado (Figura 13-a), tratado com AU (Figura 13-b) e tratado com AB (Figura 13-c) mostram a alteração do aspecto da superfície com o tratamento. O tratamento AB resultou em maior rugosidade e uma superfície mais heterogênea. A presença de picos de comprimentos semelhantes entre as diferentes áreas da superfície possibilitou uma transição mais suave, tendendo a aumentar a aderência [47].

Tabela 6 – Parâmetros de rugosidade.

Substrato	Sem tratamento	Tratado - AU	Tratado - AB
		R_a (µm)	
Geopolímero	0,236 ± 0,003	0,727 ± 0,073	3,255 ± 0,276
		R_z (µm)	
	1,395 ± 0,021	5,28 ± 0,52	19,55 ± 2,899
Substrato	**Sem tratamento**	**Tratado - AU**	**Tratado - AB**
		R_a (µm)	
Compósito	0,956 ± 0,008	1,48 ± 0,12	4,01 ± 0,40
		R_z (µm)	
	5,1 ± 0,13	8,97 ± 0,76	23,95 ± 0,212



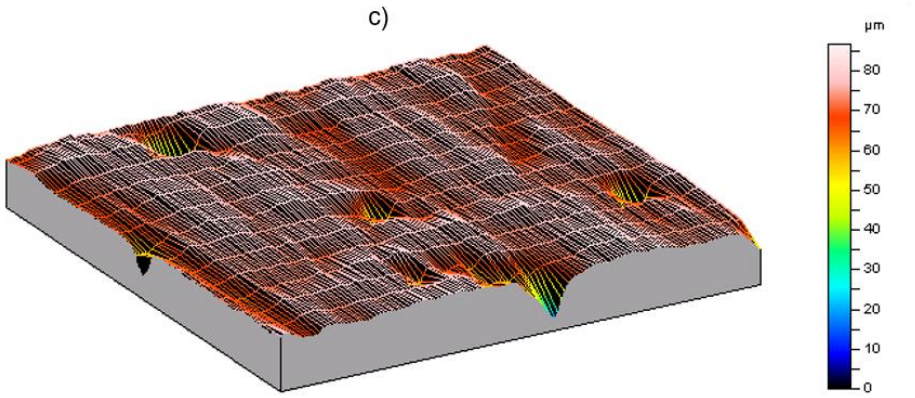
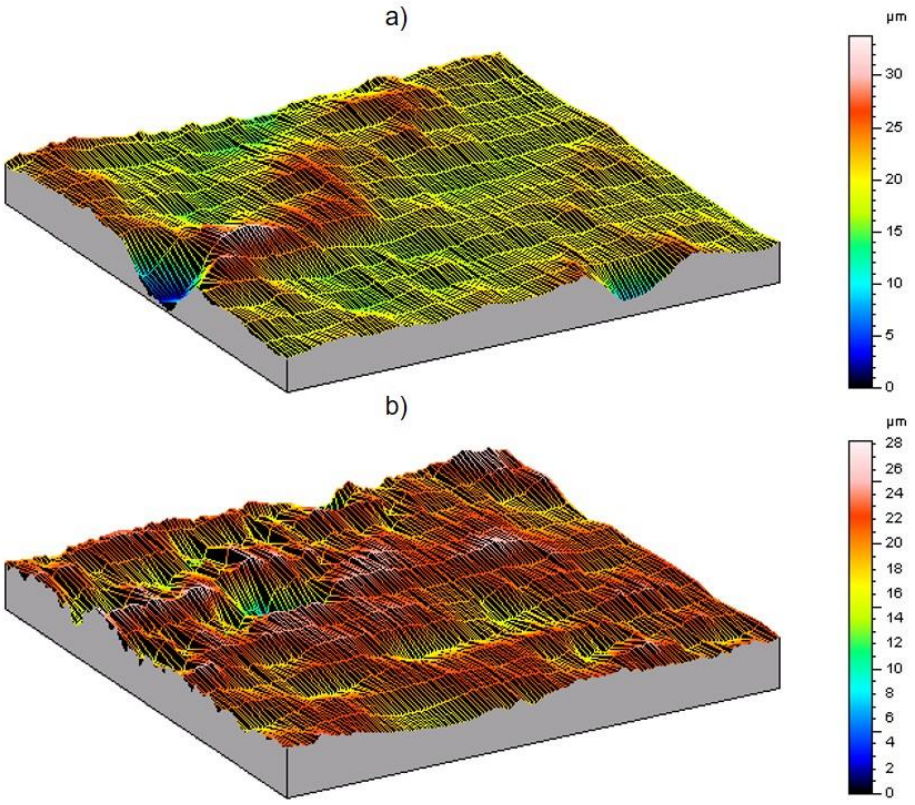


Figura 12 – Rugosidade 3D do geopolímero: a) sem tratamento b) tratado – AU e c) tratado – AB



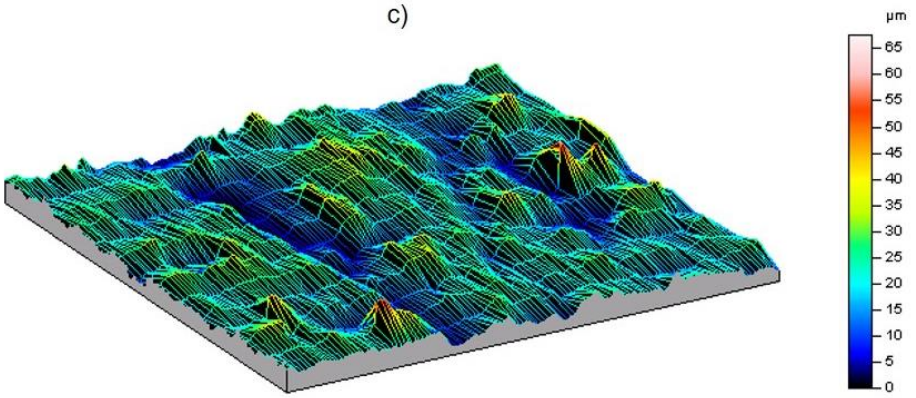


Figura 13 – Rugosidade 3D do compósito: a) sem tratamento b) tratado – AU e c) tratado – AB

4.3 - Testes de aderência

4.3.1 – *Single Lap Joints Tests*

Nesta seção serão apresentados e discutidos a influência do tipo de adesivo e do tratamento de superfície na resistência das juntas coladas de material compósito submetidas ao cisalhamento. A Figura 14 apresenta as curvas força-deslocamento referentes aos testes de cisalhamento para juntas coladas com os quatro adesivos em estudo. Na Tabela 7 são apresentados os valores médios obtidos para cada tratamento de superfície com seus respectivos modos de falha.

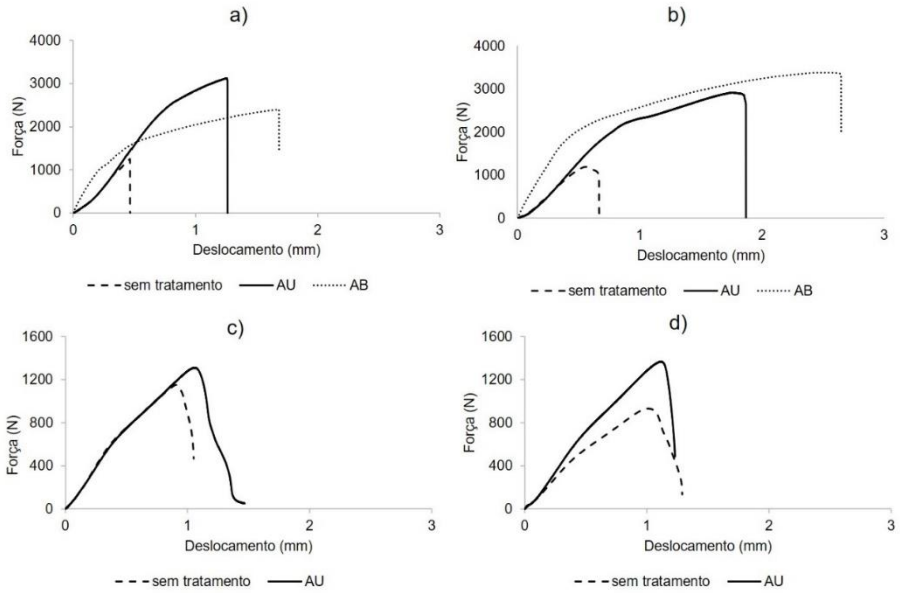


Figura 14 – Teste de aderência (*Single Lap Joints*): curvas representativas força-deslocamento para juntas coladas com o adesivo epóxi a) P 110 e os adesivos poliuretanos b) E LTX c) E 300 e d) E 1500.

A Figura 14-a mostra a curva força-deslocamento para juntas coladas com o adesivo epóxi P 110. Para amostras não tratadas e submetidas a abrasão unidirecional (AU), obteve-se um comportamento semelhante e um aumento significativo na aderência com o tratamento de superfície. Juntas não tratadas suportaram 4,04 MPa (Tabela 7), enquanto juntas tratadas (AU) fraturam sob uma tensão cisalhante de 10,4 MPa (Tabela 7). O aumento na aderência resultou na alteração do modo de falha de adesivo, em juntas não tratadas, (Figura 15-a) para coesivo com pequenas áreas com delaminação (Figura 15-b) em amostras tratadas, indicando a eficiência do tratamento de superfície [28, 29, 47]. A delaminação representa um modo de falha comum em materiais compósitos [46].

Tabela 7 – Resultados do teste de aderência (*Single Lap Joints*) e modo de falha em amostras sem tratamento, tratadas com abrasão unidirecional (AU) e abrasão bidirecional (AB).

Adesivo	Condição de Superfície	Força Máxima (N)	Tensão Cisalhante Máxima (MPa)	Modo de Falha Predominante
P 110 (Epóxi)	Sem tratamento	1321 ± 266,5	4,40 ± 0,89	Adesiva
	AU	3123 ± 159,0	10,41 ± 0,530	Coesiva e delaminação
	AB	2303 ± 204,0	7,68 ± 0,68	Coesiva e adesiva
E LTX (Poliuretano)	Sem tratamento	1345 ± 324,2	4,48 ± 1,08	Adesiva
	AU	2930 ± 289,2	9,77 ± 0,96	Coesiva
	AB	3437 ± 547,2	11,5 ± 1,82	Coesiva
E 300 (Poliuretano)	Sem tratamento	1171 ± 90,53	3,90 ± 0,30	Adesiva
	AU	1190 ± 274,5	3,97 ± 0,91	Coesiva
E 1500 (Poliuretano)	Sem tratamento	934,7 ± 102,9	3,12 ± 0,34	Adesiva
	AU	1241 ± 210,0	4,14 ± 0,70	Coesiva

Amostras submetidas ao tratamento de superfície com abrasão bidirecional (AB) apresentaram alteração no perfil da curva e diminuição na aderência, suportando 7,68 MPa (Tabela 7). O modo de falha predominante observado para juntas submetidas ao tratamento de superfície AB foi coesivo com pequenas áreas com falha adesiva (Figura 15-c). A presença de áreas com falha adesiva indica baixa aderência, enquanto a falha coesiva é desejável pois permitir avaliar a resistência do adesivo e indica boa aderência [2].

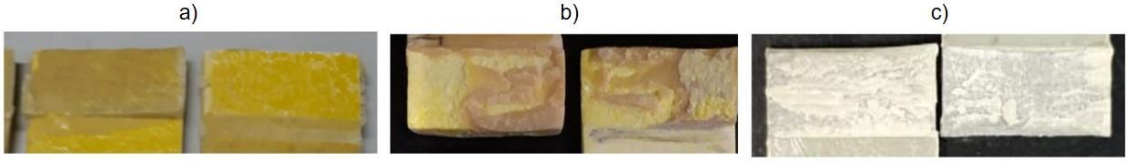


Figura 15 – Testes de aderência (*Single Lap Joints*): superfície de fratura de juntas coladas com adesivo epóxi P 110 a) sem tratamento b) tratada - AU c) tratada – AB.

Comportamento semelhante foi observado nas curvas para amostras coladas com o adesivo poliuretano E LTX (Figura 14-b). Juntas não tratadas romperam sob uma tensão de cerca de 4 MPa (Tabela 7), enquanto amostras submetidas a abrasão unidirecional (AU) suportaram 9,7 MPa (Tabela 7), e com abrasão bidirecional (AB) 11,5 MPa (Tabela 7). Foi observado falha adesiva em juntas não tratadas (Figura 16-a) e coesiva em juntas tratadas (Figuras 16-b e 16-c), o que indica aumento na aderência. Considerando o desvio padrão, ambos os tratamentos de superfície para o compósito colado com o adesivo poliuretano E LTX apresentaram a mesma eficácia.

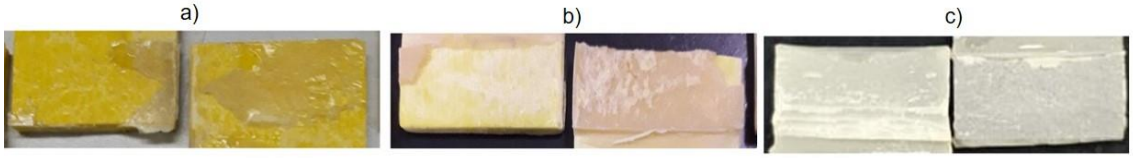


Figura 16 – Testes de aderência (*Single Lap Joints*): superfície de fratura de juntas coladas com adesivo poliuretano E LTX a) sem tratamento b) tratada - AU c) tratada – AB.

Os adesivos poliuretano E 300 e E 1500 apresentaram comportamento similar, ver Figuras 14-c e 14-d, sem alterações significativas na aderência com o tratamento de superfície. Juntas coladas com o adesivo E 300 suportaram 3,90 MPa sem tratamento e 3,97 MPa com abrasão unidirecional (AU), conforme mostra a Tabela 7. O modo de falha mudou de adesivo (Figura 17-a) em juntas coladas não tratadas para coesivo após o tratamento AU (Figura 17-b). Para o adesivo poliuretano E 1500 amostras não tratadas suportaram 3,12 MPa (Tabela 7) e fraturaram de modo adesivo (Figura 18-a), enquanto amostras tratadas com AU suportaram 4,14 MPa (Tabela 7) e tiveram falha coesiva (Figura 18-b).



Figura 17 – Testes de aderência (SLJ): superfície de fratura de juntas coladas com adesivos poliuretanos E 300 a) sem tratamento b) tratada.



Figura 18 – Testes de aderência (SLJ): superfície de fratura de juntas coladas com adesivos poliuretanos E 1500 a) sem tratamento b) tratada – AU.

Devido aos resultados inferiores dos testes de tração com os adesivos e nos testes de cisalhamento com substrato compósito, os adesivos poliuretano E 300 e E 1500 não foram utilizados nas etapas seguintes desta pesquisa. Também não foram realizados testes de aderência (*Pull Off Tests*) em substratos não tratados devido à baixa aderência observada e descrita anteriormente.

4.3.2 – *Pull Off Tests*

Nesta seção são apresentados os resultados para os testes de aderência sob tração e suas respectivas superfícies de fratura. O substrato de material compósito e o geopolímero foram submetidos a tratamento de superfície (abrasão unidirecional – AU e abrasão bidirecional – AB) e colados com adesivo epóxi P 110 e com adesivo poliuretano E LTX. Testes em compósito sanduíche também foram realizados sob as mesmas condições. Todos resultados são apresentados na Tabela 8 a seguir e discutidos ao longo desta seção.

Tabela 8 – Resultados dos testes de aderência sob tração (*pulloff*) de acordo com o substrato, adesivo e tratamento de superfície.

Substrato	Adesivo	Condição de Superfície	Tensão Máxima (MPa)	Modo de Falha Predominante
Compósito	P 110 (Epóxi)	AU	4,18 ± 0,32	Coesiva
		AB	4,52 ± 0,46	Coesiva
	E LTX (Poliuretano)	AU	13,48 ± 0,57	Coesiva
		AB	8,71 ± 1,91	Coesiva
Geopolímero	P 110 (Epóxi)	AU	8,31 ± 1,67	Substrato
		AB	5,63 ± 0,65	Substrato
	E LTX (Poliuretano)	AU	2,42 ± 0,28	Adesiva
		AB	5,12 ± 0,58	Adesiva
Compósito Sanduíche	P 110 (Epóxi)	AU	5,93 ± 0,28	Substrato
		AB	7,22 ± 1,01	Substrato
	E LTX (Poliuretano)	AU	2,31 ± 0,47	Substrato
		AB	3,02 ± 0,32	Substrato

4.3.2.1 – Substrato compósito

No substrato compósito colado com adesivo epóxi P 110 a tensão de fratura para amostras submetidas ao tratamento AU foi de 4,18 MPa (Tabela 8) com modo de falha predominantemente coesivo (Figura 19-a). Para o tratamento AB não houve aumento significativo da aderência, uma vez que a tensão de fratura foi de 4,52 MPa (Tabela 8) com modo de falha misto, predominando a falha coesiva com pequenas áreas de delaminação (Figura 19-a). Considerando o desvio padrão, não houve aumento na aderência com alteração da rugosidade. As falhas em pequenas áreas por delaminação podem ser devido a defeitos no substrato, uma vez que as falhas foram superficiais.

Uma tensão de fratura de 13,48 MPa (Tabela 8) e modo de falha misto, com predominância de áreas coesivas e pequenas regiões com delaminação (Figura 19-b), foi observada no substrato compósito colado com adesivo poliuretano E LTX e tratado com abrasão unidirecional (AU), indicando colagem adequada na interface substrato compósito-adesivo [2]. Para o mesmo adesivo, o tratamento com abrasão bidirecional (AB) resultou numa tensão de 8,71 MPa (Tabela 8) e falha do tipo coesiva (Figura 19-b). A diminuição da tensão de fratura para o tratamento com AB pode estar relacionado

a defeitos internos na camada adesiva, uma vez que falha coesiva foi observada para o tratamento com abrasão unidirecional (UA) sob tensões superiores. Ou ainda, áreas com falha adesiva podem não ter sido identificada pela inspeção visual, pois falha adesiva tende a diminuir a tensão de fratura. A presença de falha adesiva pode estar relacionada a dificuldade do adesivo, de cura rápida, de preencher todas as cavidades presentes na superfície do substrato com maior rugosidade e garantir a ancoragem mecânica adequada [50].

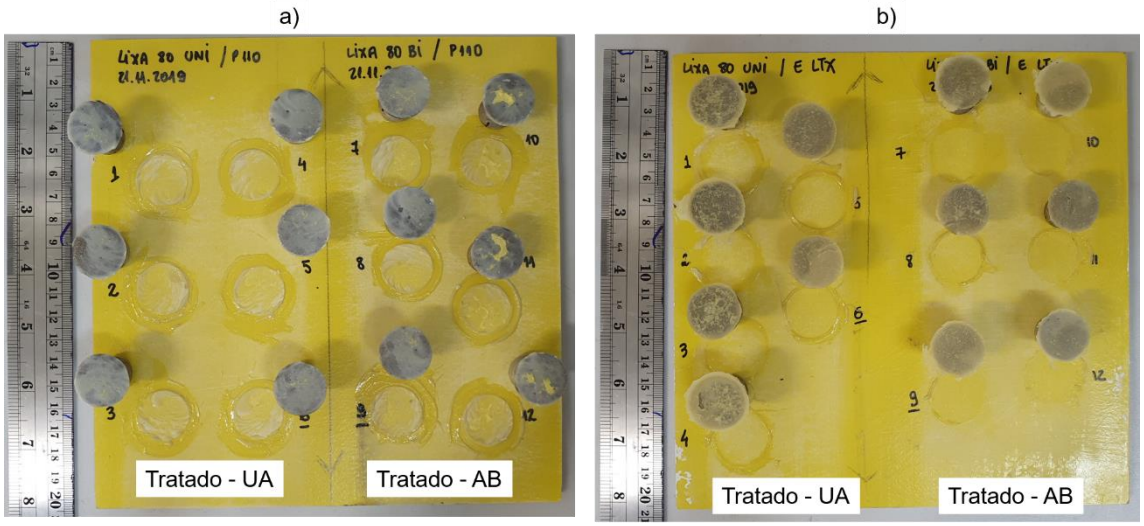


Figura 19 – Superfície de fratura substrato compósito a) colado com adesivo epóxi P 110 e b) colado com adesivo poliuretano E LTX.

4.3.2.2 – Substrato geopolímero

Para o substrato de geopolímero colado com adesivo epóxi P 110 e submetido ao tratamento com abrasão unidirecional (AU) foi alcançada uma tensão de fratura de 8,31 MPa (Tabela 8) com falha no substrato (Figura 20-a), indicando eficiência do tratamento de superfície [51]. O tratamento com abrasão bidirecional (AB) para o mesmo adesivo resultou numa tensão de fratura inferior, 5,63 MPa (Tabela 8), e mesmo modo de falha (Figura 20-b). A menor resistência do substrato pode ser devido a defeitos internos não visíveis pela inspeção visual. Ou ainda, devido a diferença no tempo de cura. Maiores períodos de cura tendem a aumentar a resistência do geopolímero devido ao processo de geopolimerização [19,52]. Os resultados para geopolímero colado com adesivo poliuretano E LTX foram inferiores aos obtidos com adesivo epóxi P 110. O tratamento AU resultou numa tensão de fratura de 2,42 MPa (Tabela 8) e modo de falha adesivo (Figura 20-a). Para o tratamento AB foi observada uma tensão máxima de 5,12 MPa (Tabela 8) e modo de falha misto, com predominância de regiões com falha adesiva

e pequenas áreas de falha coesiva (Figura 20-c).

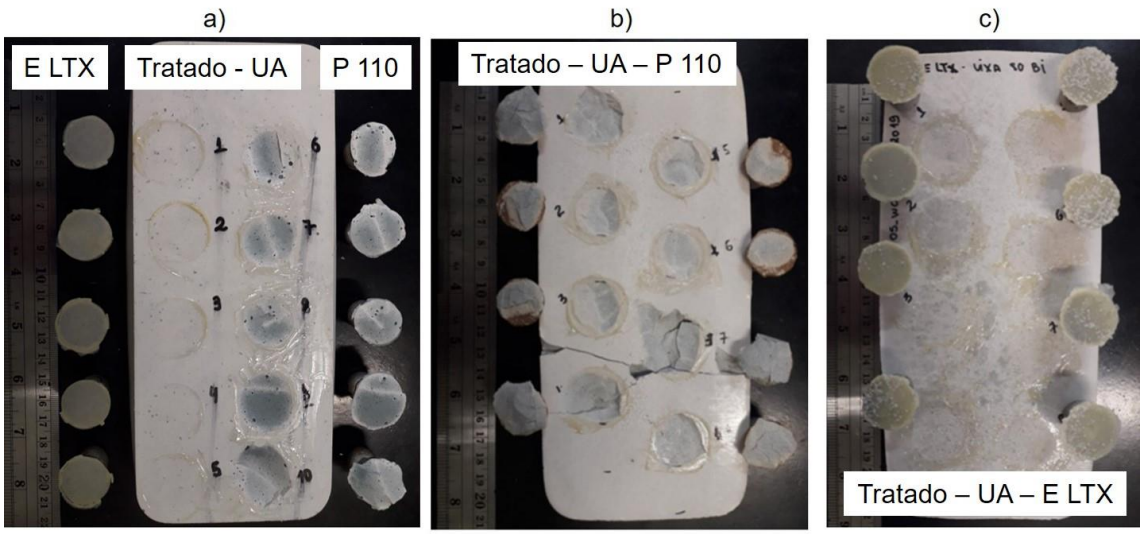


Figura 20 – Superfície de fratura substrato geopolímero a) tratado - AU e colado com adesivo epóxi P 110 e poliuretano E LTX, b) colado com adesivo epóxi P 110 e tratado - AB e c) colado com adesivo poliuretano E LTX e tratado com AB.

4.3.2.3 – Compósito sanduíche

No compósito sanduíche maior aderência foi alcançada para o adesivo epóxi P 110 colado em substrato tratado com abrasão bidirecional (AB), para o qual uma tensão média de fratura de 7,22 MPa foi alcançada. Nesse caso, a maior rugosidade resultante do tratamento AB do substrato promoveu maior aderência do adesivo epóxi [50]. Adesivos epóxi são mais utilizados para colagem de concreto [52,54], mas tendem a ser susceptíveis a defeitos internos [53]. A falha ocorreu de modo misto, com maiores áreas com falha no substrato (geopolímero) e regiões com falha adesiva na interface geopolímero-adesivo (Figura 21-a). Para o mesmo adesivo o tratamento com abrasão unidirecional (AU) resultou numa tensão de fratura de 5,93 MPa com características de falha semelhantes, no entanto, com maiores regiões com falha adesiva (Figura 21-a).

No caso do adesivo poliuretano E LTX para o tratamento AU e AB a fratura ocorreu sob uma tensão de, respectivamente, 2,31 MPa e 3,02 MPa, ambas com falha do substrato (Figura 21-b), o que indica que houve aderência adequada [52]. Entretanto, nos testes com o substrato geopolímero, para o mesmo adesivo, a falha se deu de modo adesivo com cargas acima de 2,42 MPa. Indicando que nos testes com compósito sanduíche o substrato de geopolímero apresentou resistência mecânica abaixo do esperado. A baixa resistência do substrato pode ser devido a maior porcentagem de

água adicionada na homogeneização da amostra, o que tende a diminuir a resistência mecânica. A Figura 22-a mostra a superfície de fratura para falha no substrato geopolímero com 5% de água destilada na composição e a Figura 22-b com 10% de água destilada. A Figura 22-b apresenta uma aparência menos compactada.

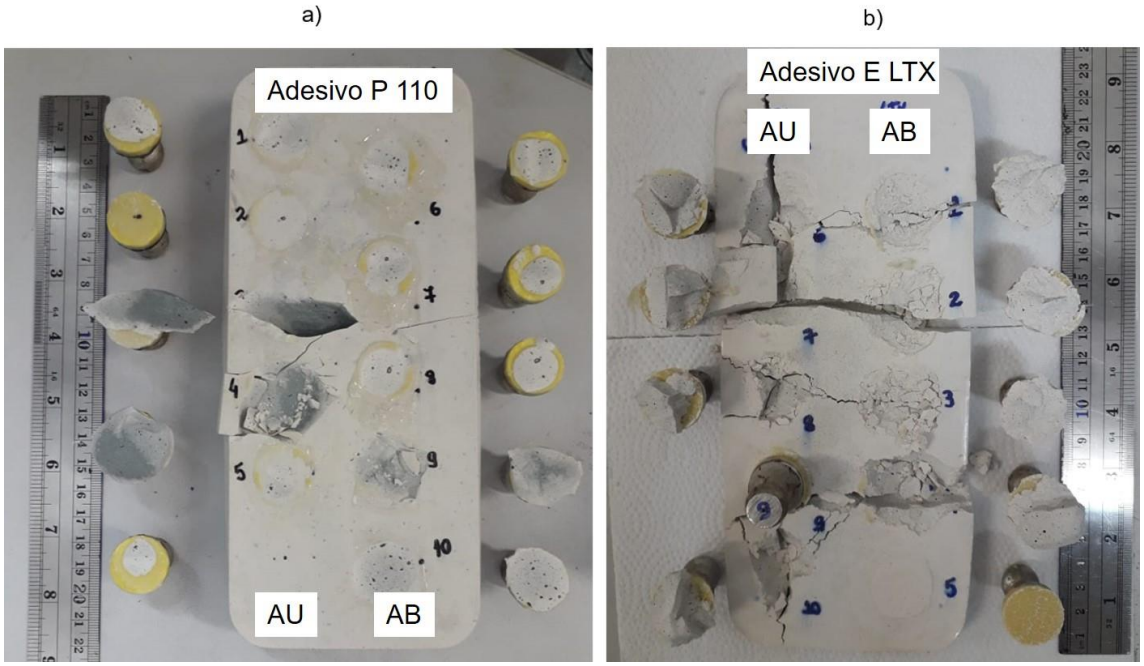


Figura 21 – Superfície de fratura substrato compósito sanduíche tratado - AU e AB colado com adesivos a) epóxi P 110 e b) poliuretano E LTX.

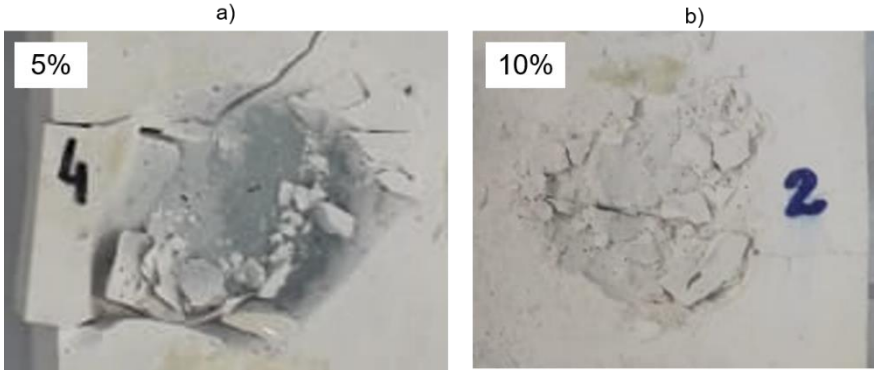


Figura 22 – Aspecto da superfície de fratura do geopolímero fabricado com diferentes percentuais de água destilada a) 5% e b) 10%.

O tratamento de superfície promoveu aumento da rugosidade e alteração no perfil da superfície de ambos os substratos, influenciando o processo de aderência [24], conforme verificado nos testes. O comportamento frágil observado nos testes de tração do adesivo epóxi e dúctil para os adesivos poliuretanos corresponde ao observado na

literatura [48]. Apesar dos resultados satisfatórios obtidos, resultados superiores para aderência de substratos compósitos colados com adesivos epóxis foram encontrados na literatura [6], confirmando a influência de parâmetros de colagem na aderência [6, 48]. Adesivos epóxi são amplamente utilizados devido a sua aderência a diferentes substratos, conforme observado nos testes com geopolímero [53,54].

Conclusões

Nesta pesquisa foi estudado por meio de testes de aderência a influência do tipo de adesivo e tratamento de superfície na colagem de substratos geopolímero e material compósito pultrudado. A principal motivação foi a substituição de grades de piso de aço, susceptíveis à corrosão, por grades de piso de material compósito protegidas por placa antichama de geopolímero. Adesivos epóxi e poliuretano foram utilizados e suas propriedades mecânicas obtidas por meio de testes de tração. O adesivo epóxi P 110 suportou as maiores tensões e apresentou comportamento frágil. Os adesivos poliuretano (E LTX, E 300 e E 1500) mostraram comportamento dúctil, sendo o adesivo E LTX capaz de suportar as maiores cargas. A superfície dos substratos foi tratada com abrasão unidirecional (AU) e abrasão bidirecional (AB). Ambos os tratamentos promoveram aumento na rugosidade, no entanto, mais expressiva para o tratamento com AB. Com respeito aos testes de aderência, as seguintes conclusões podem ser feitas:

- Nos testes de aderência sob cisalhamento (*single lap joints*) com substrato compósito, para os adesivos epóxi P 110 e poliuretano E LTX o tratamento superficial promoveu significante aumento na aderência com alteração no modo de falha. Para o adesivo epóxi P 110, melhores resultados foram obtidos em juntas coladas tratadas com AU. No caso do adesivo E LTX, o tratamento com AB mostrou melhores resultados.

- Os testes de aderência sob tração (*pull off*) foram realizados em substrato compósito, geopolímero e compósito sanduíche. Para o substrato compósito, maior aderência foi alcançada para o adesivo poliuretano E LTX e superfície tratada com AU. No substrato geopolímero, o adesivo epóxi P 110 colado sobre uma superfície tratada com AU suportou as maiores cargas. No compósito sanduíche, maior aderência foi alcançada para o adesivo epóxi P 110 colado em superfície tratada com AB.

- Com base nos resultados obtidos nos testes de cisalhamento, o substrato de material compósito submetido a abrasão manual colado com os adesivos epóxi P 110 e poliuretano E LTX apresenta alta resistência. No entanto, comportamento distinto foi observado nos testes de aderência sob tração (*Pull*

Off Tests), com falha coesiva sob baixas tensões para o adesivo epóxi P 110. Entretanto, nos testes de aderência sob tração para o mesmo adesivo com substrato geopolímero e compósito sanduíche ocorreu falha no substrato sob tensões superiores. Com isso, entende-se que nos testes de aderência sob tração com o substrato de material compósito o adesivo foi submetido a condições que diminuíram suas propriedades mecânicas, resultando na falha coesiva sob baixas tensões. Apesar dos testes de aderência sob tração com substrato de material compósito não terem sido repetidos, os demais resultados mostraram que ambos os adesivos, epóxi P 110 e poliuretano E LTX, apresentam boa aderência ao substrato tratado com abrasão manual e submetido a tensões de cisalhamento e de tração.

- O adesivo poliuretano E LTX apresentou baixa aderência ao substrato de geopolímero tratado de geopolímero com modo de falha predominantemente adesivo. Para o adesivo epóxi P 110 e superfície tratada com AU foi obtida boa aderência e falha do geopolímero. O mesmo comportamento foi observado nos testes com compósito sanduíche.

Considerando os materiais e as condições de testes empregadas neste trabalho, a utilização de placas antichama de geopolímero coladas a grades de piso de material compósito em substituição de materiais convencionais pode ser uma alternativa viável. No entanto, trata-se de um estudo com matéria-prima nacional, que, até onde se tem conhecimento, pioneiro neste contexto. Sendo assim, é de extrema importância estabelecer métodos de fabricação para as grades de piso pultrudadas e determinar resistência mecânicas das mesmas. Em adição, torna-se fundamental a realização de testes adicionais, tais como estudos de incêndio e dispersão de gases, para execução do projeto aqui proposto e afirmação da segurança e funcionalidade.

Sugestões para trabalhos futuros

Para o projeto desenvolvido nesta pesquisa, placas de geopolímero coladas a grades de piso produzidas em material compósito pultrudado como de proteção barreira térmica, sugere-se para trabalhos futuros:

- Estudo de interações da estrutura química dos substratos para melhor entendimento dos processos de aderência e adesão.

- Adição de aditivos para otimização dos mecanismos de aderência e adesão tanto na resina polimérica utilizada na pultrusão dos perfis pultrudados quanto na manufatura do geopolímero.

- Realização de ensaios mecânicos para avaliação da carga suportada pelo componente grade de piso pultrudada-placa de geopolímero e testes de chama para determinar a capacidade de resistência à jatos de fogo do geopolímero

Buscando ampliar a utilização das grades de piso pultrudadas em locais onde a resistência à jatos de fogo e à circulação de gases é imprescindível, propõe o estudo da utilização do geopolímero como uma camada de proteção térmica aplicada diretamente ao compósito pultrudado.

Referências

[1] PASSOS, A. C. V. **Estudo do comportamento mecânico de juntas coladas de material pultrudado**. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia dos Materiais) – Instituto Politécnico do Rio de Janeiro, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Nova Friburgo, 2016.

[2] Joshi, S. C., *Manufacture Techniques for Polymer Matrix Composites* (Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2012), pp. 381-413.

[3] Lining Ding, Xia Liu, Xin Wang, Hongjiao Huang, Zhishen Wu, Mechanical properties of pultruded basalt fiber-reinforced polymer tube under axial tension and compression, *Construction and Building Materials* (2018), https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.05.036.

[4] Xing Zhao, Xin Wang, Zhishen Wu, Jin Wu, Experimental study on effect of resin matrix in basalt fiber reinforced polymer composites under static and fatigue loading, *Construction and Building Materials* (2020), https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118121.

[5] K. Balasubramanian, Mohamed T.H. Sultan and N. Rajeswari, *Sustainable Composites for Aerospace Applications* (Woodhead Publishing, 2018), pp. 55-67.

[6] Stazi F, Giampaoli M, Rossi M, Munafò P, Environmental ageing on GFRP pultruded joints: Comparison between different adhesives (2015), *Composite Structures*, http://dx.doi.org/10.1016/j.compsruct.2015.07.067.

[7] A. Godat *et al*, Use of FRP pultruded members for electricity transmission towers, *Composite Structures* (2013), https://dx.doi.org/10.1016/j.compstruct.2013.05.025.

[8] Morgado T, Correia J R, Silvestre N, Branco F A, Experimental study on the fire resistance of GRRP pultruded tubular beams (2018), *Composites Part B*, https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.11.036.

[9] Aziz *et al,* Manufacturing parameters influencing fire resistance of geopolymers: A review (2017), *J Materials: Design and Applications*, DOI: 10.1177/1464420716668203.

[10] S. Luhar, S. *et al*, Development of rubberized geopolymer concrete: Strength and durability studies (2019), *Construction and Building Materials*, https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.01.185.

[11] Deshmukh K, Parsai R, Anshul A, Singh A, Bharadwaj P, Gupta R, Mishra D, Amriphale S S, Studies on fly ash based geopolymeric material for coating on mild steel by paint brush technique, *International Journal of Adhesion and Adhesives* (2017), http://dx.doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2017.03.002 .

[12] Davidovits J. 2015. False values on CO2 emission for geopolymer cement/concrete published in scientific papers, Technical Paper #24. Geopolymer Institute Library. Disponível em: www.geopolymer.org.

[13] da Silva, K. C. G. **Potencial de Ativação Alcalina de Materiais Residuais Aluminosilicosos no Desenvolvimento de Matrizes Cimentícias**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Centro de Tecnologia, Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2008.

[14] Tom Glasby, John Day, Russell Genrich and James Aldred. EFC Geopolymer Concrete Aircraft Pavements at Brisbane West Wellcamp Airport. Concrete 2015 Conference, Melbourne Australia 2015. Disponível em: www.geopolymer.org.

[15] de Souza, J. D. R. B. **Estudo das propriedades adesivas de geopolímero a base de metacaulinita aplicado na colagem de superfícies metálicas**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Centro de Tecnologia, Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2013.

[16] Lahoti M, Tan K H, Yang E-H, A critical review of geopolymer properties for structural fire-resistance applications, *Construction and Building Materials* (2019), https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.06.076.

[17] CORREIA, E. A. S. **Compósitos de Matriz Geopolimérica Reforçados com Fibras Vegetais de Abacaxi e de Sisal**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Paraíba, João Pessoa, 2011.

[18] J. Davidovits, (2013), Geopolymer Cement a review, published in Geopolymer Science and Technics, Technical Paper #21, Geopolymer Institute Library, www.geopolymer.org

[19] Vijaya Rangan B. Geopolymer concrete for environmental protection. Indian Concrete J. 2014;88(4):41–48.

[20] S. De Barros, J. R. De Souza, K. C. Gomes, E. M. Sampaio, N. P Barbosa & S. M. Torres (2012) Adhesion of Geopolymer Bonded Joints Considering Surface Treatments, *The Journal of Adhesion*, 88:4-6, 364-375, DOI: 10.1080/00218464.2012.660075.

[21] Davidovits J, et al. 1996. Fire response of geopolymer structural composites. Proceedings of the First International Conference on Fiber Composites in Infrastructure. p. 972–981.

[22] Ascione, L., Caron, J.-.F., Godonou, P., et al., 2016. Prospect For New Guidance in the Design of FRP. EUR 27666 EN doi:10.2788/22306.

[23] Keller T, Tirelli T, Fadigue behavior pf adhesively connected pultruded GFRP

profiles (2004), *Composite Structures*, doi: 10.1016/j.compstruct.2003.10.008.

[24] D Ungureanu *et al* 2018 *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. and Eng.* **400** 032011.

[25] S. Budhe, M.D. Banea, S. de Barros & L.F.M da Silva, An updated review of adhesively bonded joints in composite materials (2017)*, International Journal of Adhesive and Adhesives*, https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2016.10.010.

[26] A.C. Passos, M.M. Arouche, R.A.A. Aguiar, H.R.M. Costa & S. de Barros, E.M. Sampaio (2021) Adhesion of epoxy and polyurethane adhesives in pultruded composite material. *Journal of Advanced Joining Processes*, 3, 100045, DOI: 10.1016/j.jajp.2021.100045.

[27] Zhang, Y., Vassilopoulos A, P., Keller, T, 2009. Environmental effects on fatigue behavior of adhesively-bonded pultruded structural joints. *Compos. Sci. Technol*. 69 (7–8), 1022–1028. doi:10.1016/j.compscitech.2009.01.024.

[28] A. Ghumatkar *et al*, Influence of Adherend Surface Roughness on the Adhesive Bond Strength (2016), *Latin American Journal of Solids and Structures*, http://dx.doi.org/10.1590/1679-78253066.

[29] Anna Guzanová, Janette Brezinová, Dagmar Draganovská & František Jaš (2014) A study of the effect of surface pre-treatment on the adhesion of coatings, *Journal of Adhesion Science and Technology*, 28:17, 1754-1771, DOI: 0.1080/01694243.2014.920762.

[30] João M Sousa, João R Correia, João P Firmo, Susana Cabral-Fonseca, Effects of thermal cycles on adhesively bonded joints between pultruded GFRP adherends (2018), *Composite Structures*, https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2018.02.081.

[31] Marouen Hamdi, Mohamed Nasr Saleh & Johannes A. Poulis (2020) Improving the adhesion strength of polymers: effect of surface treatments, *Journal of Adhesion Science and Technology*, 34:17, 1853-1870, DOI: 10.1080/01694243.2020.1732750.

[32] Ascione, F., 2009. Mechanical behaviour of FRP adhesive joints: a theoretical model. *Compos. Part B* 40 (2), 116–124. doi:10.1016/j.compositesb.2008.11.006.

[33] Souza JM, Correia JR, Gonilha J, et al. Durability of adhesively bonded joints between pultruded GFRP adherends under hygrothermal and natural ageing. *Compos Part B*. 2019; 158: 475–488.

[34] ABNT NBR 15708 (2014), Indústria do petróleo e gás natural – perfis pultrudados – parte 3: grades de piso, Associação Brasileira de Normas Técnicas.

[35] Incropera, F. P. *et al*, *Fundamentos da Transferência de Calor e de Massa* (LTC, 2008), pp 3839.

[36] Geo-Pol. Propriedades do cimento geopolímero. Acesso em julho de 2018.

Disponível em: http:// www.geopol.com.br/default.asp?area=08&pag=3&pro=1.

[37] Pultrusão do Brasil. Densidade do material compósito pultrudado. Acesso em outubro de 2020. Disponível em: http://www.pultrusao.com.br/?pg=alb.

[38] Dustre. Densidade aço duplex. Acesso em setembro de 2020. Disponível em: Aço Super Duplex 2507 - F53 | Dustre Ligas Especiais - Fabricação e Distribuição.

[39] A. C. Passos, M. M. Arouche, R. A. A. Aguiar, H. R. M. Costa, S. de Barros, E. M. Sampaio (2020), Adhesion of epoxy and polyurethane adhesives in pultruded composite material, *Journal of Advanced Joining Process*, DOI: 10.1016/j.jajp.2021.100045.

[40] Ana Passos, Ricardo de Aguiar, Hector Costa, Eduardo Sampaio & Silvio de Barros (2020): Adherence of geopolymer and pultruded composite substrates: influence of adhesive type and surface treatment, Journal of Adhesion Science and Technology, DOI: 10.1080/01694243.2020.185924.

[41] Masterpol. Adesivos estruturais. Acesso em julho de 2020. Disponível em: masterpol.com.br/index.php/adesivos/index.

[42] Rudawska, A., 2019. Surface Treatment in Bonding Technology. Elsevier, pp. 87–128.

[43] ASTM D638-14, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014, www.astm.org.

[44] ASTM D1002-10(2019), Standard Test Method for Apparent Shear Strength of Single-Lap-Joint Adhesively Bonded Metal Specimens by Tension Loading (Metal-to-Metal), ASTM International, West Conshohocken, PA, 2019, www.astm.org.

[45] ASTM D3163-01(2014), Standard Test Method for Determining Strength of Adhesively Bonded Rigid Plastic Lap-Shear Joints in Shear by Tension Loading, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014, www.astm.org.

[46] ASTM D4541-17, Standard Test Method for Pull-Off Strength of Coatings Using Portable Adhesion Testers, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017, www.astm.org.

[47] Ungureanu, D., Țăranu, N., Isopescu, D-N, et al., 2018a. Failure particularities of adhesively bonded joints between pultruded GFRP composite profiles. IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng. 400, 032011. doi:10.1088/1757-899X/400/3/032011.

[48] da Silva, L.F.M., Rodrigues, T.N.S.S., Figueiredo, M.A.V., et al., 2006. Effect of adhesive type and thickness on the lap shear strength. J. Adhes. 82 (11), 1091–1115. doi:10.1080/00218460600948511.

[49] Arouche, M.M., Teixeira de Freitas, S., de Barros, S., 2021. On the influence of glass fiber mat on the mixed-mode fracture of composite-to-metal bonded joints. Compos. Struct. 256, 113109. doi:10.1016/j.compstruct.2020.113109.

[50] Sundriyal P, Pandey M, Bhattacharya S. Plasma-assisted surface alteration of industrial polymers for improved adhesive bonding. Int J Adhes Adhes. 2020;101:102626.

[51] Tayeh BA, Bakar BHA, Johari MAM, et al. The relationship between substrate roughness parameters and bond strength of ultra high performance fiber concrete. J Adhes Sci Technol. 2013;27(16):1790–1810.

[52] Luhar S, Chaudhary S, Luhar I, et al. Development of rubberized geopolymer concrete: strength and durability studies. Constr Build Mater. 2019;204:740–753.

[53] Mikami C, Wu H-C, Elarbi A, Effect of hot temperature on pull-off strength of FRP bonded concrete, *Construction and Building Materials* (2015), http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.05.013.

[54] Fazli H, Mohd Yassin AY, Shafiq N, et al. Pull-off testing as an interfacial bond strength assessment of CFRP-concrete interface exposed to a marine environment. Int J Adhes Adhes. 2018;84:335–342.

APÊNDICE 1 – Cálculo do peso das grades de piso

Para cálculo da área da seção transversal do perfil "I" (AP), Figura 4, foram consideradas em três áreas:

AP = A_1 + A_2 + A_3, onde A_1 e A_2 corresponde aos retângulos horizontais superior e inferior, respectivamente, e A_3 ao retângulo vertical.

AP = (25.5) + (22.5) + (28.5)

AP = 375 mm².

Considerando um perfil de 1200 mm de comprimento, temos que o volume do perfil (VP) é dado por:

VP = AP x h, onde h = 1200 mm

VP = 375 x 1200

VP = 45.10^4 mm³.

Considerando a densidade do pultrudado, o peso de cada perfil pultrudado (PP) será:

PP = ρ x VP, onde ρ = 1,94 g/cm³ e VP = 450 cm³

PP = 1,94 x 450

PP = 873 g.

Para uma grade de piso pultrudada com 24 perfis "I", o peso total (PG) será: PG = 24 x 0,873 = 20,9 kg.

Para a placa de geopolímero de 1200 mm x 1200 mm x 10mm, o volume da placa de geopolímero (VG) será de:

VG = 1200 x 1200 x 10

VG = 144.10^5 mm³

VG = 144.10^2 cm³

Sabendo a densidade do geopolímero (1.96) g/cm³, calculamos o peso de cada placa de geopolímero (PG):

PG = 1,96 x 14400 = 28224g.

PG = 28,2 kg

A placa de geopolímero irá pesar 28,2 kg. Ou seja, uma grade de piso com uma placa de geopolímero pesará 49,1 kg. Com duas placas, 77,3 kg.

Para a grade de piso de aço, com densidade igual a 7,8 g/cm³, o peso total será (PA):

PA = VP x 24 x ρ

PA = 450 x 24 x 7,8 = 84,24 kg

APÊNDICE 2 – Resultados: propriedades mecânicas dos adesivos

Tabela 9 - Propriedades mecânicas do adesivo epóxi P 110.

ADESIVO EPÓXI P 110		
Amostra	**Força (N)**	**Tensão (MPa)**
1	781,0	21,08
4	636,6	17,18
5	661,5	17,85
7	562,7	15,19
8	538,4	14,53
Média	**636,0 ± 95,62**	**17,17 ± 2,581**
ADESIVO POLIURETANO E LTX		
Amostra	**Força (N)**	**Tensão (MPa)**
1	408,0	11,01
2	461,1	12,44
4	desconsiderado	desconsiderado
5	desconsiderado	desconsiderado
6	desconsiderado	desconsiderado
Média	**434,6 ± 37,49**	**11,73 ± 1,012**
ADESIVO POLIURETANO E 300		
Amostra	**Força (N)**	**Tensão (MPa)**
3	47,05	1,27
4	39,01	1,053
5	41,04	1,108
6	40,01	1,08
-	-	-
Média	**41,78 ± 3,611**	**1,128 ± 0,098**
ADESIVO POLIURETANO E 1500		
Amostra	**Força (N)**	**Tensão (MPa)**
2	93,02	2,511
3	92,01	2,483
4	99,01	2,672
5	97,02	2,619
6	91,00	2,456
Média	**94,41 ± 3,439**	**2,548 ± 0,093**

APÊNDICE 2 (continuação) – Resultados: propriedades mecânicas dos adesivos

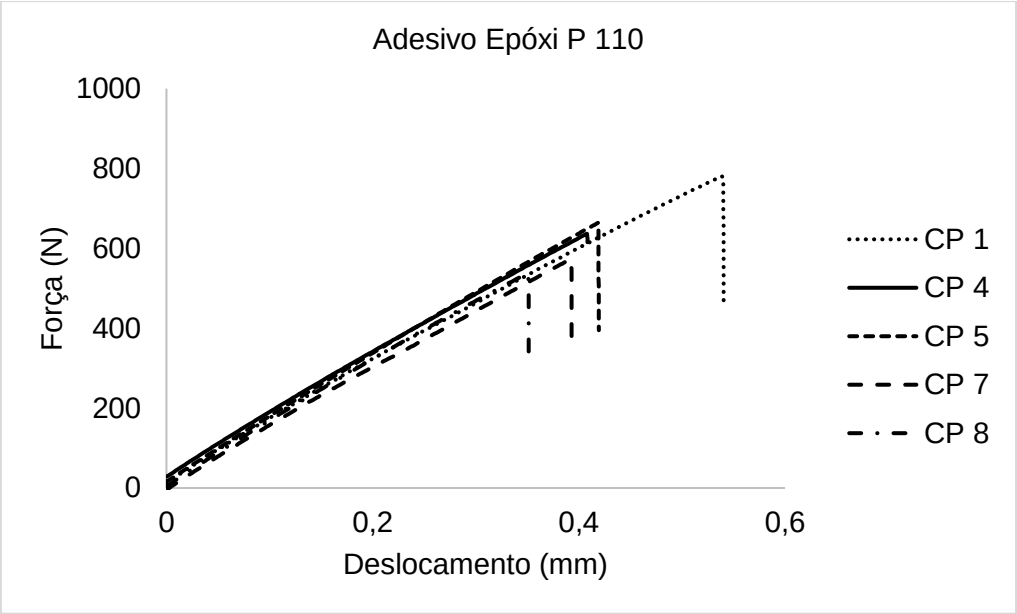


Figura 23 – Propriedades mecânicas dos adesivos: adesivo epóxi P 110.

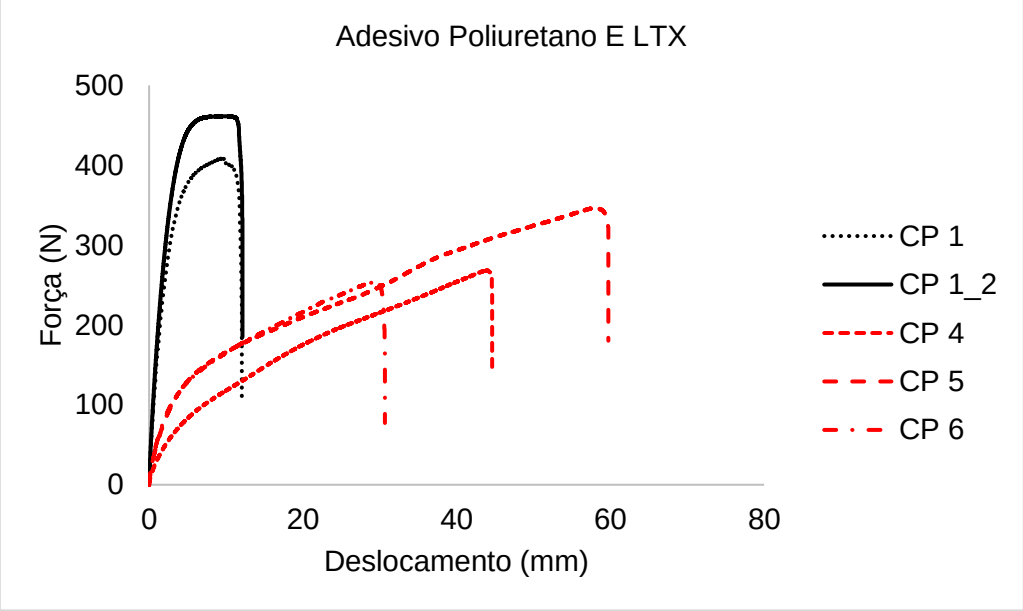


Figura 24 – Propriedades mecânicas dos adesivos: adesivo poliuretano E LTX.

APÊNDICE 2 (continuação) – Resultados: propriedades mecânicas dos adesivos

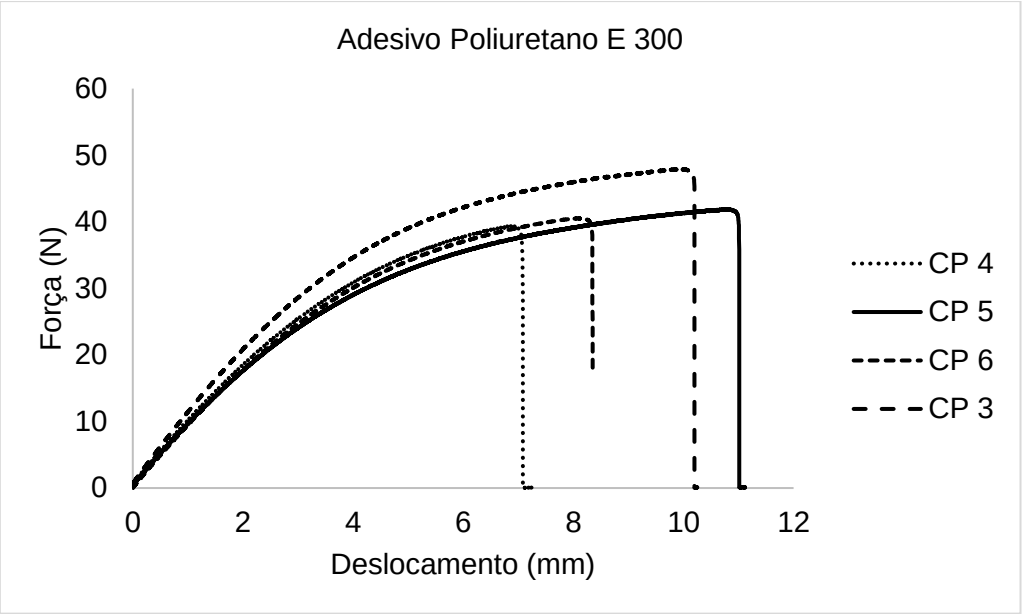


Figura 25 – Propriedades mecânicas dos adesivos: adesivo poliuretano E 300.

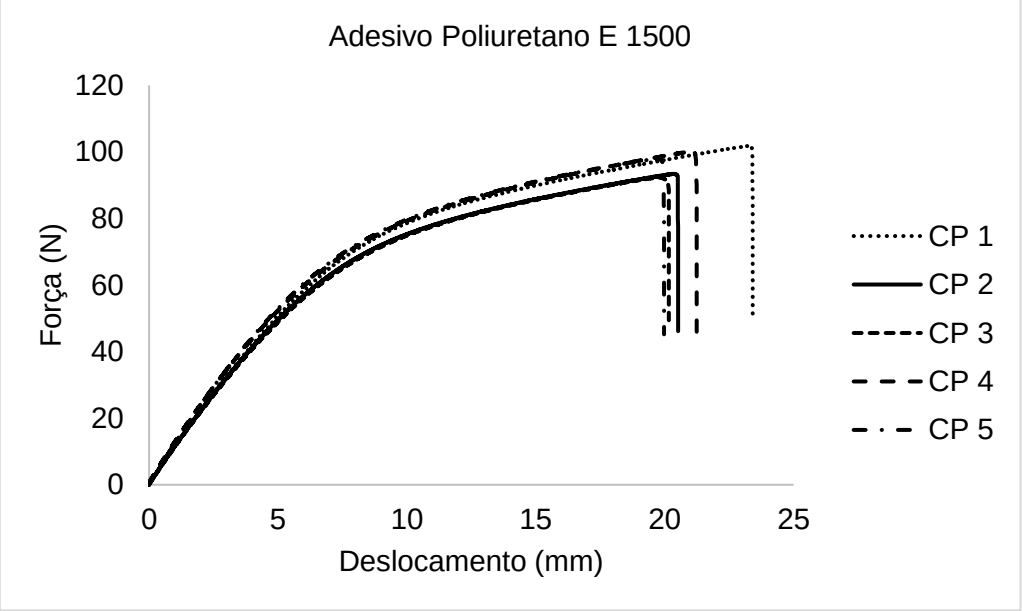


Figura 26 – Propriedades mecânicas dos adesivos: adesivo poliuretano E 1500.

APÊNDICE 3 – Resultados: análise da rugosidade

Tabela 10 – Rugosidade do substrato compósito e do geopolímero.

SUBSTRATO COMPÓSITO					
Condição de Superfície	**Amostra**	**Ra (µm)**	**Sa (µm)**	**Rz (µm)**	**Sz (µm)**
Sem tratamento	1	0,952	2,26	5,19	32,6
	2	0,963	2,14	5,01	16,5
	Média	0,956 ± 0,008	2,2 ± 0,085	5,1 ± 0,127	24,55 ± 11,38
Tratada – AU	1	1,34	2,1	8,43	26,2
	2	1,62	2,66	9,51	24,7
	Média	1,48 ± 0,12	2,38 ± 0,396	8,97 ± 0,764	25,45 ± 1,061
Tratada – AB	1	4,29	5,56	24,1	60,4
	2	3,72	4,46	23,8	53,1
	Média	4,01 ± 0,40	5,01 ± 0,778	23,95 ± 0,212	56,75 ± 5,162
SUBSTRATO GEOPOLÍMERO					
Condição de Superfície	**Amostra**	**Ra (µm)**	**Sa (µm)**	**Rz (µm)**	**Sz (µm)**
Sem tratamento	1	0,238	0,322	1,41	3,31
	2	0,234	0,328	1,38	3,95
	Média	0,236 ± 0,003	0,325 ± 004	1,39 ± 0,02	3,63 ± 0,45
Tratada – AU	1	0,675	0,863	4,91	32,9
	2	0,778	1,83	5,65	42,5
	Média	0,727 ± 0,073	1,35 ± 0,68	5,28 ± 0,52	37,7 ± 6,79
Tratada – AB	1	3,45	3,96	21,6	81,5
	2	3,06	4,08	17,5	86,4
	Média	3,255 ± 0,276	4,02 ± 0,085	19,55 ± 2,899	83,95 ± 3,464

APÊNDICE 3 (continuação) – Resultados: análise da rugosidade

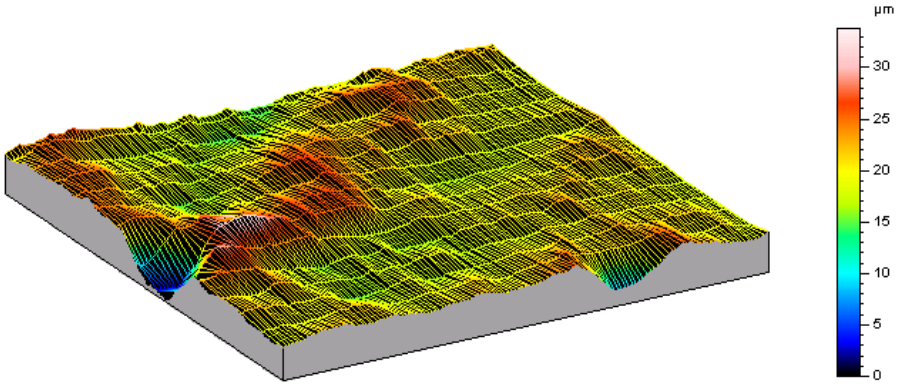


Figura 27 – Rugosidade: substrato compósito – amostra 1 – superfície sem tratamento.

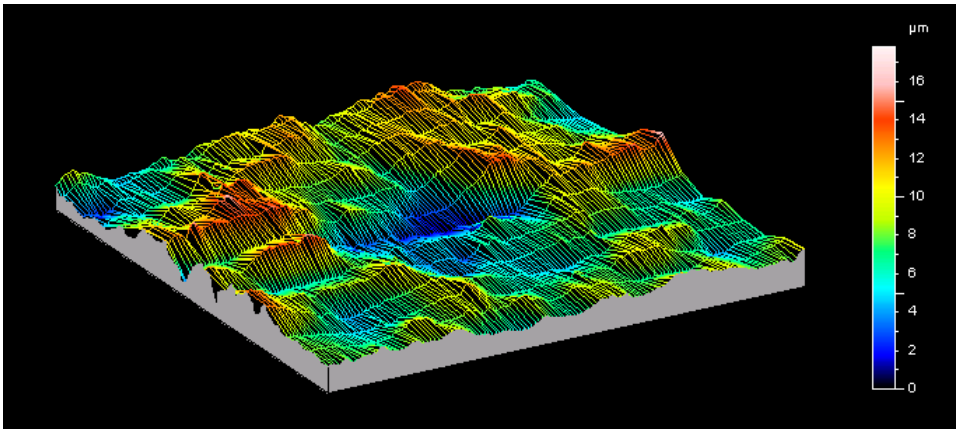


Figura 28 – Rugosidade: substrato compósito – amostra 2 – superfície sem tratamento.

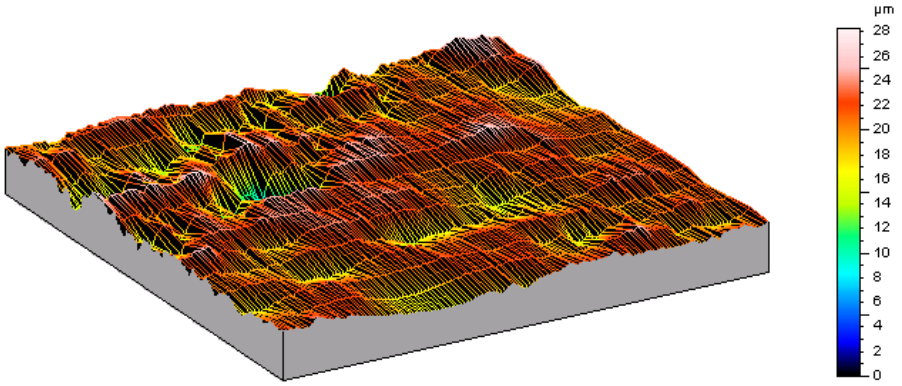


Figura 29 – Rugosidade: substrato compósito – amostra 1 – superfície tratada (AU).

APÊNDICE 3 (continuação) – Resultados: análise da rugosidade

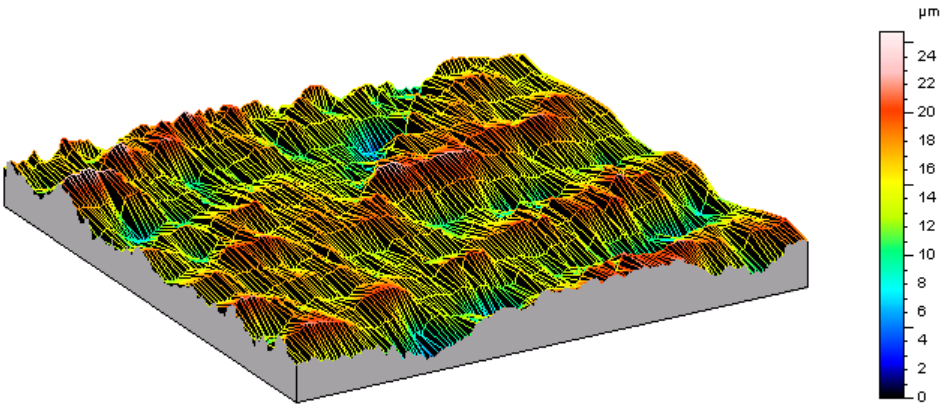


Figura 30 – Rugosidade: substrato compósito – amostra 2 – superfície tratada (AU).

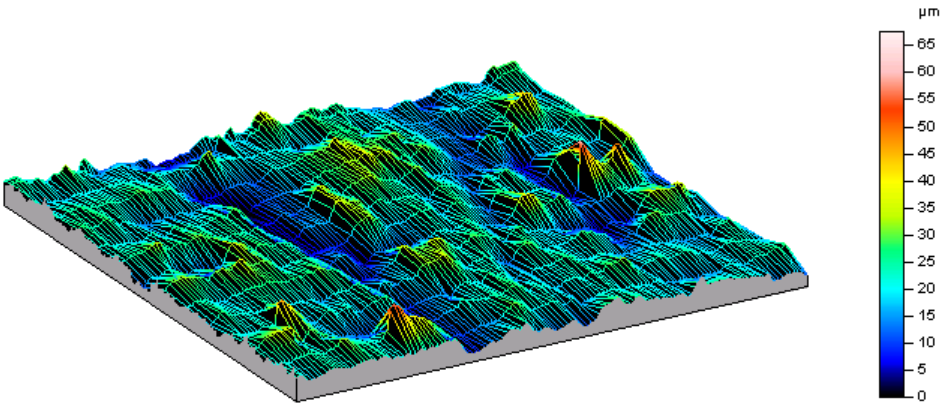


Figura 31 – Rugosidade: substrato compósito – amostra 1 – superfície tratada (AB).

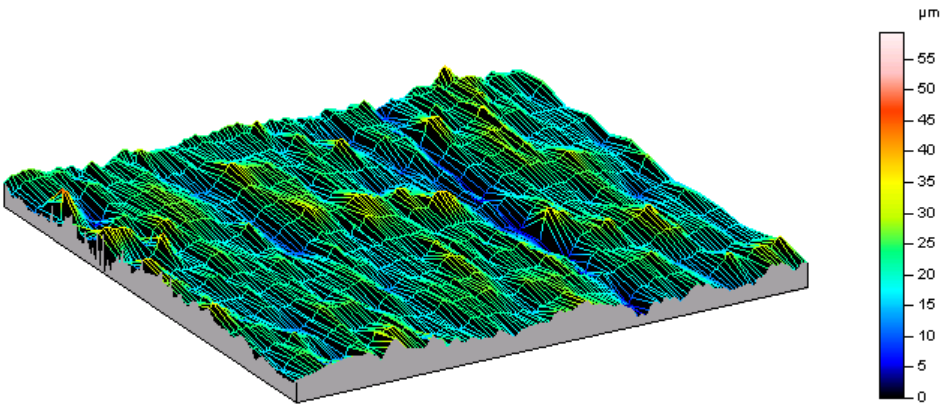


Figura 32 – Rugosidade: substrato compósito – amostra 2 – superfície tratada (AB)

APÊNDICE 3 (continuação) – Resultados: análise da rugosidade

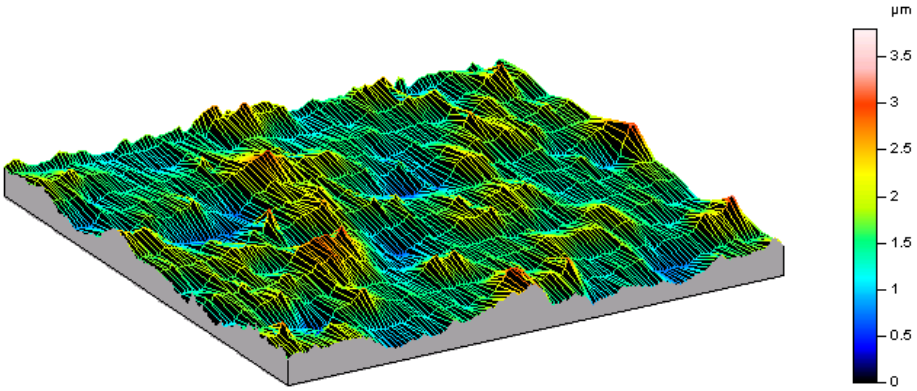


Figura 33 – Rugosidade: substrato geopolímero – amostra 1 – superfície sem tratamento.

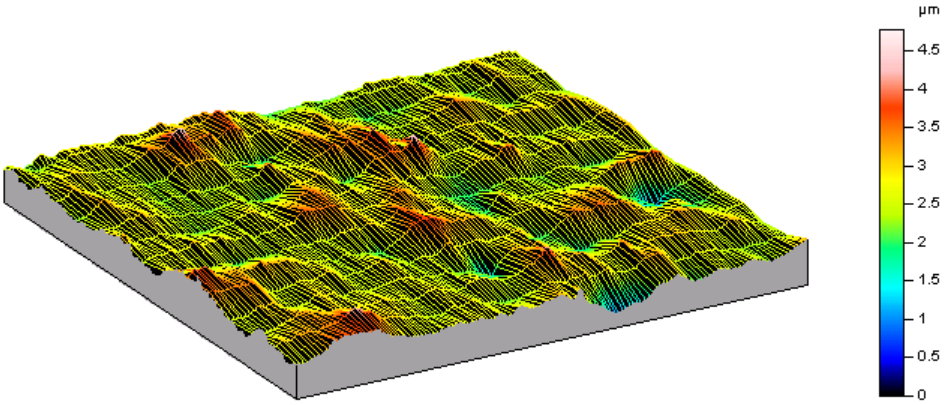


Figura 34 – Rugosidade: substrato geopolímero – amostra 2 – superfície sem tratamento.

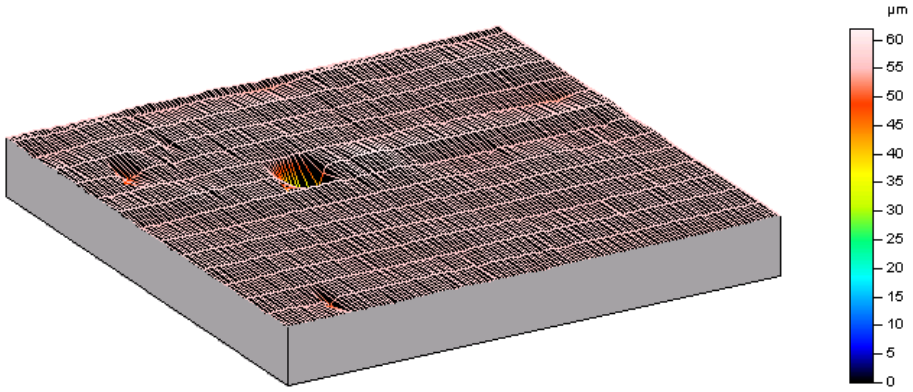


Figura 35 – Rugosidade: substrato geopolímero – amostra 1 – superfície tratada (AU).

APÊNDICE 3 (continuação) – Resultados: análise da rugosidade

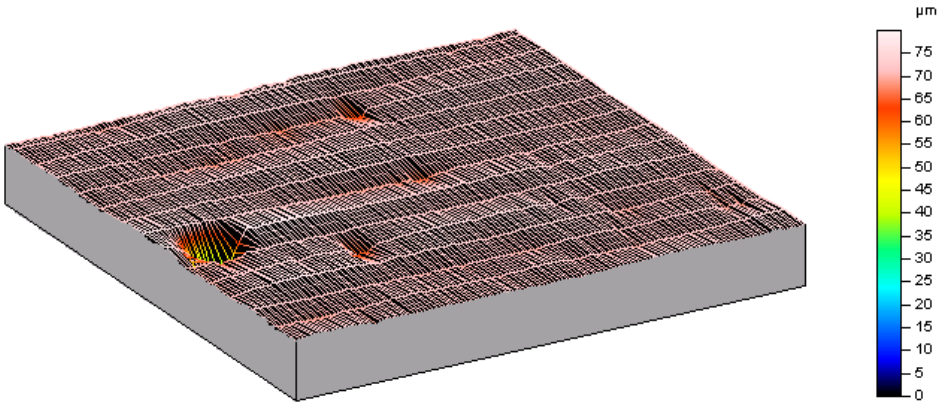


Figura 36 – Rugosidade: substrato geopolímero – amostra 2 – superfície tratada (AU).

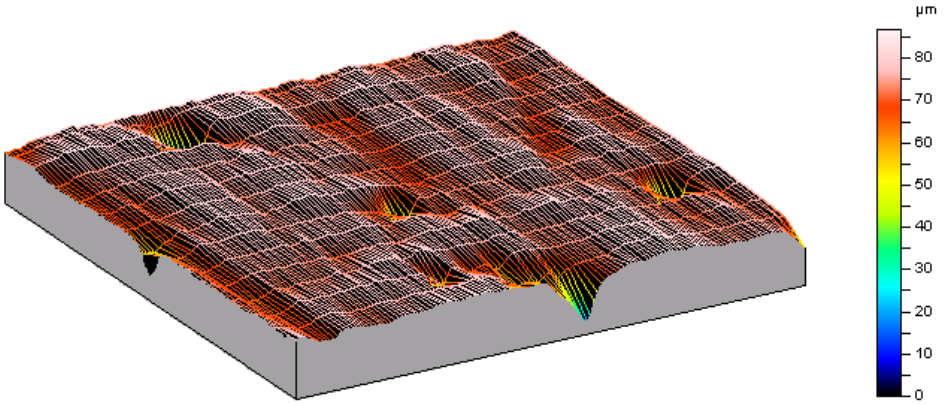


Figura 37 – Rugosidade: substrato geopolímero – amostra 1 – superfície tratada (AB).

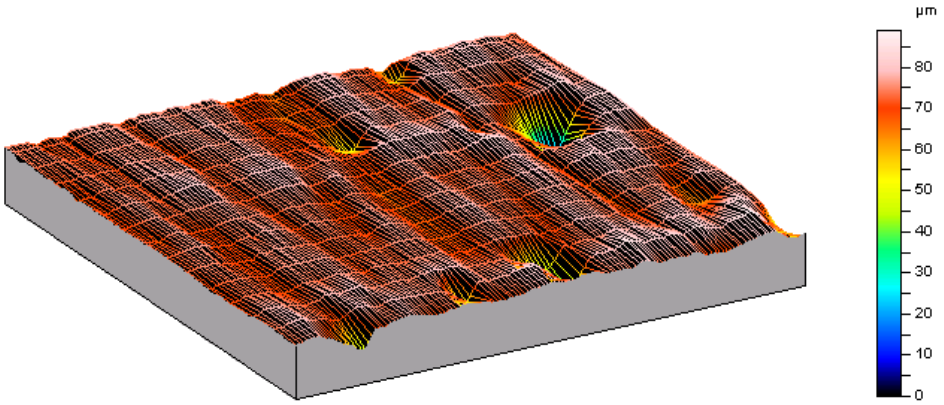


Figura 38 – Rugosidade: substrato geopolímero – amostra 2 – superfície tratada (AB).

APÊNDICE 4 – Resultados: ensaios de aderência (*Single Lap Joints*)

Tabela 11 – Resultados dos ensaios de aderência (*Single Lap Joints*) em amostras de material compósito colados com adesivos epóxi P 110.

ADESIVO EPÓXI P 110		
Amostra	**Força (N)**	**Tensão (MPa)**
Superfície da amostra: sem tratamento		
1	1742	5,81
2	1251	4,17
3	1004	3,35
4	1324	4,42
5	1284	4,28
Média	**1321 ± 266,5**	**4,40 ± 0,89**
Superfície da amostra: tratada - AU		
1	3069	10,23
2	2989	9,962
3	3121	10,40
4	3394	11,31
5	3040	10,13
Média	**3123 ± 159,0**	**10,41 ± 0,530**
Superfície da amostra: tratada - AB		
1	2387	7,96
2	2072	6,91
3	2397	7,99
4	2110	7,03
5	2548	8,49
Média	**2303 ± 204,0**	**7,68 ± 0,68**

APÊNDICE 4 (continuação) – Resultados: ensaios de aderência (Single *Lap Joints*)

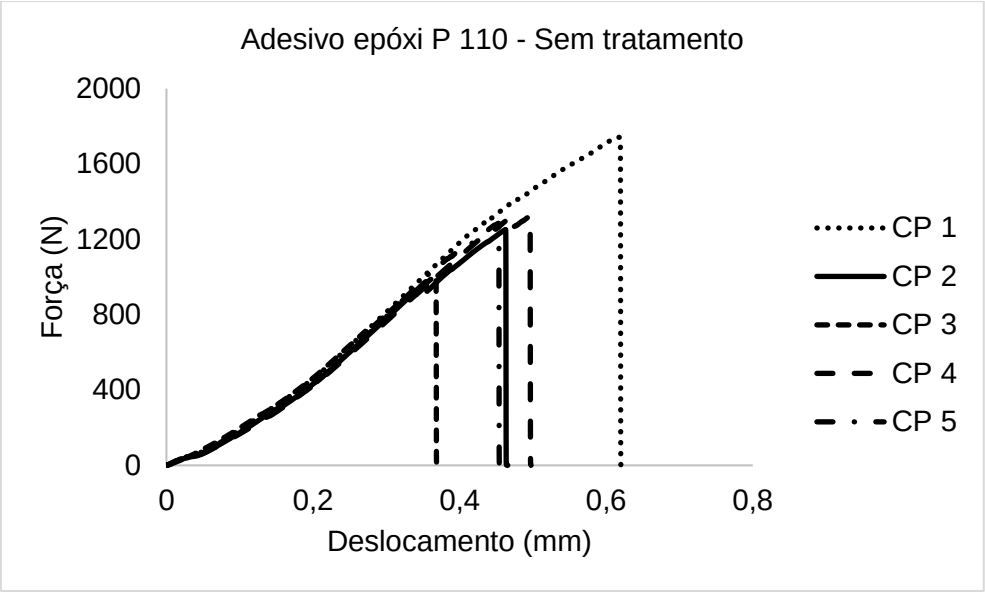


Figura 39 – Curva força-deslocamento *Single Lap Joint Tests*: junta colada com adesivo epóxi P 110 em superfície sem tratamento.

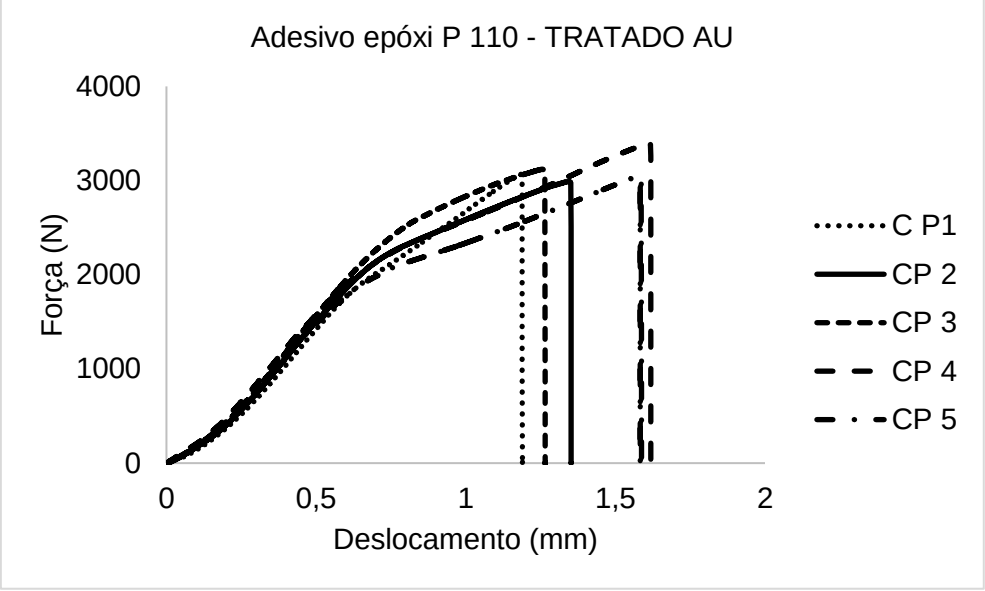


Figura 40 – Curva força-deslocamento *Single Lap Joint Tests*: junta colada com adesivo epóxi P 110 em superfície tratada com AU.

APÊNDICE 4 (continuação) – Resultados: ensaios de aderência (*Single Lap Joints*)

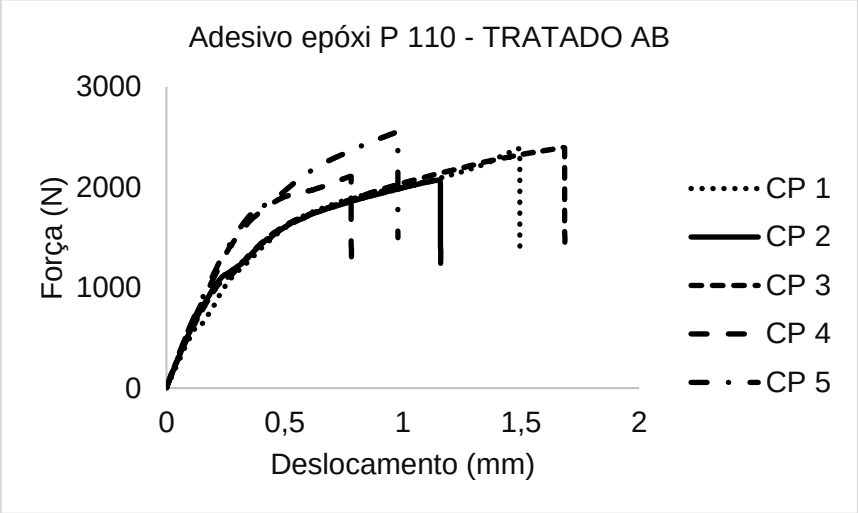


Figura 41 – Curva força-deslocamento *Single Lap Joint Tests*: junta colada com adesivo epóxi P 110 em superfície tratada com AB.

Tabela 12 – Resultados dos ensaios de aderência (*Single Lap Joints*) em amostras de material compósito colados com adesivos poliuretano E LTX.

ADESIVO POLIURETANO E LTX		
Amostra	**Força (N)**	**Tensão (MPa)**
Superfície da amostra: sem tratamento		
1	1838	6,13
2	1193	3,98
3	1024	3,41
4	1176	3,92
5	1495	4,98
Média	**1345 ± 324,2**	**4,48 ± 1,08**
Superfície da amostra: tratada - AU		
1	3421	11,4
2	2914	9,71
3	2856	9,52
4	2666	8,89
5	2794	9,31
Média	**2930± 289,2**	**9,77 ± 0,96**
Superfície da amostra: tratada - AB		
1	2921	9,74
2	4011	13,4
3	3378	11,3
4	3022	10,1
5	desconsiderado	desconsiderado
MÉDIA	**3437 ± 547,2**	**11,5 ± 1,82**

APÊNDICE 4 (continuação) – Resultados: ensaios de aderência (*Single Lap Joints*)

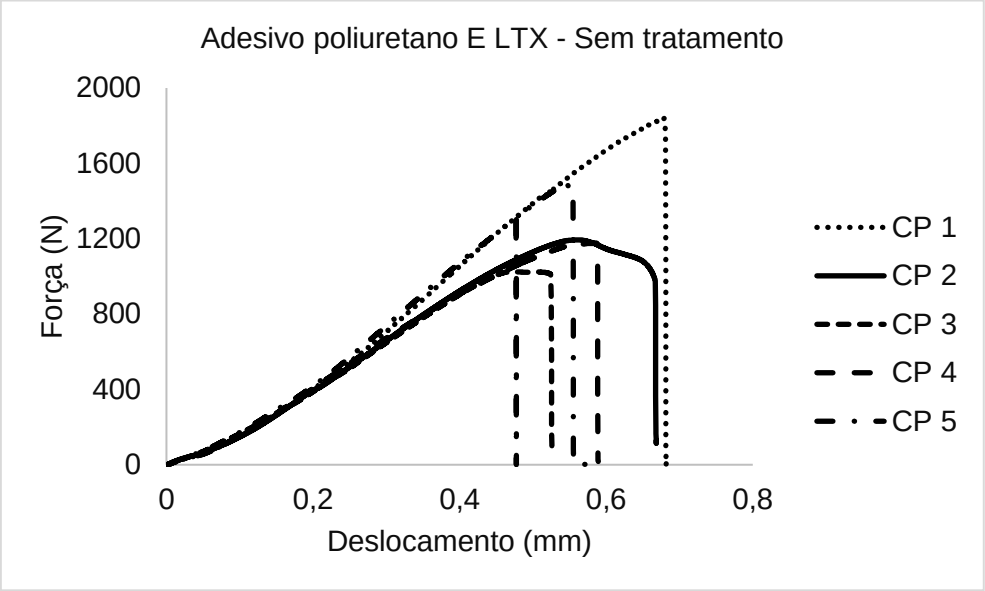


Figura 42 – Curva força-deslocamento *Single Lap Joint Tests*: junta colada com adesivo poliuretano E LTX em superfície sem tratamento.

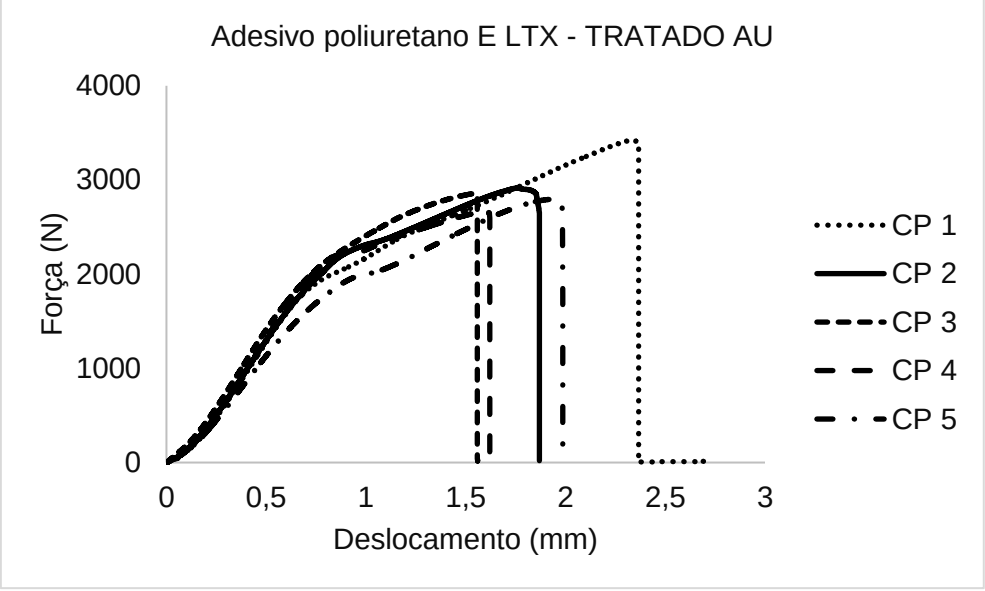


Figura 43 – Curva força-deslocamento *Single Lap Joint Tests*: junta colada com adesivo poliuretano E LTX em superfície tratada AU.

APÊNDICE 4 (continuação) – Resultados: ensaios de aderência (*Single Lap Joints*)

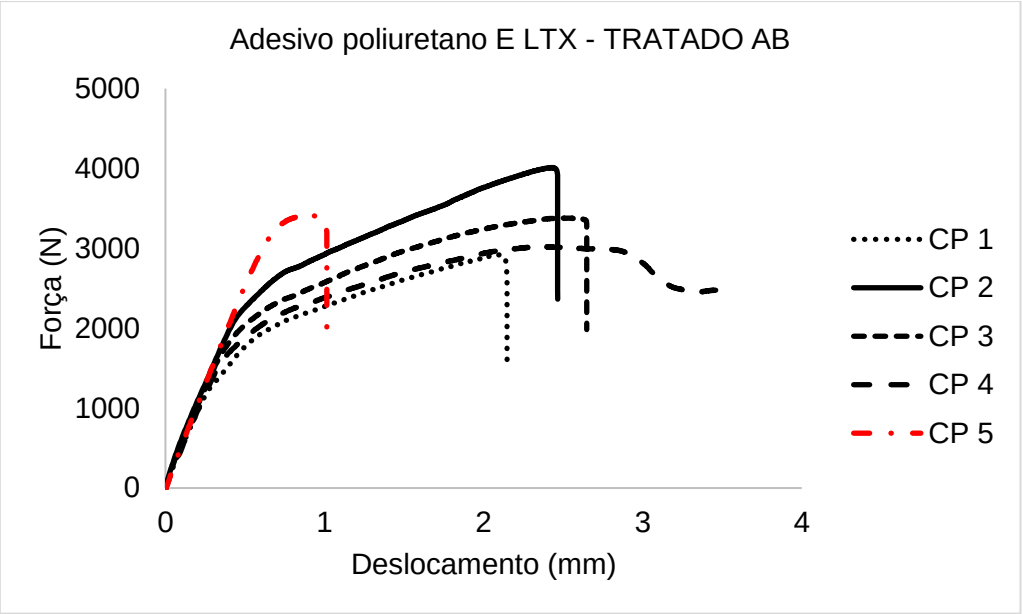


Figura 44 – Curva força-deslocamento *Single Lap Joint Tests*: junta colada com adesivo poliuretano E LTX em superfície tratada com AB.

APÊNDICE 5 - Resultados: ensaios de aderência (*Pull Off*)

Tabela 13 – Resultados dos ensaios de aderência (*Pull Off*) em amostras de material compósito.

SUBSTRATO COMPÓSITO			
ADESIVO EPÓXI P 110			
Condição de Superfície	**Amostra**	**Tensão**	**Modo de Falha Predominante**
Tratada (AU)	1	4,51	Coesiva
	2	desconsiderado	desconsiderado
	3	4,37	Coesiva
	4	3,83	Coesiva
	5	3,83	Coesiva
	6	4,35	Coesiva
	Média	**4,18 ± 0,32**	-
Tratada (AB)	7	3,99	Coesiva
	8	4,93	Coesiva
	9	4,24	Coesiva
	10	4,37	Coesiva
	11	5,07	Coesiva
	12	desconsiderado	desconsiderado
	Média	**4,52 ± 0,46**	-

Tabela 13 (continuação) – Resultados dos ensaios de aderência (*Pull Off*) em amostras de material compósito.

SUBSTRATO COMPÓSITO			
ADESIVO POLIURETANO E LTX			
Condição de Superfície	**Amostra**	**Tensão**	**Modo de Falha Predominante**
Tratada (AU)	1	13,63	Coesiva
	2	13,56	Coesiva
	3	12,5	Coesiva
	4	13,98	Coesiva
	5	13,74	Coesiva
	6	desconsiderado	desconsiderado
	Média	**13,48 ± 0,57**	-
Tratada (AB)	7	6,8	Coesiva
	8	11,84	Coesiva
	9	8,91	Coesiva
	10	desconsiderado	desconsiderado
	11	7,72	Coesiva
	12	8,26	Coesiva
	Média	**8,71 ± 1,91**	-

APÊNDICE 5 (continuação) - Resultados: ensaios de aderência (*Pull Off*)

Tabela 14 – Resultados dos ensaios de aderência (*Pull Off*) em amostras de geopolímero.

SUBSTRATO GEOPOLÍMERO			
ADESIVO EPÓXI P 110			
Condição de Superfície	**Amostra**	**Tensão**	**Modo de Falha Predominante**
Tratada (AU)	1	8,22	Substrato
	2	8,77	Substrato
	3	8,91	Substrato
	4	10,08	Substrato
	5	5,58	Substrato
	Média	**8,31 ± 1,67**	-
Tratada (AB)	1	5,57	Substrato
	2	5,09	Substrato
	3	desconsiderado	desconsiderado
	4	5,4	Substrato
	5	6,75	Substrato
	6	desconsiderado	desconsiderado
	7	5,35	Substrato
	8	desconsiderado	desconsiderado
	Média	**5,63 ± 0,65**	-

Tabela 14 (continuação) – Resultados dos ensaios de aderência (*Pull Off*) em amostras de geopolímero.

SUBSTRATO GEOPOLÍMERO			
ADESIVO POLIURETANO E LTX			
Condição de Superfície	**Amostra**	**Tensão**	**Modo de Falha Predominante**
Tratada (AU)	1	2,31	Adesiva
	2	2,69	Adesiva
	3	2,38	Adesiva
	4	2,69	Adesiva
	5	2,02	Adesiva
	Média	**2,42 ± 0,28**	-
Tratada (AB)	1	5,74	Adesiva
	2	4,48	Adesiva
	3	desconsiderado	desconsiderado
	4	desconsiderado	desconsiderado
	5	5,71	Adesiva
	6	4,97	Adesiva
	7	4,7	Adesiva
	8	desconsiderado	desconsiderado
	Média	**5,12 ± 0,58**	-

APÊNDICE 5 (continuação) - Resultados: ensaios de aderência (*Pull Off*)

Tabela 15 – Resultados dos ensaios de aderência (*Pull Off*) em amostras de compósito sanduíche.

COMPÓSITO SANDUÍCHE			
ADESIVO EPÓXI P 110			
Condição de Superfície	**Amostra**	**Tensão**	**Modo de Falha Predominante**
Tratada (AU)	1	5,61	Substrato
	2	desconsiderado	desconsiderado
	3	-	Substrato
	4	6,07	Substrato
	5	6,11	Substrato
	Média	**5,93 ± 0,28**	-
Tratada (AB)	6	6,55	Substrato
	7	8,42	Substrato
	8	desconsiderado	desconsiderado
	9	7,69	Substrato
	10	6,23	Substrato
	Média	**7,22 ± 1,02**	-
ADESIVO POLIURETANO E LTX			
Tratada (AB)	1	2,96	Substrato
	2	3,38	Substrato
	3	3,14	Substrato
	4	2,61	Substrato
	5	desconsiderado	desconsiderado
	Média	**3,02 ± 0,32**	-
Tratada (AU)	6	2,05	Substrato
	7	2,2	Substrato
	8	2,99	Substrato
	9	-	-
	10	1,98	Substrato
	Média	**2,31 ± 0,47**	-

.

APÊNDICE 6 - Artigo publicado em Dezembro de 2020 na revista *Journal of Adhesion Science and Technology*: *Adherence of geopolymer and pultruded substrates: influence of adhesive type and surface treatment*



Journal of Adhesion Science and Technology

ISSN: (Print) (Online) Journal homepage: https://www.tandfonline.com/loi/tast20

Adherence of geopolymer and pultruded composite substrates: influence of adhesive type and surface treatment

Ana Passos , Ricardo de Aguiar , Hector Costa , Eduardo Sampaio & Silvio de Barros

To cite this article: Ana Passos , Ricardo de Aguiar , Hector Costa , Eduardo Sampaio & Silvio de Barros (2020): Adherence of geopolymer and pultruded composite substrates: influence of adhesive type and surface treatment, Journal of Adhesion Science and Technology, DOI: 10.1080/01694243.2020.1859240

To link to this article: https://doi.org/10.1080/01694243.2020.1859240

Published online: 16 Dec 2020.

Submit your article to this journal

View related articles

View Crossmark data

Full Terms & Conditions of access and use can be found at
https://www.tandfonline.com/action/journalInformation?journalCode=tast20

JOURNAL OF ADHESION SCIENCE AND TECHNOLOGY
https://doi.org/10.1080/01694243.2020.1859240

Taylor & Francis
Taylor & Francis Group

Check for updates

Adherence of geopolymer and pultruded composite substrates: influence of adhesive type and surface treatment

Ana Passos[a], Ricardo de Aguiar[a], Hector Costa[a], Eduardo Sampaio[b] and Silvio de Barros[a,c]

[a]CEFET/RJ, Federal Center for Technological Education of Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brazil; [b]IPRJ/UERJ, Institute Polytechnic of Rio de Janeiro, Nova Friburgo, Brazil; [c]GeM Institute, UMR 6183 CNRS, CESI, Saint-Nazaire, France

ABSTRACT

In the last years, the use of adhesive bonding is increasing as an alternative to traditional joining techniques due to their advantages such as ease of application, low weight and the good mechanical properties. To ensure good adherence between the substrates, adequate materials and surface treatment are required. The main objective of this work is to evaluate the adherence of epoxy and polyurethane adhesives between a pultruded composite material and a geopolymer. Two different surface treatments were evaluated: unidirectional abrasion (UA) and bidirectional abrasion (BA). Epoxy and polyurethane adhesives were tested. The epoxy and polyurethane adhesives showed, respectively, ductile and fragile behavior. The adherence of the bonded joints was evaluated using pull-off tests. Pultruded samples treated with UA and bonded with the polyurethane adhesive presented higher strength (13 MPa). Geopolymer samples bonded with the epoxy adhesive and treated with UA reached a failure tensile of 8 MPa. Considering the different testing conditions evaluated in this work, the best combination of an adhesive type and surface treatment produced an increase in the pull-off strength of 220 and 240% in pultruded composite bonded joints and geopolymer bonded joints, respectively.

ARTICLE HISTORY
Received 30 July 2020
Revised 24 November 2020
Accepted 25 November 2020

KEYWORDS
Pull off test; pultruded composites; geopolymer; epoxy adhesive; polyurethane adhesive

Introduction

The use of geopolymers as an alternative to traditional materials, such as ordinary Portland cement (OPC) and steel, has increased in the last decades. Geopolymer is an inorganic polymer material obtained by geopolymerization process (synthesis of a precursor rich in aluminum and silicates and an alkali activator). These materials are widely applied in civil construction as an alternative to OPC due to its lower carbon emission and similar properties. The reduction of carbon dioxide (CO_2) in the

CONTACT Ana Passos acvianapassos@gmail.com CEFET/RJ, Federal Center for Technological Education of Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, Brazil

© 2020 Informa UK Limited, trading as Taylor & Francis Group

geopolymer life cycle can reach 64% compared to the production OPC [1,2]. The manufacturing process demands around 1/6 of the energy of the OPC manufacture, which accounts for 7% of the total CO_2 industrial emission [3,4]. Geopolymers, as the OPC, are usually applied as pre-molded plates. Additionally, the geopolymer preserves its mechanical properties at high temperatures [5,6], working as a thermal barrier. A study with a composite material made of geopolymer and carbon fibers submitted to a heat radiation of 50 kW/m^2, similar condition of a fire, showed no visual deterioration and preserved more than 60% of the initial properties [7]. The fire resistance is an intrinsic geopolymer property, which can be improved with an optimization of the composition and the synthesis procedure [8].

Pultrusion is a process that enables continuous production of composite profiles with a constant cross section. Pultruded composite materials are consisted of a polymeric resin as matrix and reinforced with continuous glass, carbon or basalt fibers. The choice of reinforcement must consider many parameters, such as mechanical requirements, cost and availability. In civil applications, pultruded composites reinforced with carbon fibers offer the most satisfying mechanical properties. However, the high cost of the carbon fibers demands the investigation of an alternative solution. Studies with basalt fibers have increased due to the excellent properties and relatively low cost [9–11]. Some studies tested natural fibers as reinforcement [12]. In comparison to steel, the high specific strength, low weight and low thermal conductivity of pultruded composites are significant advantages [13,14]. The superior corrosion resistance enables the use of pultruded profiles in several applications where steel components are not indicated. The main limitation of these materials is the low fire resistance, which restricts the application of pultruded components [15]. In this sense, the combination of geopolymer and pultruded components may produce a structure that combines high mechanical properties and fire–thermal resistance.

In many engineering projects, multi-material structures are common due to the combination of properties that can be achieved to the component. In this sense, mechanical fastening and adhesive bonding are methods widely to join pultruded profiles. However, adhesive bonding presents important advantages, such as, design flexibility, a more uniform stress distribution, low weight and high corrosion resistance [13,16–18]. The application of bonded joints requires a special attention to the surface treatment in order to ensure the bond quality [19–22]. The surface treatment is one of the most important parameters that influence the performance of a bonded joint. Mechanical and physical treatments are available, and the correct choices of materials and manufacturing process are fundamental for the performance of the structure. In the surface treatment, a clean surface is important in order to eliminate contaminants, increase the wettability and the surface energy [18]. The surfaces of composite materials are usually treated with mechanical abrasion and cleaned with acetone prior to bonding [23,24]. Moreover, a study with pultruded profiles bonded with different adhesives showed higher tensile strength using an epoxy adhesive compared to a polyurethane adhesive, followed by methacrylate and acrylic adhesives [13].

It is important to establish an effective joining method to evaluate the application of geopolymer plates bonded to pultruded composites. This work presents an analysis of the adherence of pultruded composite bonded joints and geopolymer bonded joints.

Table 1. Mechanical properties of polyurethane and epoxy adhesives.

Adhesive	E (MPa)	Maximum load (*N*)	Maximum strain (mm/mm)	Pot-life (min)[a]
Polyurethane	619.5 ± 37.5	434.6 ± 37.6	9.00095 ± 0.4	1
Epoxy	5037 ± 358.8	638.7 ± 93.8	0.42 ± 0.7	20

[a]Manufacturer information. Measured at 25 °C.

Epoxy and polyurethane adhesives are tested, and two different methods of manual abrasion are evaluated as surface treatment. The adhesives and surface treatments applied in this research were selected according to the availability and literature review [13,17,24]. The adhesive properties are evaluated using tensile tests. The adherence of bonded joints is investigated using pull-off tests.

Materials and methods

A commercial geopolymer cement *GP 109R1-M15* (*Geo-Pol),* indicated for applications of moderate mechanical performance, was applied in this study. The primary geopolymer constituents are: SiO_2, Al_2O_3, CaO, Na_2O, K_2O and the secondary constituents are: MgO, TiO_2, Fe_2O_3. The molar ratios are $SiO_2/Al_2O_3 = 5.35$ and $M_2O/SiO_2 = 0.21$. The thermal conductivity is between 0.24 W/m.K and 0.3 W/m.K [25]. Geopolymer samples were prepared according to the manufacturer *Geo-Pol* by using a proportion of 1:1 (in weight) of precursor and activator with a maximum of 10% weight of distilled water. Agglomerates were not added. The geopolymer was produced in the laboratory at room conditions. A mixer was applied to homogenization during 5 min under 1000 rpm. The weight of 200 g of precursor and 200 g of activator, and a silicone mold of 200 × 10 mm was used to cure the geopolymer samples for 20 days. A pultruded composite with acrylic matrix reinforced with glass fibers was applied in this work, provided by the manufacturer *Pultrusão do Brasil.*

The adherence of the epoxy and the polyurethane adhesives were evaluated using pull-off tests in geopolymer and composites. In order to measure the mechanical properties of the adhesives, six samples of each adhesive were produced according to the standard ASTM D 638 [26]. Tensile tests were performed in a test machine *Instron* at a test speed of 1 mm/min under laboratory conditions. The mechanical properties of the adhesives are shown in Table 1.

The surface treatment was applied using sandpaper (80 grit) with two variations: unidirectional abrasion (UA) and bidirectional abrasion (BA). In the UA, the abrasion was applied in the direction of the fibers. In the BA, the abrasion was also applied at a second direction perpendicular to the previous one. Substrates without any surface treatment were also tested in order to benchmark the adherence performance with surface treatment. The surface roughness of treated and untreated samples was evaluated using a 3D rugosimeter (*Taylor Hobson Precision - Talyscan 150*). An area of 2 × 2 mm was analyzed with a spacing of 1 µm (*x*-axis) and 10 µm\ (*y*-axis*)*.

In pultruded untreated substrates, the maximum stress obtained was 2.2 MPa using the polyurethane adhesive. For the same adhesive, geopolymer untreated samples supported only 1.8 MPa.

Pull off tests were conducted according to the standard ASTM D 4541 [27] in order to evaluate the adherence of the substrate-adhesive interface. An automatic adhesion

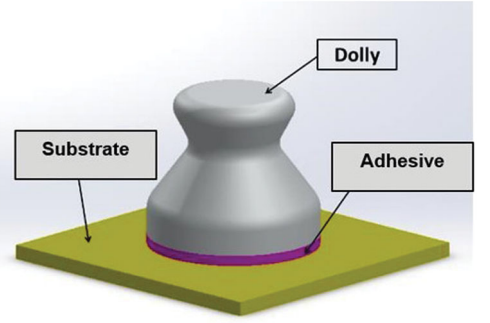


Figure 1. Scheme of the testing specimen.

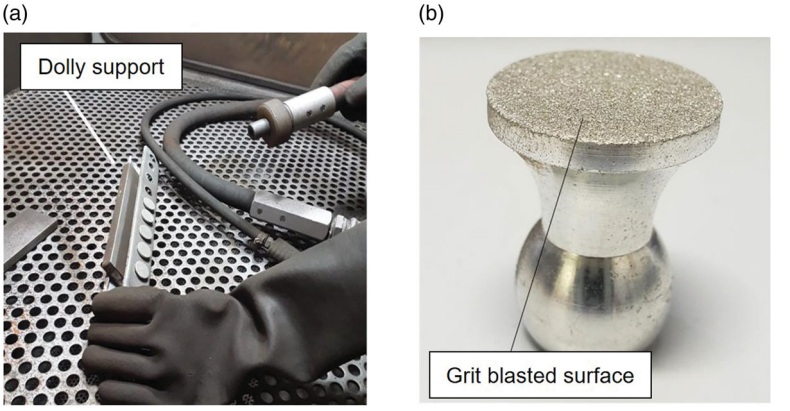


Figure 2. (a) Blasting equipment and (b) dolly (20 mm diameter) grit blasted surface.

tester (*Positest AT-A*) was applied with a 20 mm diameter dolly. A scheme is the testing specimen is shown in Figure 1. In order to improve the adherence in the dolly-adhesive interface, the dolly surface was grit blasted (G40), as shown in Figure 2. Five samples were considered for each configuration.

Results

The 3D profiles obtained by surface scanning are presented in Figures 3 and 4, and the average roughness (R_a) is shown in Table 2. For both substrates, the application of a surface treatment promoted an increase of the surface roughness, which is more significant in samples treated with BA.

Figure 5 shows the results of the pull-off tests in the pultruded composite bonded joints. Composites bonded with the polyurethane adhesive and treated by UA showed high pull-off strength of 12.9 MPa and presented a combination of failure modes. Areas of cohesive failure and delamination were identified, indicating proper bonding quality between substrate and adhesive [17]. For the BA, the failure mode was adhesive with an average strength around 8 MPa, indicating poor adhesion. The smoother surface of the sample treated by UA enables higher contact region of the

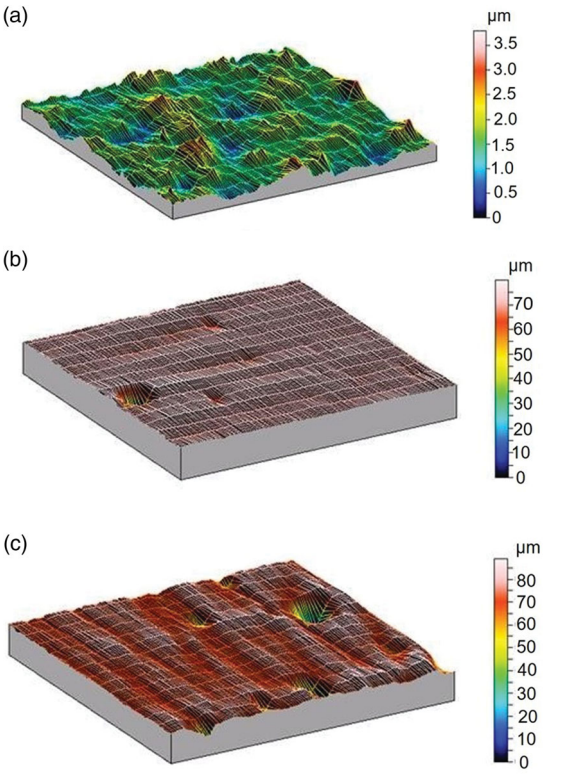


Figure 3. 3D profile of geopolymer surface: (a) untreated; (b) treated – UA; (c) treated – BA.

adhesive–substrate interface due to the capacity of the adhesive, which presents fast curing process, to fill all available surface and optimize the mechanical anchorage [28].

Samples bonded with the epoxy adhesive produced lower pull-off strength than obtained with polyurethane adhesives. They also presented primarily cohesive failure in both surface treatments, indicating that both treatments produced proper bond quality. Moreover, the cohesive failure indicates that the adhesive-substrate interface strength was superior to the adhesive strength.

Geopolymer samples bonded with the epoxy adhesive presented good adhesion quality and resulted in substrate failure for both surface treatments applied. It shows the efficiency of surface treatments [29]. Additionally, samples submitted to the unidirectional treatment showed a superior pull-off strength of 8.3 MPa, as shown in Figure 6. It seems that the different tensile strength was obtained due to the longer curing time of the geopolymer substrate tested with the UA. Longer curing periods may increase the geopolymer strength due to the polymerization process [2,3]. For the bidirectional treatment, the failure occurred at 5 MPa. Regardless of the surface treatment, is it know that the adherence between the geopolymer substrate and the epoxy adhesive is higher than the substrate strength. The epoxy adhesive presented higher strength to the geopolymer substrate in comparison to the pultruded composite substrate, indicating a better adhesion between the adhesive and geopolymer substrate [30].

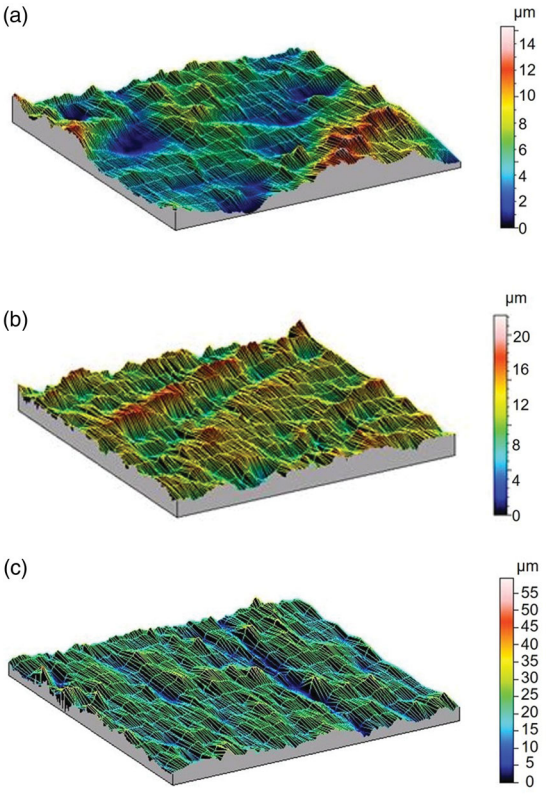


Figure 4. 3D profile of pultruded composite surface: (a) untreated; (b) treated – UA; (c) treated – BA.

Table 2. Average roughness of geopolymer and pultruded composite surfaces.

Substrate	Surface treatment	Ra (µm)
Geopolymer	NO	0.238 ± 0.004
	UA	0.727 ± 0.073
	BA	3.255 ± 0.276
Pultruded composite	NO	0.9675 ± 0.283
	UA	1.35 ± 0.447
	BA	4.005 ± 0.905

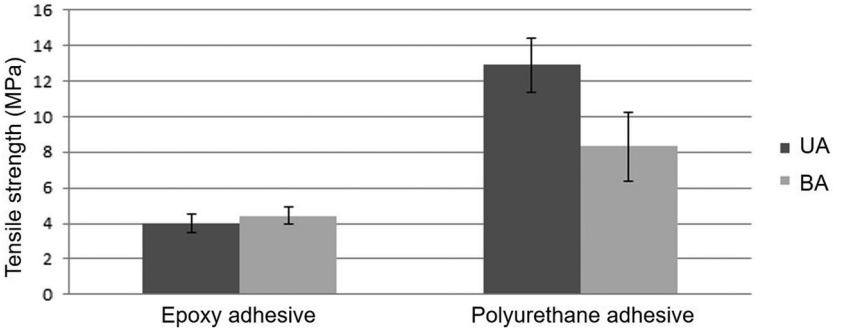


Figure 5. Average results of the pull off tests in the pultruded composites.

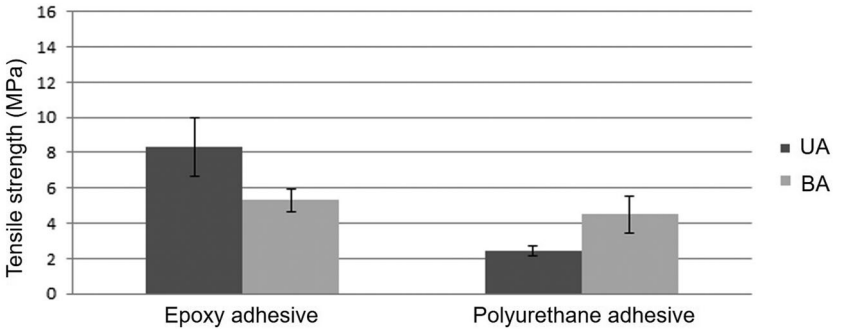


Figure 6. Average results of the pull off tests in geopolymers.

Table 3. Results of the pull off tests in the geopolymer.

Substrate	Adhesive	Surface treatment	Strength (MPa)	Failure mode
Geopolymer	Epoxy	Unidirectional abrasion	8.22	Substrate
			8.77	Substrate
			8.91	Substrate
			10.08	Substrate
			5.58	Substrate
			8.31 ± 1.67	—
		Bidirectional abrasion	5.57	Substrate
			5.09	Substrate
			5.4	Substrate
			6.75	Substrate
			5.35	Substrate
			5.63 ± 0.65	—
Geopolymer	Polyurethane	Unidirectional abrasion	2.31	Adhesive
			2.69	Adhesive
			2.38	Adhesive
			2.69	Adhesive
			2.02	Adhesive
			2.42 ± 0.28	—
		Bidirectional abrasion	5.74	Adhesive
			4.48	Adhesive
			5.71	Adhesive
			4.97	Adhesive
			4.7	Adhesive
			5.12 ± 0.58	—

The geopolymer bonded with polyurethane adhesive presented lower strength compared to the epoxy adhesive, as expected. Epoxy resins are usually applied to concrete bonding [24,31], which presents a similar surface similar to geopolymers. In this case, only adhesive failure was observed, indicating that the treatment was inefficient, or possibly due to the substrate's irregular surface [14]. Better results were obtained from samples treated with BA. The application of BA resulted in a pull-off strength of 4.5 MPa, compared to the strength of 2.4 MPa with UA. The higher surface roughness seems to increase the adherence performance [31].

The results obtained from the pull-off tests should be evaluated carefully, as the dispersion varied from 11 to 23%. Despite the ductile behavior observed in the tensile tests, the polyurethane adhesive presents lower pot life, what may result in samples with significant differences in the manufacturing conditions and the presence of internal defects. The pot life can be defined as the interval between the time to

Table 4. Results of the pull off tests in the pultruded composite.

Pultruded composite	Epoxy	Unidirectional abrasion	4.51	Cohesive
			4.37	Cohesive
			3.83	Cohesive
			3.83	Cohesive
			4.35	Cohesive
			4.18 ± 0.32	—
		Bidirectional abrasion	3.99	Cohesive
			4.93	Cohesive
			4.24	Cohesive
			4.37	Cohesive
			5.07	Cohesive
			4.52 ± 0.46	—
Pultruded composite	Polyurethane	Unidirectional abrasion	13.63	Cohesive and delamination
			13.56	Cohesive and delamination
			12.5	Cohesive and delamination
			13.98	Cohesive and delamination
			13.74	Cohesive and delamination
			13.48 ± 0.57	—
		Bidirectional abrasion	6.8	Cohesive
			11.84	Cohesive
			8.91	Cohesive
			7.72	Cohesive
			8.26	Cohesive
			8.71 ± 1.91	—

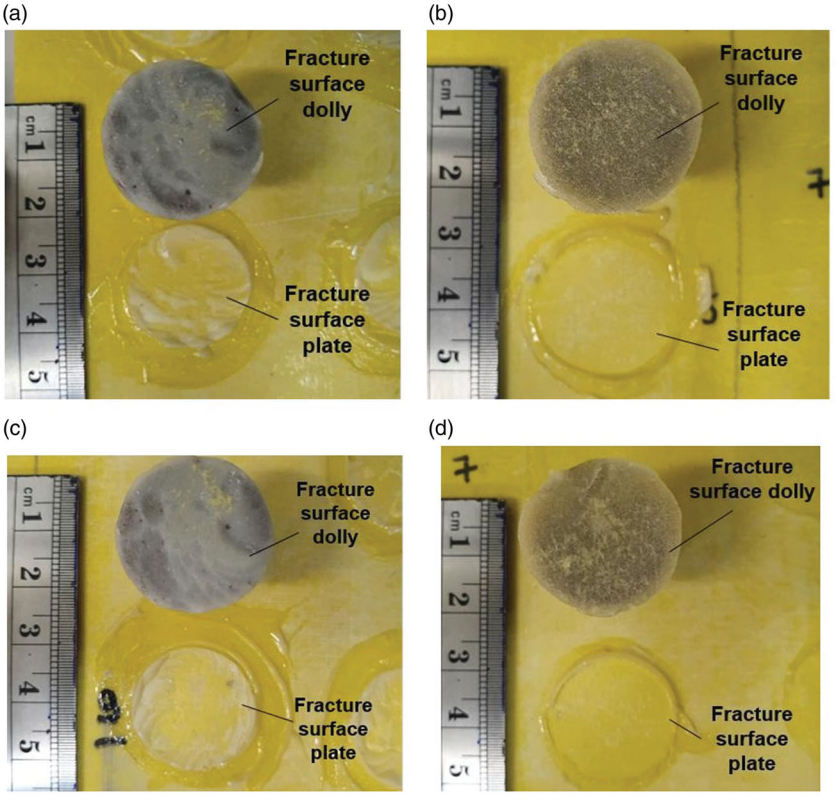


Figure 7. Fracture surfaces of the pultruded composites with: (a) epoxy adhesive and UA, (b) polyurethane adhesive and UA, (c) epoxy adhesive and BA, and (d) polyurethane adhesive and BA.

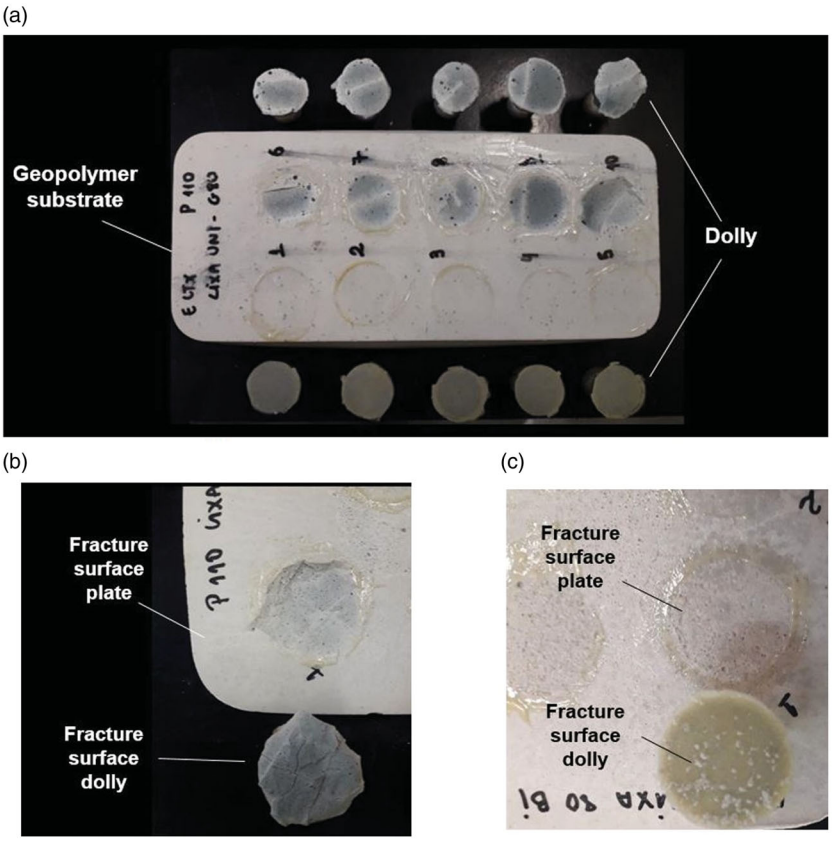


Figure 8. Fracture surfaces of the geopolymers with: (a) epoxy (above) and polyurethane (below) adhesives and UA, (b) epoxy adhesive and BA and (c) polyurethane adhesive and BA.

manipulate the adhesive mixed and the bonding on the surface. After this period, the viscosity, in ambient conditions, tends to increase and start the curing process. The samples bonded with epoxy adhesive presented fragile behavior and lower dispersion in the results of pull-off tests. Fragile adhesives tend to be prone to the presence of defects [32]. The superior pot-life may have helped to produce more homogeneous samples, resulting in fewer defects and better adhesion. Tables 3 and 4 presents a summary of the test results and the respective failure mode. Figures 7 and 8 present the fracture surfaces for pultruded composites and geopolymer specimens, respectively.

Conclusions

This work evaluated the adherence of two adhesive types in pultruded composites and geopolymer substrates using pull-off tests. The effect of surface treatment and adhesive type was verified in geopolymer plates and pultruded composites.

The mechanical properties of the adhesives were obtained by tensile tests. The polyurethane adhesive presented ductile behavior and the epoxy adhesive showed a fragile behavior. Higher pull off strength was obtained for geopolymer substrates treated by UA and bonded with an epoxy adhesive. A tensile strength of 8.3 MPa was achieved,

resulting in the substrate failure. The pultruded composite treated by UA and bonded with polyurethane adhesive presented higher strength of 12.9 MPa and a combination of cohesive and delamination failure modes.

Considering the parameters analyzed in this paper, optimal bonding conditions were obtained for both pultruded and geopolymer substrates treated by UA. The adhesives presented good bonding quality to both substrates. In the case of pultruded composites treated by UA and bonded with a polyurethane adhesive, it is important to avoid intralaminar failure at the adjacent layer to the bonded interface. Moreover, the influence of the curing time and manufacturing conditions of the geopolymer substrate on the results require further investigation.

Acknowledgments

The authors would like to acknowledge the support of the Brazilian research agencies CNPQ, CAPES and FAPERJ and the Brazilian companies *Pultrusão do Brasil* and *Masterpol* by the technical support and materials.

Disclosure statement

None.

ORCID

Silvio de Barros https://orcid.org/http://orcid.org/0000-0002-2520-569X

References

[1] Davidovits J. 2015. False values on CO_2 emission for geopolymer cement/concrete published in scientific papers, Technical Paper #24. Geopolymer Institute Library. Available from: www.geopolymer.org.
[2] Vijaya Rangan B. Geopolymer concrete for environmental protection. Indian Concrete J. 2014;88(4):41–48.
[3] Luhar S, Chaudhary S, Luhar I, et al. Development of rubberized geopolymer concrete: strength and durability studies. Constr Build Mater. 2019;204:740–753.
[4] Deshmukh K, Parsai R, Anshul A, et al. Studies on fly ash based geopolymeric material for coating on mild steel by paint brush technique. Int J Adhes Adhes. 2017;75:139–144.
[5] Rego SR, Gomes KC, Rosas M, et al. Application of geopolymeric adhesives in ceramic systems subjected to cyclic temperature environments. J Adhes. 2014;90(1):120–133.
[6] De Barros S, De Souza JR, Gomes KC, et al. Adhesion of geopolymer bonded joints considering surface treatments. J Adhes. 2012;88(4–6):364–375.
[7] Davidovits J, et al. 1996. Fire response of geopolymer structural composites. Proceedings of the First International Conference on Fiber Composites in Infrastructure. p. 972–981.
[8] Lahoti M, Tan KH, Yang E-H. A critical review of geopolymer properties for structural fire-resistance applications. Constr Build Mater. 2019;221:514–526.
[9] Joshi SC. Manufacture techniques for polymer matrix composites. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2012.

[10] Ding L, Liu X, Wang X, et al. Mechanical properties of pultruded basalt fiber-reinforced polymer tube under axial tension and compression. Constr Build Mater. 2018; 176:629–637.
[11] Zhao X, Wang X, Wu Z, et al. Experimental study on effect of resin matrix in basalt fiber reinforced polymer composites under static and fatigue loading. Constr Build Mater. 2020;242:118121.
[12] Balasubramanian K, Mohamed T.H. Sultan, N. Rajeswari, 4 - Manufacturing techniques of composites for aerospace applications, Editor(s): Mohammad Jawaid, Mohamed Thariq, In Woodhead Publishing Series in Composites Science and Engineering, Sustainable Composites for Aerospace Applications, Woodhead Publishing, 2018, Pages 55–67, ISBN 9780081021316, https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102131-6.00004-9.
[13] Stazi F, Giampaoli M, Rossi M, et al. Environmental ageing on GFRP pultruded joints: comparison between different adhesives. Compos Struct. 2015;133:404–414.
[14] Godat A, Légeron F, Gagné V, et al. Use of FRP pultruded members for electricity transmission towers. Compos Struct. 2013;105:408–421.
[15] Morgado T, Correia JR, Silvestre N, et al. Experimental study on the fire resistance of GRRP pultruded tubular beams. Compos B. 2018; 139:106–116.
[16] Keller T, Tirelli T. Fadigue behavior pf adhesively connected pultruded GFRP profiles. Compos Struct. 2004;65(1):55–64.
[17] Ungureanu D, Ţăranu N, Isopescu D-N, et al. *IOP Conference*. IOP Conf Ser Mater Sci Eng. 2018;400:032011.
[18] Budhe S, Banea MD, de Barros S, et al. An updated review of adhesively bonded joints in composite materials. Int J Adhes Adhes. 2017;72:30–42.
[19] Ghumatkar A, Budhe S, Sekhar R, et al. Influence of adherend surface roughness on the adhesive bond strength. Lat Am j Solids Struct. 2016;13(13):2356–2370.
[20] Guzanová A, Brezinová J, Draganovská D, et al. A study of the effect of surface pretreatment on the adhesion of coatings. J Adhes Sci Technol. 2014;28(17):1754–1771.
[21] Sousa JM, Correia JR, Firmo JP, et al. Effects of thermal cycles on adhesively bonded joints between pultruded GFRP adherends. Compos Struct. 2018;202:518–529.
[22] Hamdi M, Saleh MN, Poulis JA. Improving the adhesion strength of polymers: effect of surface treatments. J Adhes Sci Technol. 2020;34(17):1853–1870.
[23] Souza JM, Correia JR, Gonilha J, et al. Durability of adhesively bonded joints between pultruded GFRP adherends under hygrothermal and natural ageing. Compos Part B. 2019;158:475–488.
[24] Fazli H, Mohd Yassin AY, Shafiq N, et al. Pull-off testing as an interfacial bond strength assessment of CFRP-concrete interface exposed to a marine environment. Int J Adhes Adhes. 2018;84:335–342.
[25] Geo-Pol. Geopolymer cement properties. Accessed 2018 Jul 10. Available from: http://www.geopol.com.br/default.asp?area=08&pag=3&pro=1.
[26] ASTM D 638. Standard test method for tensile properties of plastics. ASTM International, West Conshohocken, PA; 2014. www.astm.org.
[27] ASTM D 4541-17. Standard test method for pull-off strength of coatings using portable adhesion testers, ASTM International, West Conshohocken, PA; 2017. www.astm.org.
[28] Sundriyal P, Pandey M, Bhattacharya S. Plasma-assisted surface alteration of industrial polymers for improved adhesive bonding. Int J Adhes Adhes. 2020;101:102626.
[29] Tayeh BA, Bakar BHA, Johari MAM, et al. The relationship between substrate roughness parameters and bond strength of ultra high performance fiber concrete. J Adhes Sci Technol. 2013;27(16):1790–1810.
[30] Silva L. F M d, de Magalhães AG, de Moura MFSF. Juntas Adesivas Estruturais. Publindústria, Produção de Comunicação, Ltda; 2007.
[31] Mikami C, Wu H-C, Elarbi A. Effect of hot temperature on pull-off strength of FRP bonded concrete. Constr Build Mater. 2015;91:180–186.
[32] da Silva LFM, Rodrigues TNSS, Figueiredo MAV, et al. Effect of adhesive type and thickness on the lap shear strength. J Adhes. 2006;82(11):1091–1115.

APÊNDICE 7 – Artigo publicado em Janeiro de 2021 na revista *Journal of Advanced Joining Processes*: *Adhesion of epoxy and polyurethane adhesives in pultruded composite material*

Journal of Advanced Joining Processes 3 (2021) 100045

Contents lists available at ScienceDirect

Journal of Advanced Joining Processes

journal homepage: www.elsevier.com/locate/jajp

Adhesion of epoxy and polyurethane adhesives in pultruded composite material

A.C. Passos[a], M.M. Arouche[a], R.A.A. Aguiar[a], H.R.M. Costa[a], S. de Barros[a,b,*], E.M. Sampaio[c]

[a] CEFET/RJ, Federal Center for Technological Education of Rio de Janeiro, Av. Maracanã, 229, 20271-110 Rio de Janeiro/RJ, Brazil
[b] GeM Institute, UMR 618 CNRS, CESI, Saint-Nazaire, France
[c] IPRJ/UERJ, Institute Polytechnic of Rio de Janeiro, Rua do Bonfim, 25, 28625-570 Nova Friburgo/RJ, Brazil

ARTICLE INFO

Keywords:
Pultruded Composites
Single lap joints
Surface treatment
Epoxy adhesive
Polyurethane adhesive

ABSTRACT

An increase in applications of pultruded composite material has been noted in the last decades. The material is usually employed in sectors that require high mechanical properties as well as chemical and corrosion resistance. The pultruded profiles can be joined by mechanical fasteners (i.e. bolts) or adhesive bonding. Bonded joints present many advantages, such as low weight, design flexibility and corrosion resistance. However, an inherent property of the polymers is the low superficial energy, which tends to be detrimental to the adhesion quality of the structure. In this sense, is important to perform a proper surface treatment and select an adequate adhesive.

The present work investigates the influence of the adhesive type and surface treatment on the adhesion of pultruded composites. Three polyurethane adhesives and an epoxy adhesive were evaluated using tensile tests in bulk specimens. Then, the composite bonded joint was tested using single lap joints (SLJs). Two methods of mechanical abrasion were applied as surface treatment: unidirectional abrasion (UA) and bidirectional abrasion (BA). The treated samples presented rougher and more homogeneous surface profiles. Results revealed that the surface treatments improved the adhesion quality of the bonded materials compared to untreated samples. The high surface roughness produced by the BA together with a ductile adhesive resulted in the best improvement of the joint strength.

Introduction

Fiber reinforced polymers (FRPs) are composite materials made of a polymeric matrix reinforced with continuous fibers. The matrix is generally a thermoset or thermoplastic resin reinforced with synthetic fibers (glass, carbon or aramid) (Joshi, 2012) and, more recently, natural fibers such as jute, kenaf, hemp, coir bamboo, sugar palm and sisal. Studies has been developed in order to minimize the main drawbacks of biocomposites (Biswas et al., 2019; Sahu and Gupta, 2019). The fiber treatment of a pultruded biocomposite made of vinylester matrix reinforced with jute fiber improved the mechanical properties of the material (Ray et al., 2002).

The pultrusion is a continuous manufacturing process of FRP profiles with a constant section usually reinforced with glass fibers (GFRP) (Smith, 2007). These materials are applied in different sectors of industries, such as civil construction, aerospace and automobile, as an alternative for conventional materials (Stazi et al., 2015; Sundriyal et al., 2020). Fig. 1 shows applications of pultruded composites in structures. Fig. 1a shows an industrial shed for salt production with a total area of 21,000 m^2 (Pultrusão do, 2020). Mooring pillars and beams are made of concrete and other elements are made of pultruded composites. Fig. 1b show stairs, guardrail and floor grid made of pultruded composites of a fertilizer factory in Brazil. No damage was found after three years of service life (Pultrusão do, 2020). Compared with steel, the high specific strength, light weight, corrosion resistance, low electrical and thermal conductivity represent substantial advantages. The main limitations of pultruded profiles are the initial costs that is usually higher than a similar structure made of steel (Stazi et al., 2015) and the lower fire and heat resistance. However, the higher costs can be compensated by the longer service life and the no maintenance required in the composite structure.

The correct joining method between pultruded profiles is an important factor in a project (Ungureanu et al., 2018a). Mechanical fastening and adhesive bonding are the main joining methods applied in GFRP structures (Ascione et al., 2016). Bonded joints present important advantages, such as a more uniform stress distribution between the substrates, high corrosion resistance and low weight (Heshmati et al., 2015; Ascione, 2009; Ascione et al., 2017). Additionally, the fibers are preserved, which favors the mechanical performance of the material.

* Corresponding author at: CEFET/RJ, Federal Center for Technological Education of Rio de Janeiro, *Av*. Maracanã, 229, 20271-110 Rio de Janeiro/RJ, Brazil.
E-mail address: silvio.debarros@gmail.com (S. de Barros).

https://doi.org/10.1016/j.jajp.2021.100045
Received 10 November 2020; Received in revised form 12 January 2021; Accepted 12 January 2021
2666-3309/© 2021 The Author(s). Published by Elsevier B.V. This is an open access article under the CC BY-NC-ND license (http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/)



Fig. 1. Examples of pultruded structures: (a) elements of an idustrial shed, (b) stairs, guardrail and floor grid (Pultrusão do, 2020).

Comparing with mechanical fasteners (i.e. bolts), bonded joints require lower investment (Keller and Tirelli, 2004; Zhang et al., 2009). However, the manufacturing process may induce residual stresses to the adhesive layer depending on the joint design (Günther et al., 2020). Different types of adhesives can be applied in bonding pultruded profiles, the most common being the epoxy adhesives (Stazi et al., 2015; Ungureanu et al., 2018a2018b). The typical stiff and brittle behavior of epoxy adhesives allows them to withstand higher stresses while polyurethane adhesives usually tolerate lower stresses, present ductile behavior and inferior stiffness (Vallée et al., 2017).

In the manufacturing of pultruded profiles, some components are mixed to the resin matrix. The mold release is included in the resin in order to avoid friction with the oven, reducing the adhesion properties (Ascione, 2009). Therefore, surface treatments are indicated to improve the adhesion performance of the material. Plasma, acid etching and machining are some surface treatments used in polymeric substrates (Sundriyal et al., 2020). The mechanical interlocking is the adhesion mechanism more observed in pultruded bonded joints. The increase of the surface roughness provided by mechanical abrasion is shown to improve the intensity and density of the interlocking adhesion forces (Ungureanu et al., 2018a; De Barros et al., 2012). Since the superficial veil decreases the adhesion performance of the material, manufacturers recommend the use of a surface treatment (Ghumatkar et al., 2016). These works show that different surface treatments have significant effect on the mechanical behavior of composite bonded joints. Simple and reliable solutions for the optimization of the performance of bonded structures can be achieved by new combinations of different materials and surface treatments.

This work aims to investigate the influence of the adhesive type and surface treatment on the adhesion of pultruded composites. Three polyurethane adhesives and an epoxy adhesive were evaluated using tensile tests in bulk specimens. Then, the composite bonded joint is tested using single lap joints (SLJs). Two methods of mechanical abrasion were applied as surface treatment: unidirectional abrasion (UA) and bidirectional abrasion (BA). The performance of the bonded joints is evaluated.

Materials and methods

The materials and manufacturing process of bulk adhesive samples and single lap joints are described in this section.

Bulk adhesives

The mechanical properties of four different adhesives were evaluated using tensile tests: the epoxy P 110 and the polyurethanes E LTX, E 300 and E 1500, provided by *Masterpol*. Six bulk specimens of each adhesive were manufactured according to the standard ASTM D 638 (D638-01, 2002). Fig. 2 shows the manufacturing process, specimen geometry and test set up. The section in the center of the specimens has 13 mm of width and 2.85 mm of thickness. The adhesives were produced according to the manufacturer instructions and cured for 24 h at room conditions. Tensile tests were conducted in an *Instron* test machine model 5966 with a load cell of 10 kN. Tests were performed at a constant displacement of 1.0 mm/min for a relatively slow (quasi-static) fracture.

Bonded joints

Single lap joints (SLJs) were manufactured in order to study the mechanical behavior of pultruded composite bonded joints using different adhesives. The composite plates were provided by *Pultrusão do Brasil*, made of an acrylic resin as matrix and glass fibers as reinforcement. The composite substrates were cut from a plate with 3 mm thickness, in accordance with standards ASTM D 1002 (D1002-10, 2019) and ASTM D 3163 (D3163-01, 2014). The substrates have 25 mm width and 101 mm length, as shown in Fig. 3a. Two different surface treatments were manually applied with sandpaper (grit 80): unidirectional abrasion (UA) in parallel with the glass fibers, and bidirectional abrasion (BA) with an additional abrasion in the perpendicular direction. After the surface treatment and prior to bonding, the substrate surfaces were cleaned with acetone in order to remove any grease or release agent remained from the previous processes. An adhesive thickness of 0.2 mm and an overlap length of 12 mm was applied, as illustrated in Fig. 3a. Fig. 3b shows the specimens manufacture and Fig. 3c shows the test set up. For each surface condition and adhesive five specimens were manufactured. Tensile tests were performed using an *Instron* test machine model 5966 with a load cell of 10 kN and a constant displacement of 1.3 mm/min, as recommended in ASTM D 1002 (D1002-10, 2019).

Results and discussions

This section presents the adhesive properties obtained from tensile tests in the bulk adhesive specimens, as well as the roughness resulted from the surface treatment of the pultruded composites. Then, the influence of the different adhesives and surface treatments in the performance of the bonded joints is evaluated in the SLJs.

Adhesive properties

Representative load-displacement curves of the adhesives are shown in Fig. 4. The tested adhesives presented remarkably different mechanical behavior. Individual load-displacement curves are then presented in Fig. 5. The P 110 epoxy adhesive (Fig. 5a) presented a fragile behavior and high mechanical properties, with the maximum stress of 17.17 MPa. The E LTX polyurethane adhesive (Fig. 5b) presented a ductile behavior and intermediate properties, with maximum stress of 11.73 MPa. The E 300 (Fig. 5c) and E 1500 (Fig. 5d) polyurethane adhesives presented ductile behavior but stresses significantly lower than the E LTX and the P

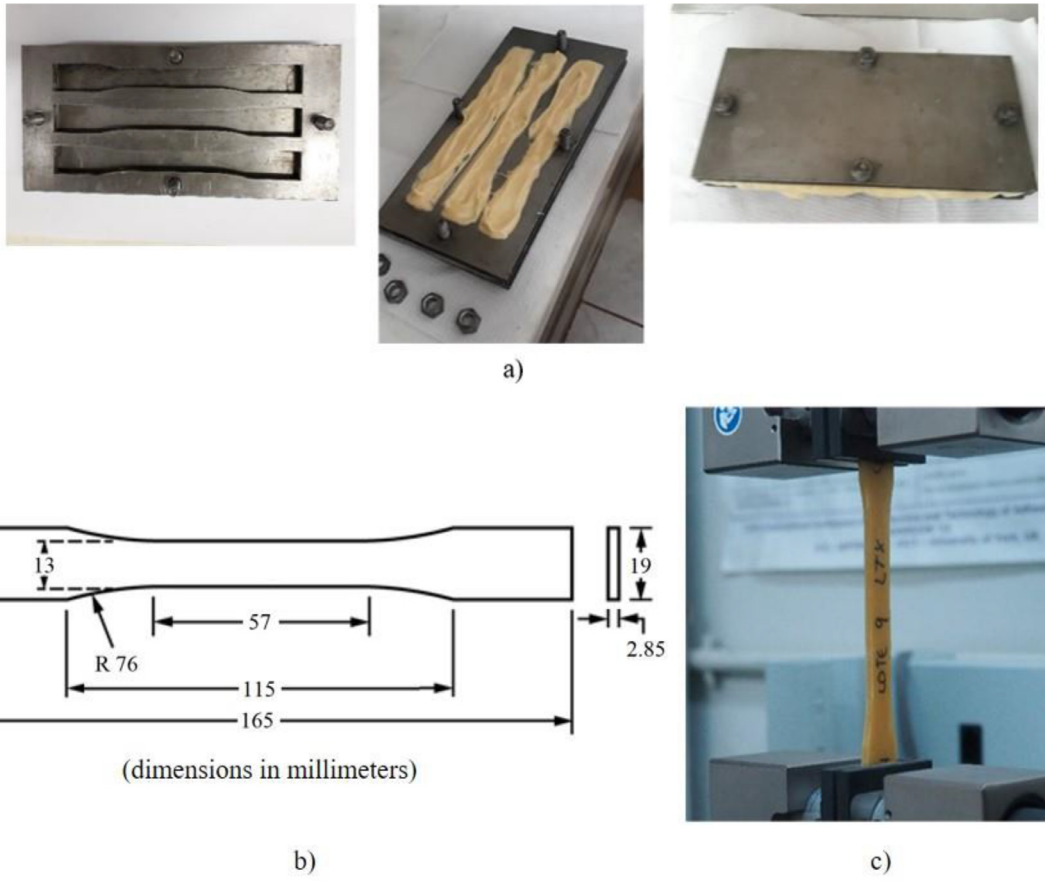


Fig. 2. Tensile tests in bulk adhesives: (a) specimens manufacturing, (b) geometry (dimensions in millimeters) and (c) test set up.

Table 1
Adhesive properties.

Adhesive	P 110 (epoxy)	E LTX (polyurethane)	E 300 (polyurethane)	E 1500 (polyurethane)
Maximum Stress (MPa)	17.17 ± 2.58	11.73 ± 1.01	1.128 ± 0.097	2.548 ± 0.093

110. The maximum stress is 1.128 MPa for the E 300 adhesive and 2.548 for the E 1500 adhesive. Therefore, the adhesives E 300 and E 1500 will not be tested in the bonded joints. The adhesive properties are shown in Table 1. No voids were observed in the tested bulk adhesive specimens. Samples that presented defects were discarded.

Surface roughness

In order to evaluate the effectiveness of the mechanical surface treatment applied, the surface roughness was analyzed using a 3D rugosimeter (Talyscan 150, Taylor Hobson). An area of 2 mm x 2 mm with a spacing of 1 μm (axis x) and 10 μm (axis y) was considered. The parameter Ra describes the average roughness of the profile, it means, the average between peaks and valleys (Rudawska, 2019). Fig. 6 shows the roughness profile of an untreated surface (Fig. 6a), and surfaces treated with unidirectional abrasion (Fig. 6b) and bidirectional abrasion (Fig. 6c). The bidirectional abrasion resulted in a more homogenous profile. A similar length of the peaks in the different areas tends to enable a soft transition between the regions and improve the surface adhesion (Ungureanu et al., 2018a). The surface treated with BA presented considerably higher roughness compared to the UA and the untreated surface, as shown in Table 2.

Table 2
Average surface roughness.

Surface Condition	R_a (μm)
Untreated	0.961 ± 0.147
UA	1.433 ± 0.402
BA	4.005 ± 0.905

Single lap joints

The influence of adhesive properties and surface treatment on the strength of the pultruded composite bonded joints are discussed in this section.

Representative load-displacement curves of the tensile tests in SLJs are shown in Fig. 7. The SLJs curves load-displacement for untreated and UA treated samples shown a similar behavior and an increase in the maximum load with the treatment. For the SLJs treated using BA, the joints bonded with the P 110 adhesive (Fig. 7a) showed loadings higher than the untreated joints but lower than the joints treated using UA. In the case of SLJs bonded with the E LTX (Fig. 7b), the BA treatment resulted in higher loadings than the UA treatment.

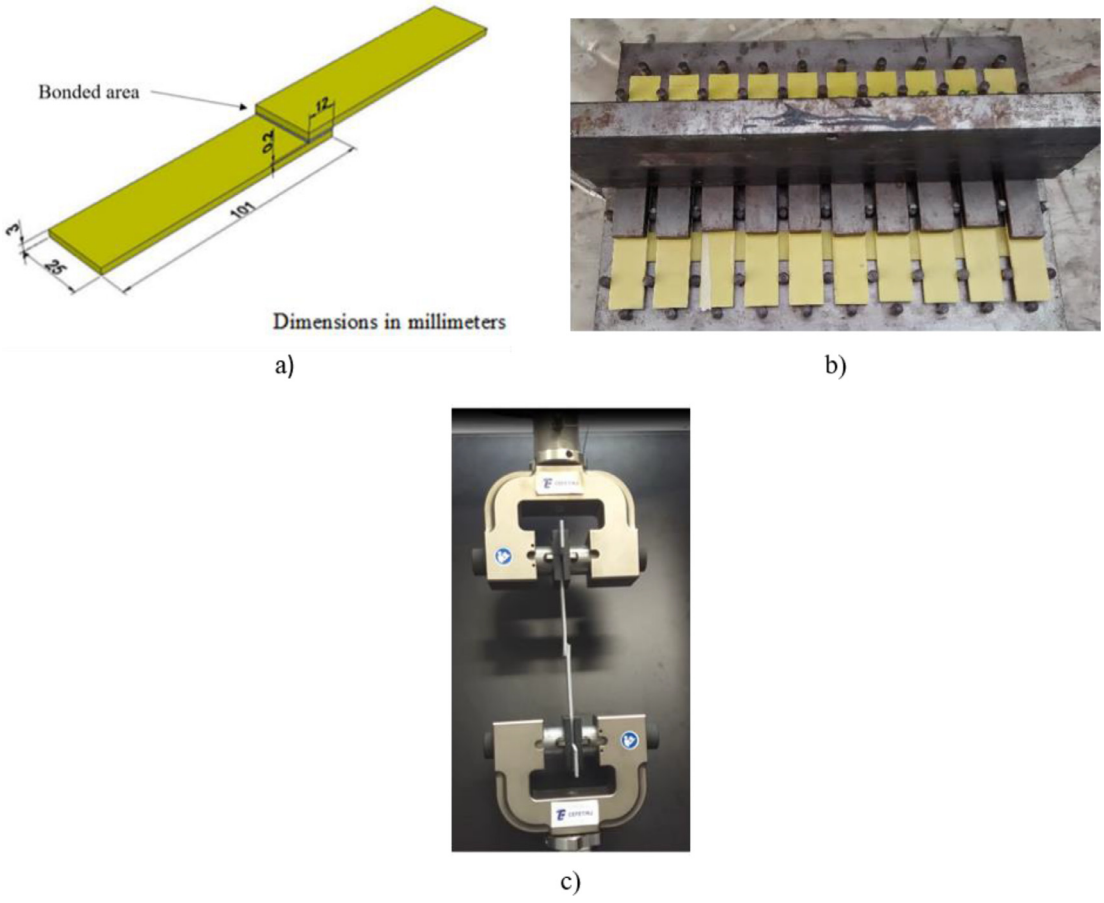


Fig. 3. SLJ (a) geometry (dimensions in millimeters). (b) bonding process and (c) test set up.

Table 3
Average test results of the tensile tests in SLJs.

Adhesive	Surface Condition	Maximum Stress (MPa)	Failure Mode
P 110	untreated	4.04 ± 0.88	Adhesive
	UA	10.4 ± 0.52	Cohesive and delamination
	BA	7.68 ± 0.68	Cohesive and adhesive
E LTX	untreated	4.48 ± 1.08	Adhesive
	UA	9.77 ± 0.96	Cohesive
	BA	11.5 ± 1.82	Cohesive

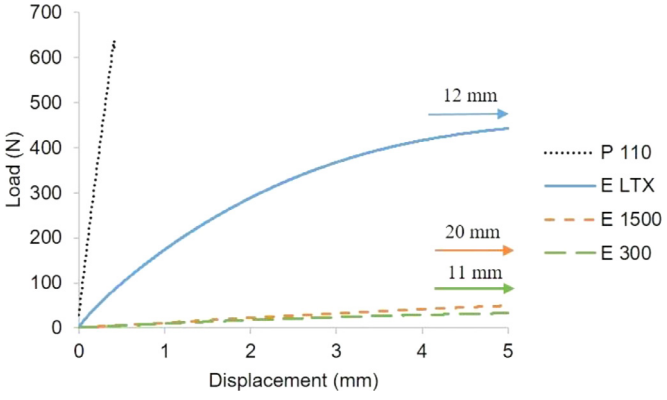


Fig. 4. Representative load-displacement curves of the tested adhesives.

Table 3 presents the average joint strength and the failure mode of each tested configuration. Specimens bonded with the P 110 and E LTX adhesives treated using UA presented an increase in the shear strength of 157% and 118%, respectively. For the BA, the maximum stress increased 90% in joints bonded with the P 110 adhesive and 156% for joints with the E LTX adhesive. Results of the P 110 epoxy adhesive were lower than expected while the E LTX polyurethane adhesive presented superior results than usually found in the literature (Ungureanu et al., 2018a).

Fig. 8 shows the fracture surfaces of specimens bonded with P 110 adhesive. Samples manufactured with untreated surfaces (Fig. 8a) presented adhesive failure, indicating pour adhesion of the bonded joint (Ungureanu et al., 2018a). In the case of UA (Fig. 8b), cohesive failure is observed as the main failure mode. The cohesive failure is considered the ideal in tests of SLJs once the mechanical properties of the adhesive are considered in the analysis (Ungureanu et al., 2018a). Moreover, delamination failure occurred in the layer of the pultruded profile adjacent to the bonded interface. This failure mode is usually observed in the fracture of composite bonded materials (Arouche et al., 2021). For the samples treated using BA, the presence of adhesive failure in some areas decreased the joint strength.

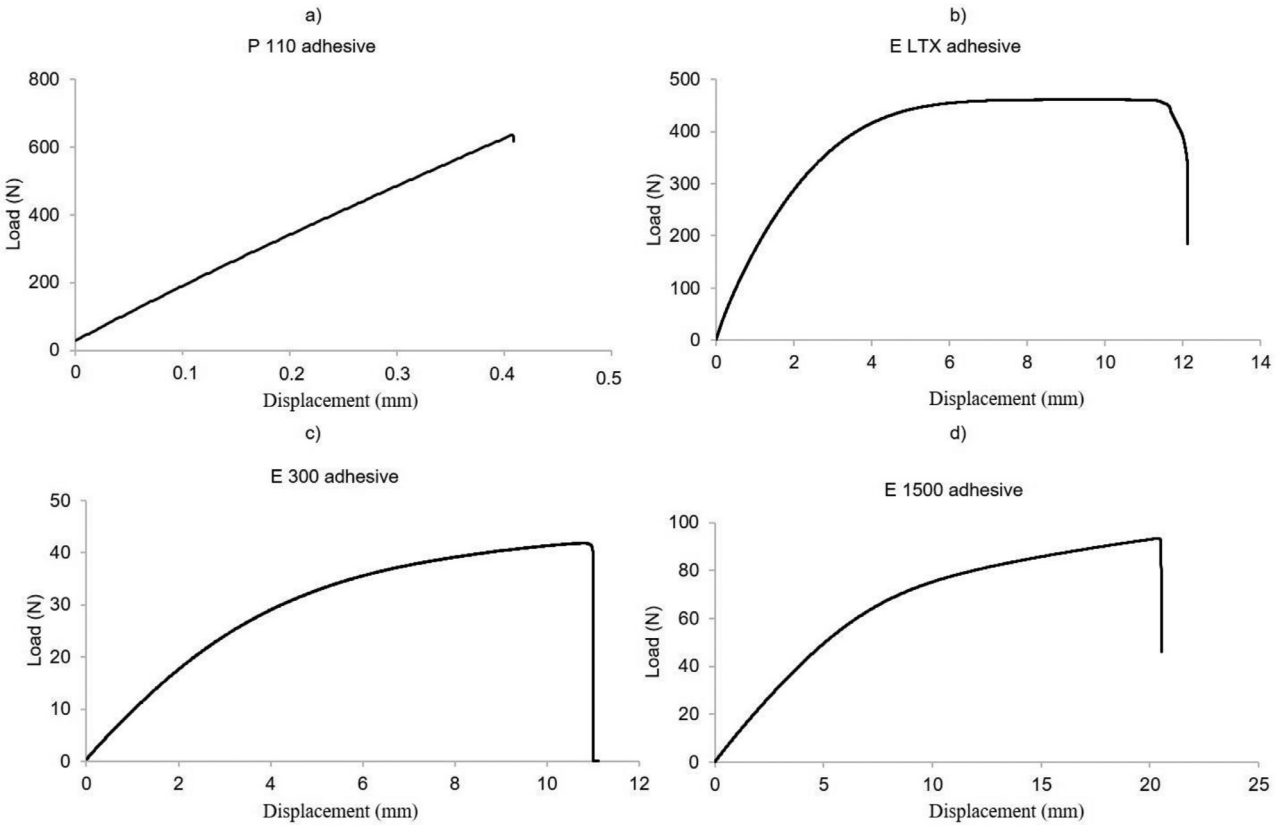


Fig. 5. Individual load-displacement curves of the (a) P 110 and (b) E LTX, (c) E 300 and (d) E 1500 adhesives.

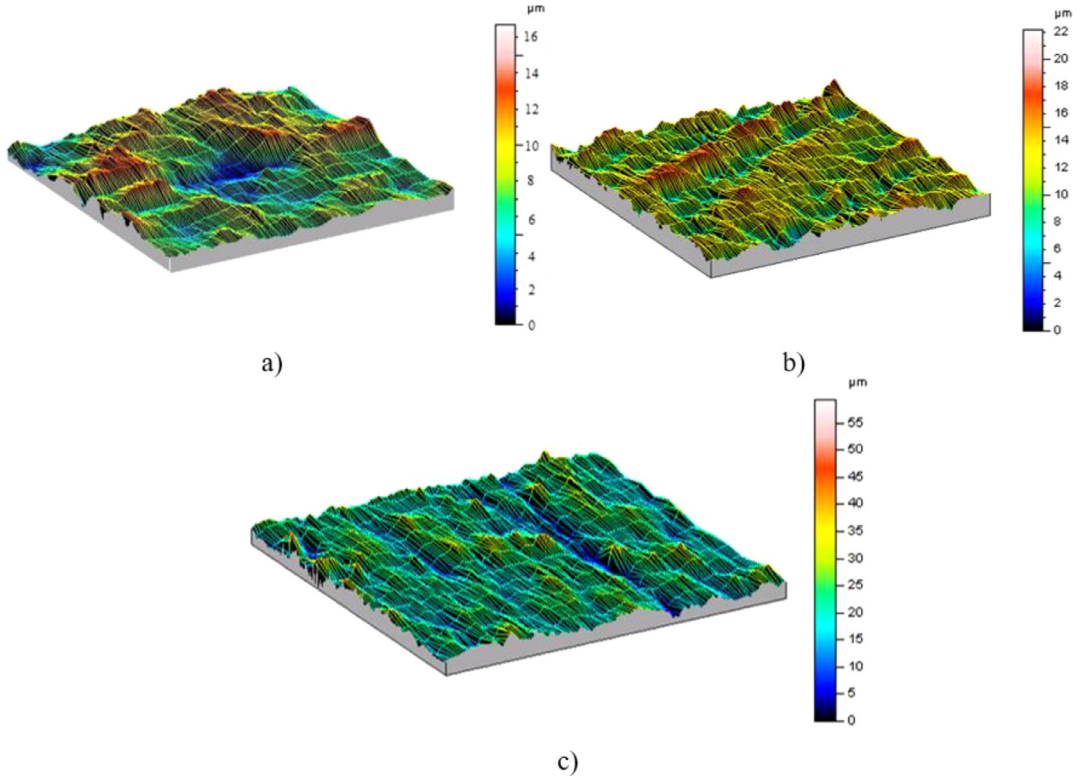


Fig. 6. Surface profile of (a) untreated surface, (b) treated with unidimensional abrasion (UA) and (c) treated with bidirectional abrasion (BA).

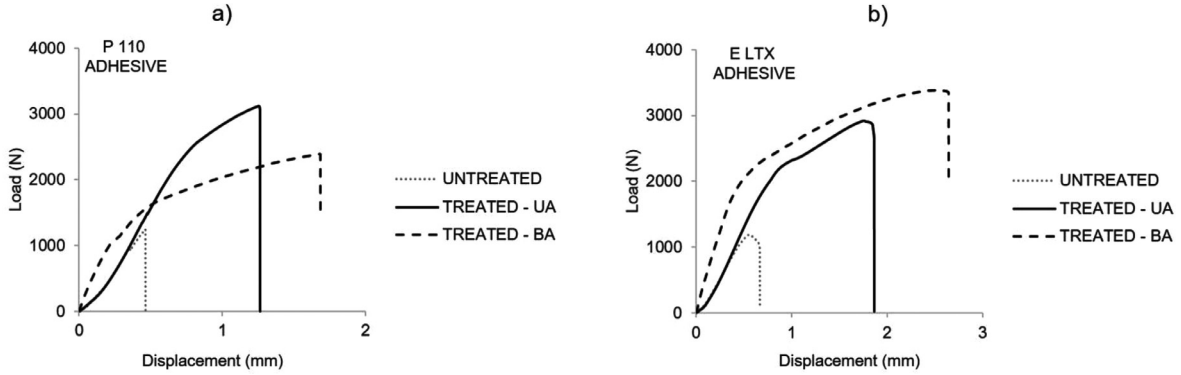


Fig. 7. Representative load-displacement curves of the tensile tests in SJLs with (a) P 110 and (b) E LTX adhesives.

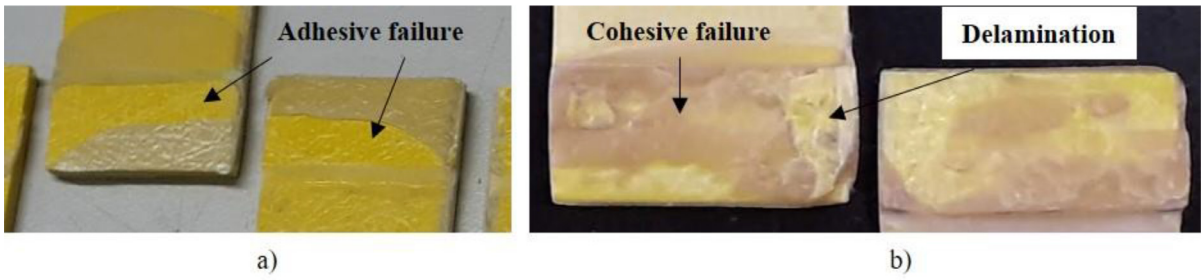


Fig. 8. Representative fracture surfaces of P 110 samples (a) untreated and (b) treated with UA.

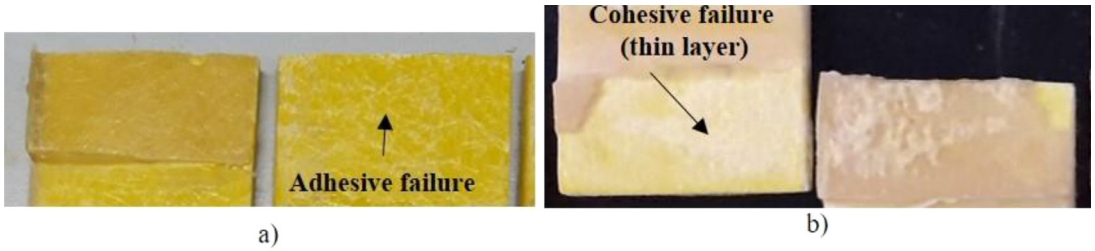


Fig. 9. Representative fracture surfaces of E LTX samples (a) untreated and (b) treated with UA.

Fracture surfaces of E LTX samples are shown in Fig. 9. Specimens with untreated surfaces (Fig. 9a) presented adhesive failure, while the UA (Fig. 9b) revealed fracture surfaces with cohesive failure. These results are similar to the specimens bonded with P 110 adhesive and are considered a result of an efficient surface treatment (Ungureanu et al., 2018a; Ghumatkar et al., 2016; Guzanová et al., 2014). The surface treatment with UA improved the adhesion quality of the pultruded composites bonded joints, resulting in a change of failure modes and consequent improvement in the performance of the structure.

The fracture surfaces of the sample submitted to the UA and bonded with the P 110 adhesive was examined using an optical microscopy in order to analyze the delamination failure. Fig. 10 shows the fractography with a magnification of 6.3 times. The composite delamination occurred in the mat, closer to the longitudinal fibers.

Fracture surfaces of the bonded joints treated with BA are shown in Fig. 11. In these cases, cohesive failure was identified as the main failure mode. The presence of minor areas with adhesive failure in specimens bonded with the adhesive P 110 (Fig. 11a) decreased the joint strength. Specimens bonded with the P 110 adhesive produced an intermediate strength of 7.68 MPa, between the untreated samples and treated using UA. The fragile behavior of the P 110 (see Fig. 5a) may have contributed for a reduction of the mechanical anchorage in rougher substrates, as the presence of minor areas with poor adhesion is observed. In the case of samples bonded with the E LTX adhesive (Fig. 11b), tests resulted in a joint strength of 11.5 MPa. The mechanical properties and ductile behavior of the adhesive (see Table 1 and Fig. 5b), together with the higher surface roughness produced by the BA, resulted in the highest strength among the tested configurations.

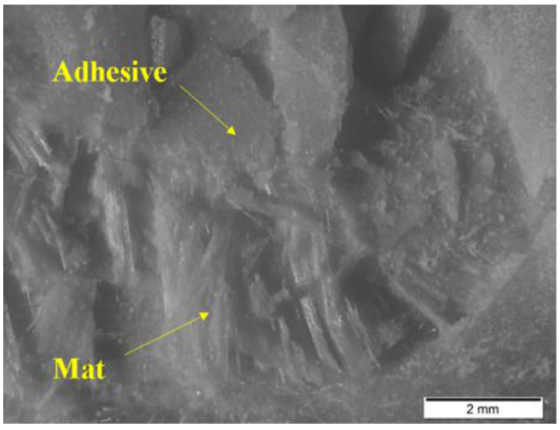


Fig. 10. Fractography (6.3x) of a delamination area in P110 sample.

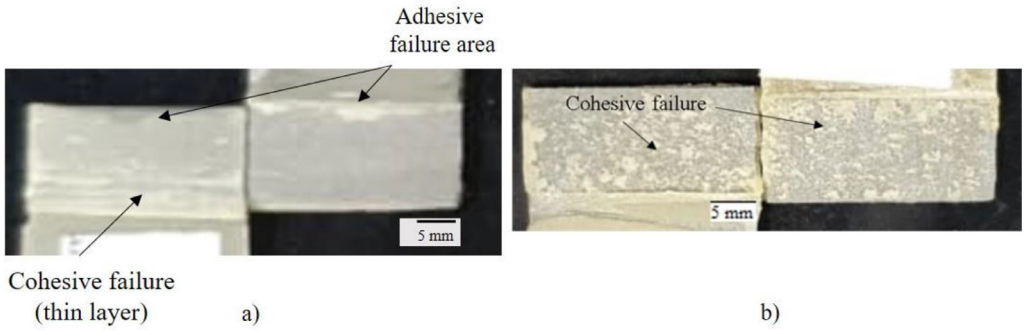


Fig. 11. Representative fracture surfaces of (a) P 110 and (b) E LTX adhesives treated with BA.

Stazi et al. (2015) obtained different results for SLJs bonded with epoxy and polyurethane adhesives. For bonded joints with an epoxy adhesive, results showed superior strength. In this research, a better performance of the joint was achieved with a polyurethane adhesive. This exemplifies how different parameters of substrate material, surface treatment and adhesive properties can affect the strength of a bonded joint (Stazi et al., 2015; da Silva et al., 2006).

Conclusions

The main objective of this study was to evaluate the influence of the adhesive type and surface treatment in the strength of pultruded composite bonded joints. The mechanical behavior of four adhesives were obtained by tensile tests. Unidirectional abrasion (UA) and bidirectional abrasion (BA) were applied as surface treatment. The roughness was evaluated using a 3D rugosimeter. Tests were carried out in SLJs and the strength and failure mode of the bonded joints were examined.

The P 110 adhesive presented a fragile behavior, while the E LTX, E 1500 and E 300 adhesives presented ductile behavior. The treated samples presented rougher and more homogeneous surface profiles. The increase of the surface roughness was more significant in samples treated using BA.

Tests on the SLJs revealed change in the failure mode with the surface treatment from adhesive to cohesive, indicating an increase in the adhesion quality. In bonded joints with the P 110 adhesive, higher stresses were achieved in the samples treated with UA, while bonded joints with the E LTX adhesive showed higher strength with BA. Both P 110 epoxy adhesive and E LTX polyurethane adhesive presented an increase higher than 150% of the joint strength. The E LTX adhesive showed better improvement than the P 110 adhesive as result of manual surface treatment. It is implied that the ductile behavior of the adhesive together with the higher surface roughness produced by the BA contributed to a more efficient mechanical anchorage of the E LTX polyurethane adhesive.

Acknowledgment

The authors would like to acknowledge the support of the Brazilian research agencies CNPQ, CAPES and FAPERJ, and the Brazilian companies Pultrusão do Brasil and Masterpol for the technical support and research materials supplied.

References

Joshi, S.C., 2012. Manufacture Techniques for Polymer Matrix Composites. Woodhead Publishing Limited, Cambridge, pp. 381–413.
Biswas, B., Bandyopadhyay, N.R., Sinha, A., 2019. Unsaturated Polyester Resins – Fundamentals, Design, Fabrication, and Applications. Elsevier, pp. 407–434.
Sahu, P., Gupta, M.K., 2019. A review on the properties of natural fibres and its bio-composites: effect of alkali treatment. J. Mater. Des. Appl. 234 (1), 198–217. doi:10.1177/1464420719875163.
Ray, D., Sarkar, B.K., Das, S., et al., 2002. Dynamic mechanical and thermal analysis of vinylester-resin-matrix composites reinforced with untreated and alkali-treated jute fibres. Compos. Sci. Technol. 62, 911–917. doi:10.1016/S0266-3538(02)00005-2.
Smith, C., 2007. *The Impact of Release Agents On Pultruded FRP*. Composite & Polycon, American Composites Manufactures Association.
Stazi, F., Giampaoli, M., Rossi, M., Munafò, P., 2015. Environmental ageing on GFRP pultruded joints: comparison between different adhesives. Compos. Struct. 133, 404–414. doi:10.1016/j.compstruct.2015.07.067.
Sundriyal, P., Pandey, M., Bhattacharya, S., 2020. Plasma-assisted surface alteration of industrial polymers for improve adhesive bonding. Int. J. Adhes. Adhes. 101, 102626. doi:10.1016/j.ijadhadh.2020.102626.
Pultrusão do, B., 2020. Composites Structures http://www.pultrusao.com.br/?pg=alb (accessed 20 October.
Ungureanu, D., Țăranu, N., Isopescu, D-N, et al., 2018a. Failure particularities of adhesively bonded joints between pultruded GFRP composite profiles. IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng. 400, 032011. doi:10.1088/1757-899X/400/3/032011.
Ascione, L., Caron, J.-F., Godonou, P., et al., 2016. Prospect For New Guidance in the Design of FRP. EUR 27666 EN doi:10.2788/22306.
Heshmati, M., Haghani, R., Al-Emrani, M., et al., 2015. Environmental durability of adhesively bonded FRP/steel joints in civil engineering applications: state of the art. Compos. Part B 81, 259–275. doi:10.1016/j.compositesb.2015.07.014.
Ascione, F., 2009. Mechanical behaviour of FRP adhesive joints: a theoretical model. Compos. Part B 40 (2), 116–124. doi:10.1016/j.compositesb.2008.11.006.
Ascione, F., Feo, L., Lamberti, M., Penna, R., 2017. Experimental and numerical evaluation of the axial stiffness of the web-to-flange adhesive connections in composite I-beams. Compos. Struct. 176, 702–714. doi:10.1016/.compstruct.2017.05.071.
Keller, T., Tirelli, T., 2004. Fatigue behavior of adhesively connected pultruded GFRP profiles. Compos. Struct. 65, 55–64. doi:10.1016/j.compstruct.2003.10.008.
Zhang, Y., Vassilopoulos A, P., Keller, T, 2009. Environmental effects on fatigue behavior of adhesively-bonded pultruded structural joints. Compos. Sci. Technol. 69 (7–8), 1022–1028. doi:10.1016/j.compscitech.2009.01.024.
Günther, N., Griese, M., Stammen, E., Dilger, K., 2020. Loading capacity of adhesive joints regarding their manufacturing process. J. Adv. Join. Process. 1, 100020. doi:10.1016/j.jajp.2020.100020.
Ungureanu, D., Țăranu, N., Lupăşteanu, V., et al., 2018b. Experimental and numerical investigation of adhesively bonded single lap and thick adherents joints between pultruded GFRP composite profiles. Compos. Part B 146, 49–59. doi:10.1016/j.compositesb.2018.03.041.
Vallée, T., Tannert, T., Fecht, S., 2017. Adhesively bonded connections in the context of timber engineering – a review. J. Adhes. 93 (4), 257–287. doi:10.1080/00218464.2015.1071255.
De Barros, S., De Souza, J.R., Gomes, K.C., Sampaio, E.M., Barbosa, N.P., Torres, S.M., 2012. Adhesion of geopolymer bonded joints considering surface treatments. J. Adhes. 88, 364–375. doi:10.1080/00218464.2012.660075.
Ghumatkar, A., Budhe, S., Sekhar, R., et al., 2016. Influence of adherend surface roughness on the adhesive bond strength. Latin Am. J. Solids Struct. 13, 2356–2370. doi:10.1590/1679-78253066.
D638-01, A.S.T.M., 2002. Standard Test Method For Tensile Properties of Plastics. ASTM International, West Conshohocken, PA.
D1002-10, A.S.T.M., 2019. Standard Test Method For Apparent Shear Strength of Single-Lap-Joint Adhesively Bonded Metal Specimens by Tension Loading (Metal–to-Metal). ASTM International, West Conshohocken, PA.
D3163-01, A.S.T.M., 2014. Standard Test Method For Determining Strength of Adhesively Bonded Rigid Plastic Lap-Shear Joints in Shear by Tension Loading. ASTM International, West Conshohocken, PA.
Rudawska, A., 2019. Surface Treatment in Bonding Technology. Elsevier, pp. 87–128.
da Silva, L.F.M., Rodrigues, T.N.S.S., Figueiredo, M.A.V., et al., 2006. Effect of adhesive type and thickness on the lap shear strength. J. Adhes. 82 (11), 1091–1115. doi:10.1080/00218460600948511.
Arouche, M.M., Teixeira de Freitas, S., de Barros, S., 2021. On the influence of glass fiber mat on the mixed-mode fracture of composite-to-metal bonded joints. Compos. Struct. 256, 113109. doi:10.1016/j.compstruct.2020.113109.
Guzanová, A., Brezinová, J., Draganovská, D., Jaš, F., 2014. A study of the effect of surface pre-treatment on the adhesion of coatings. J. Adhes. Sci. Technol. 28 (17), 1754–1771. doi:10.1080/01694243.2014.920762.

APÊNDICE 8 – Artigo resumido publicado em Janeiro de 2021 nos anais do *5th Brazilian Conference on Composite Materials – Adhesion performance of composite and geopolymer sandwich structures.*

ADHESION PERFORMANCE OF COMPOSITE AND GEOPOLYMER SANDWICH STRUCTURES

Ana Passos[a], Marcio Moreira Arouche[a], Ricardo Aguiar[a], Hector Costa[a], Silvio de Barros[a, b], Eduardo Sampaio[c]
[a]Federal Center for Technological Education of Rio de Janeiro – CEFET/RJ
Av. Maracanã 229, 20271-110, Rio de Janeiro, Brazil
acvianapassos@gmail.com, marcio.m.arouche@gmail.com, ricardoamar@yahoo.com.br, hectorey@gmail.com

[c]GeM Institute
UMR 6183 CNRS, CESI, Saint-Nazaire, France.
silvio.debarros@gmail.com

[c]IPRJ/UERJ, Institute Polytechnic of Rio de Janeiro
Rua do Bonfim, 25, 28625-570, Nova Friburgo/RJ, Brazil
edu.msampaio@gmail.com

Keywords: composite materials; geopolymer; epoxy adhesive; polyurethane adhesive; Sandwich structures.

Abstract. *Composite materials are employed as an alternative of conventional materials due their interesting properties, such as, environmental resistance, strength-to-weight ratio and low maintenance required, even in aggressive conditions. However, a limitation to the application of the composites materials is the low resistance to high temperatures due the polymeric matrix. Geopolymers are inorganic polymers used mainly instead Ordinary Portland Cement (OPC) in civil engineering. They combine high mechanical properties, corrosion resistance and thermal stability, allowing the use as a thermal barrier. The main objective of this study is to evaluate the effect of adhesive type and surface treatment on the adhesion between geopolymers and pultruded composites. Pull off tests were carried out in composite-adhesive-geopolymer sandwich structures. The surfaces of the substrates were treated using unidirectional abrasion (UA) and bidirectional abrasion (BA). Epoxy and polyurethane adhesives were tested. Higher strength of 7.22 MPa was obtained from specimens bonded with epoxy adhesive and treated using BA.*

1. INTRODUCTION

Composite structures are usually manufactured by pultrusion process, which consists in pull continuous fibers in a resin through a mold up to the cure. Different profiles can be produced. Carbon, Basalt and glass fibers are applied as reinforcement according to parameters of mechanical properties, cost and availability [1-3]. The use of natural fibers has also been studied [4]. The pultruded composite materials present interesting properties that allow their use as an alternative to conventional materials, such as metals. The high strength, light weight, low thermal conductivity and superior corrosion resistance [5, 6] allows the use of composites in structures subjected to aggressive environment with minimum maintenance. However, the polymeric matrix restricts the application of composite materials in sectors where heat resistance is required [7].

Geopolymers have been applied as an alternative to the Ordinary Portland Cement (OPC) due the comparable performance and lower emission of carbon dioxide (CO_2) compared with the OPC. More than 13 million tons of CO2 per year are resulted of the OPC manufacturing process, which corresponding of around 7% of the total emission in the world [9-11]. The geopolymer, also referred as

inorganic polymer is resulted from a reaction of solid aluminosilicate and aqueous alkaline hydroxide or silicate solution. The geopolymer chemical and mechanical properties changes according with the composition, what gives flexibility to the production for specific apllications [9]. An important property of this material is the capacity of maintaining the mechanical properties under high temperatures [12, 13] and fire resistance [14].

The use of geopolymer plates as a thermal barrier to composites structures requires a efficient union method, ensuring good adhesion and resistance to aggressive environments. Adhesive bonding is one of the most used method to joint composite profiles due some important vantages such as, lower weight, corrosion resistance, uniform stress distribuition in the bonding area and design flexibility [5, 15-17]. Previously studies revealed better adhesion quality of epoxy and polyurethane adhesives in bonding composite profiles [5]. However, a proper surface treatment must be carefully evaluated in order to ensure high adhesion performance in bonded joints [18-21].

In this research, the adhesion of sandwich structures made of composite and geopolymer substrates is evaluated. Specimens are bonded either with an epoxy adhesive or a polyurethane adhesive. The surfaces treatment and roughness were evaluated for the improvement of the adhesion quality. Pull off tests were carried out to evaluate the influence of the surface treatment and adhesive type in the bonding performance of the sandwich structures.

2. MATERIALS AND METHODS

2.1. Specimen design and manufacture

The composite material was produced by pultrusion process with a thermoset resin and reinforced with unidirectional glass fibers. Composite samples with 3 mm thickness were received from the manufacturer (Pultrusão do Brasil). Surface veil and a superficial mat are applied to improve the finish. Round plates of 20 mm diameter were cut for the tests.

The geopolymer material applied is this study is a commercial geopolymer cement GP 109R1-M15 (Geo-Pol, Brazil), indicated for applications of moderate mechanical performance. The main components are SiO_2, Al_2O_3, CaO, Na_2O, K_2O and the secondary ones: MgO, TiO_2, Fe_2O_3 with the molar ratio of SiO_2/Al_2O_3 equals 5.35 and the molar ratio of M_2O/SiO_2 equals 0.21. The thermal conductivity remains between 0.24 - 0.3 W/m.K [22]. Two geopolymer samples were prepared according with the manufacturer by using a proportion of 1:1 (in weight) of precursor and activator with between 5% and 10% weight of distilled water. A mixer was used to complete homogenization for 5 minutes under 100 rpm. Agglomerates were not added to the material. The geopolymers samples were cured in a silicone mold of 200 x 10 mm for 30 days. The manufacturing operations were performed in the laboratory at room conditions.

Two different adhesives were tested for the bonding the composite and geopolymer materials: an epoxy adhesive or a polyurethane adhesive. Tensile tests were performed in bulk adhesive specimens in a test machine Instron at a speed of 1mm/min under laboratory conditions according with the standard ASTM D 638 [23].

Two different surface treatments were evaluated: unidirectional abrasion (UA) and bidirectional abrasion (BA). Manual abrasion was applied in the bonding surfaces with sandpaper (grid 80). After the surface treatment, the substrates were cleaned with acetone. The adhesive was manually applied, and the cure process took 24 hours.

2.2. Experimental procedure

The performance of the sandwich structures was evaluated using pull off tests, according with the standard ASTM D 4541 [24]. An automatic adhesion tester (Positest AT-A, Brazil) was used with a 20 mm diameter test dolly, grit blasted (G40). Figure 1a shows a scheme of the pull off test specimen. Figure 1b shows an image of the specimen before the test. Five samples were tested for each adhesive and surface treatment, as shows in Table 1.

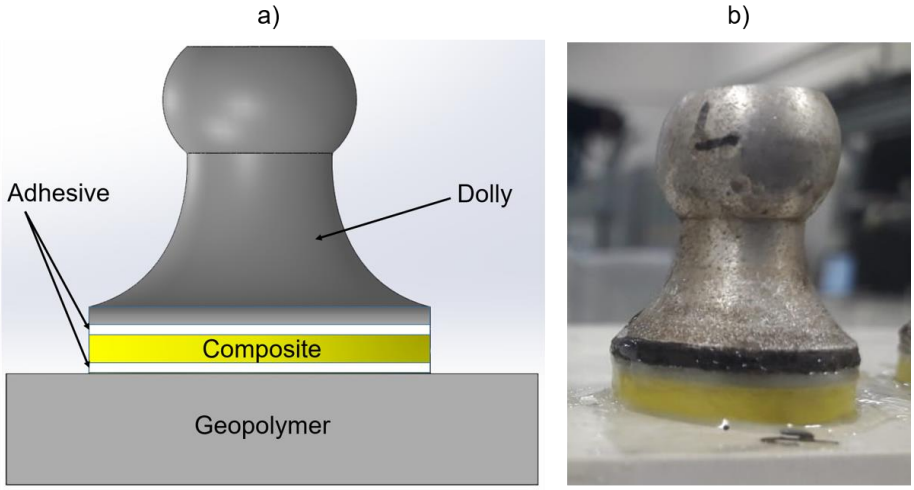


Figure 1: Pull off sandwich test set up: a) bonding illustration b) bonded dolly with cured adhesive before the pull off sandwich test.

Table 1: Pull off in sandwich structure: adhesive and surface condition analyzed.

Adhesive	Surface treatment	Number of tests
Polyurethane	Unidirectional abrasion (UA)	5
	Bidirectional abrasion (BA)	5
Epoxy	Unidirectional abrasion (UA)	5
	Bidirectional abrasion (BA)	5

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1. Adhesive properties

The adhesive properties obtained from bulk adhesives tests are shown in Table 2. The epoxy adhesive presented fragile behavior and the polyurethane adhesive a relatively ductile behavior with young moduli of, respectively, 4500 MPa and 442 MPa.

Table 2: Adhesive properties.

Adhesive	Young Modulus (MPa)	Average Strain (mm/mm)	Average Stress (MPa)
Epoxy	4500.6 ± 175.7	0.0026 ± 0.0004	11.15 ± 1.53
Polyurethane	442.8 ± 38.2	0.18 ± 0.12	6.02 ± 1.51

3.2. Pull off tests

Figure 2 shows the average strength failure obtained from the pull off tests according with the adhesive and surface treatment. Samples bonded with the epoxy adhesive supported higher strength, which varied in according with the surface treatment. For the UA, the failure average strength was 5.93 MPa. In samples treated with BA, the average strength was 7.22 MPa. For the polyurethane adhesive, the maximum average strength obtained was 3.02 MPa in the BA and 2.13 MPa in the UA.

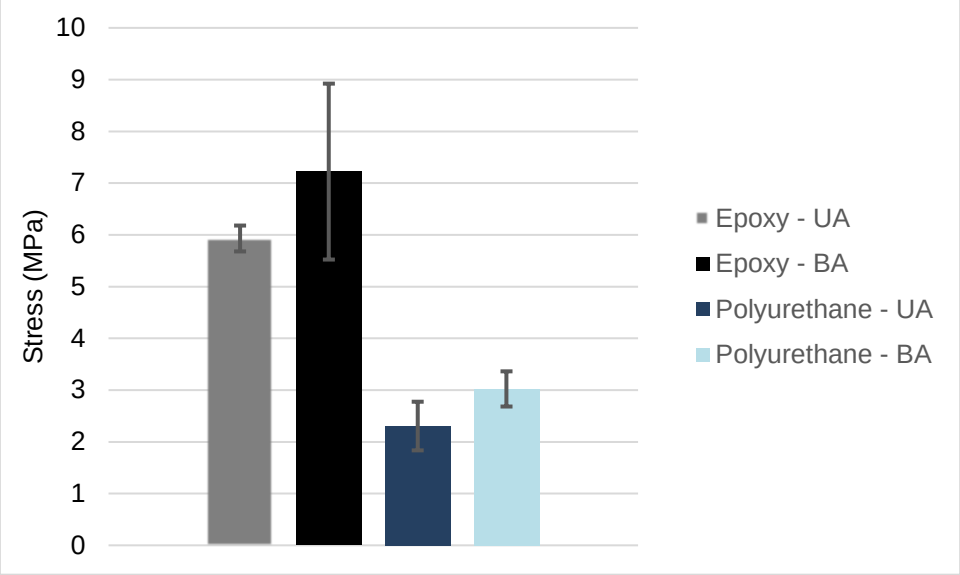


Figure 2: Average pull off strength.

4. CONCLUSION

Pull off tests were performed to evaluate the adhesion performance of composite and geopolymer sandwich structures. The composite and geopolymer substrates were treated by unidirectional abrasion (UA) and bidirectional abrasion (BA). An epoxy and a polyurethane adhesive were analyzed. Conclusions were found from the experiments:

- Higher strength was obtained from specimens bonded with epoxy adhesive and treated using bidirectional abrasion.

- Small differences in the geopolymer manufacturing process may result in significant variations of the structural performance.

- The failure mode must be analyzed in order to have a better understanding of the performance of the structure.

ACKNOWLEDGEMENTS

This work was supported by the Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES); Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) and Fundação Carlos Chagas Filho de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro (FAPERJ) [001].

REFERENCES

[1] Joshi, S. C., *Manufacture Techniques for Polymer Matrix Composites* (Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2012), pp. 381-413

[2] Lining Ding, Xia Liu, Xin Wang, Hongjiao Huang, Zhishen Wu, Mechanical properties of pultruded basalt fiber-reinforced polymer tube under axial tension and compression, *Construction and Building Materials* (2018), https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.05.036

[3] Xing Zhao, Xin Wang, Zhishen Wu, Jin Wu, Experimental study on effect of resin matrix in basalt fiber reinforced polymer composites under static and fatigue loading, *Construction and Building Materials* (2020), https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118121

[4] K. Balasubramanian, Mohamed T.H. Sultan and N. Rajeswari, Sustainable Composites for Aerospace Applications (Woodhead Publishing, 2018), pp. 55-67

[5] Stazi F, Giampaoli M, Rossi M, Munafò P, Environmental ageing on GFRP pultruded joints:

Comparison between different adhesives (2015), *Composite Structures*, http://dx.doi.org/10.1016/j.compsruct.2015.07.067
[6] A. Godat et al, Use of FRP pultruded members for electricity transmission towers, *Composite Structures* (2013), https://dx.doi.org/10.1016/j.compstruct.2013.05.025
[7] Morgado T, Correia J R, Silvestre N, Branco F A, Experimental study on the fire resistance of GRRP pultruded tubular beams (2018), *Composites Part B*, https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.11.036
[8] Pultrusão do Brasil. *Composites structures*, http://www.pultrusao.com.br/?pg=alb (accessed 20 October 2020)
[9] Aziz et al, Manufacturing parameters influencing fire resistance of geopolymers: A review (2017), *J Materials: Design and Apllications*, DOI: 10.1177/1464420716668203
[10] S. Luhar, S. et al, Development of rubberized geopolymer concrete: Strength and durability studies (2019), *Construction and Building Materials*, https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.01.185
[11] Deshmukh K, Parsai R, Anshul A, Singh A, Bharadwaj P, Gupta R, Mishra D, Amriphale S S, Studies on fly ash based geopolymeric material for coating on mild steel by paint brush technique, *International Journal of Adhesion and Adhesive*s (2017), http://dx.doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2017.03.002
[12] S. R. Rego, K. C. Gomes, M. Rosas, S. M. Torres & S. de Barros (2014) Application of Geopolymeric Adhesives in Ceramic Systems Subjected to Cyclic Temperature Environments, *The Journal of Adhesion*, 90:1, 120-133, DOI: 0.1080/00218464.2013.794109
[13] S. De Barros, J. R. De Souza, K. C. Gomes, E. M. Sampaio, N. P Barbosa & S. M.Torres (2012) Adhesion of Geopolymer Bonded Joints Considering Surface Treatments, *The Journal of Adhesion*, 88:4-6, 364-375, DOI: 10.1080/00218464.2012.660075
[14] Lahoti M, Tan K H, Yang E-H, A critical review of geopolymer properties for structural fire-resistance applications, *Construction and Building Materials* (2019), DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2019.06.076
[15] Keller T, Tirelli T, Fadigue behavior pf adhesively connected pultruded GFRP profiles (2004), *Composite Structures*, DOI: 10.1016/j.compstruct.2003.10.008
[16] D Ungureanu et al 2018 IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. and Eng. 400 032011
[17] S. Budhe, M.D. Banea, S. de Barros & L.F.M da Silva, An updated review of adhesively bonded joints in composite materials (2017), *International Journal of Adhesive and Adhesives*, DOI: 10.1016/j.ijadhadh.2016.10.010
[18] A. Ghumatkar et al, Influence of Adherend Surface Roughness on the Adhesive Bond Strength (2016), *Latin American Journal of Solids and Structures*, DOI: 10.1590/1679-78253066.
[19] Anna Guzanová, Janette Brezinová, Dagmar Draganovská & František Jaš (2014) A study of the effect of surface pre-treatment on the adhesion of coatings, *Journal of Adhesion Science and Technology*, 28:17, 1754-1771, DOI: 0.1080/01694243.2014.920762
[20] João M Sousa, João R Correia, João P Firmo, Susana Cabral-Fonseca, Effects of termal cycles on adhesively bonded joints between pultruded GFRP adherends (2018), *Composite Structures*, https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2018.02.081
[21] Marouen Hamdi, Mohamed Nasr Saleh & Johannes A. Poulis (2020) Improving the adhesion strength of polymers: effect of surface treatments, *Journal of Adhesion Science and Technology*, 34:17, 1853-1870, DOI: 10.1080/01694243.2020.1732750
[22] Geo-Pol, Geopolymer Cement Properties, http://www.geopol.com.br/default.asp?area=08&pag=3&pro=1 (accessed 10 July 2018).
[23] ASTM D 638, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014, www.astm.org
[24] ASTM D 4541-17. Standard Test Method for Pull-Off Strength of Coatings Using Portable Adhesion Testers, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017, www.astm.org

RESPONSIBILITY NOTICE

The authors are the only responsible for the printed material included in this paper.