



Programa de Doctorado en Tecnologías Industriales y de
Telecomunicación

Caracterización y modelización de adhesivos hiperelásticos, y su aplicación en uniones estructurales de alta flexibilidad

Francisco Javier Simón Portillo

Director de la tesis

Dr. D. Miguel Sánchez Lozano

Codirector de la tesis

Dr. D. Lucas Filipe Martins da Silva

Universidad Miguel Hernández de Elche

La presente Tesis Doctoral, titulada “*Caracterización y modelización de adhesivos hiperelásticos, y su aplicación en uniones estructurales de alta flexibilidad*” se presenta bajo la modalidad de **tesis por compendio** de las siguientes **publicaciones**:

Artículos:

- F. J. Simón-Portillo, D. Abellán-López, F. Arán, L. F. M. Da Silva, and M. Sánchez-Lozano. “Methodology for the mechanical characterisation of hyperelastic adhesives. Experimental validation on joints of different thicknesses,” *Polymer Testing*, vol. 129, p. 108286, 2023, doi: 10.1016/J.POLYMERTESTING.2023.108286.
- Simon Portillo F.J., Cuadrado Sempere Ó., Marques E., Sánchez Lozano M., da Silva L.F.M. Mechanical Characterization and Comparison of Hyperelastic Adhesives: Modelling and Experimental Validation, *J. Appl. Comput. Mech.*, 8(1), 2022, 359–369. <https://doi.org/10.22055/JACM.2021.38119.3242>.

Capítulo de libro:

- Simón-Portillo, F.J., Cuadrado, O., Marques, E.A.S., Sánchez-Lozano, M., da Silva, L.F.M. (2024). Experimental Validation of the Characterisation of Highly Flexible Adhesives Using Multiple Specimen Configurations. *Proceedings in Engineering Mechanics*. Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-031-48363-9_2.



El Dr. D. Miguel Sánchez Lozano, director, y el Dr. D. Lucas Felipe Martins da Silva, codirector de la tesis doctoral titulada *“Caracterización y modelización de adhesivos hiperelásticos, y su aplicación en uniones estructurales de alta flexibilidad”*

INFORMAN:

Que D. *Francisco Javier Simón Portillo* ha realizado bajo nuestra supervisión el trabajo titulado *“Caracterización y modelización de adhesivos hiperelásticos, y su aplicación en uniones estructurales de alta flexibilidad”* conforme a los términos y condiciones definidos en su Plan de Investigación y de acuerdo al Código de Buenas Prácticas de la Universidad Miguel Hernández de Elche, cumpliendo los objetivos previstos de forma satisfactoria para su defensa pública como tesis doctoral.

Lo que firmamos para los efectos oportunos, en Elche, de junio de 2024

Director de la tesis

Dr. D. Miguel Sánchez Lozano

Codirector de la tesis

Dr. D. Lucas F. M. da Silva



El Dr. D. *Óscar Reinoso García*, Coordinador del Programa de Doctorado en Tecnologías Industriales y de Telecomunicación-TECNIT

INFORMA:

Que D. *Francisco Javier Simón Portillo* ha realizado bajo la supervisión de nuestro Programa de Doctorado el trabajo titulado *“Caracterización y modelización de adhesivos hiperelásticos, y su aplicación en uniones estructurales de alta flexibilidad”* conforme a los términos y condiciones definidos en su Plan de Investigación y de acuerdo al Código de Buenas Prácticas de la Universidad Miguel Hernández de Elche, cumpliendo los objetivos previstos de forma satisfactoria para su defensa pública como tesis doctoral.

Lo que firmo para los efectos oportunos en Elche, junio de 2024

Prof. Dr. D. *Óscar Reinoso García*

Coordinador/a del Programa de Doctorado en Tecnologías Industriales y de Telecomunicación-
TECNIT

ÍNDICE GENERAL

RESUMEN	1
ABSTRACT	3
1. INTRODUCCIÓN	5
1.1. Uniones adhesivas.....	6
1.1.1. Clasificación adhesivos.....	6
1.1.2. Modos de trabajo y roturas.....	9
1.1.2.1. Esfuerzo/uniones representativas	9
1.1.2.2. Fallos en uniones adhesivas.....	10
1.1.3. Aplicación de uniones adhesivas flexibles	11
1.2. Caracterización de adhesivos.....	13
2. OBJETIVOS Y METODOLOGÍA	15
2.1. Objetivos.....	15
2.2. Metodología.....	16
3. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA SOBRE MATERIALES HIPERELÁSTICOS	19
3.1. Marco teórico para la descripción de materiales hiperelásticos.....	19
3.2. Modelos hiperelásticos	23
3.2.1. Modelos fenomenológicos basados en invariantes de deformación (I)	23
3.2.1.1. Modelo Polinomial	24
3.2.1.2. Mooney-Rivlin.....	24
3.2.1.3. Neo-Hookean	25
3.2.1.4. Yeoh	25
3.2.2. Modelos fenomenológicos basados en razones de estiramiento principal (λ).....	25
3.2.2.1. Ogden.....	25
3.3. Ajuste de modelos hiperelástico	26
3.3.1. Ensayos para ajustes de constantes hiperelásticas	27
4. MÉTODOS DE ENSAYOS Y SIMULACIÓN	33
4.1. Ensayo uniaxial de tracción	33
4.2. Ensayo probeta planar.....	34

4.3.	Ensayo probeta SLJ.....	35
4.3.1.	<i>Ensayo SLJ estudio temperatura.....</i>	36
4.4.	Ensayo tracción.....	38
4.5.	Ensayo desgarro.....	39
4.6.	Método elementos finitos.....	40
5.	ESTUDIO EXPERIMENTAL.....	41
5.1.	Adhesivos altamente flexibles disponibles en el mercado.....	41
5.1.1.	<i>Ensayos preliminares y selección del adhesivo.....</i>	42
5.1.2.	<i>Ensayos probetas DCB-Tracción.....</i>	45
5.1.2.1.	<i>Resultados y discusión experimental.....</i>	45
5.2.	Análisis de adhesivos hiperelásticos a altas temperaturas.....	48
5.2.1.	<i>Introducción.....</i>	48
5.2.2.	<i>Análisis termomecánico adhesivos.....</i>	48
5.2.3.	<i>Condiciones de ensayo.....</i>	49
5.2.4.	<i>Resultados experimentales y discusión.....</i>	50
5.2.4.1.	<i>Análisis de resultados en tracción.....</i>	50
5.2.4.2.	<i>Probetas SLJ.....</i>	52
6.	DESARROLLO DEL PROCEDIMIENTO DE CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE ADHESIVOS HIPERELÁSTICOS.....	57
6.1.	Procedimiento de caracterización.....	57
6.1.1.	<i>Ajuste y preselección de modelos hiperelásticos a partir de datos de ensayos de materia.....</i>	57
6.1.2.	<i>Selección y validación de los modelos hiperelásticos con probetas SLJ-DCB.....</i>	59
6.2.	Propuesta inicial de ajuste modelos hiperelástico.....	60
6.2.1.	<i>Introducción.....</i>	60
6.2.2.	<i>Definición de modelo y estimación de las constantes hiperelásticas (SikaFlex 252).....</i>	61
6.2.3.	<i>Validación mediante ensayos SLJ y selección del modelo.....</i>	63
6.3.	Definición final de procedimiento de caracterización.....	66
6.3.1.	<i>Introducción.....</i>	66
6.3.2.	<i>Influencia de las dimensiones de la probeta planar. Estudio experimental.....</i>	67
6.3.3.	<i>Ajustes y preselección de los modelos hiperelásticos (SikaFlex 252).....</i>	69
6.3.4.	<i>Definición final de la geometría de la de probeta planar y selección de modelo de material.....</i>	74

6.3.5.	<i>Validación (SLJ-DCB)</i>	75
7.	APLICACIÓN DE LA METODOLOGÍA DE CARACTERIZACIÓN A DIFERENTES ADHESIVOS Y CONDICIONES	79
7.1.	Ajuste de modelos hiperelásticos Teroson MS 939	79
7.1.1.	<i>Validación SLJ-DCB</i>	83
7.2.	Ajuste de modelos para SikaFlex 252 a 50 °C	85
7.2.1.	<i>Validación SLJ</i>	88
8.	APLICACIÓN DE LOS MODELOS AJUSTADOS AL ANÁLISIS Y OPTIMIZACIÓN DE UNIONES REALES	91
8.1.	Aplicación a probetas sometidas a esfuerzos combinados (AI).....	91
8.1.1.	<i>Metodología ensayos/simulación</i>	91
8.1.2.	<i>Resultados/validación</i>	92
8.2.	Estudio de fijación de railes de estiba a carrocerías de vehículos industriales	93
8.2.1.	<i>Metodología de ensayo</i>	94
8.2.2.	<i>Metodología de simulación</i>	96
8.2.3.	<i>Resultados de los ensayos</i>	97
8.2.4.	<i>Validación de modelo y optimización de la unión</i>	98
9.	CONCLUSIONES Y LÍNEAS FUTURAS	101
9.1.	Conclusiones	101
9.2.	Principales aportaciones	103
9.3.	Líneas futuras.....	104
	BIBLIOGRAFÍA	105
	Anexo 1. Equipamiento utilizado	115
1.1.	Máquina de ensayo	115
1.2.	Transductor de fuerza	116
1.3.	Ustillaje específico	116
1.4.	Instrumentos para verificación de probetas	117
	Anexo 2. Publicaciones	119

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1 Representación de las propiedades mecánicas de los grupos de adhesivos.....	7
Figura 1.2 Diferentes tipos de sollicitaciones en uniones adhesivas. a) Tracción; b) Pelado; c) Cortadura; d) Desgarro.....	10
Figura 3.1. Relación tensión-deformación para materiales lineales, elásticos no-lineales y plásticos no-lineal.....	20
Figura 3.2. Probeta uniaxial (dimensiones mm).....	28
Figura 3.3. Probeta compresión uniaxial [29]......	29
Figura 3.4. Ensayo planar.....	29
Figura 3.5. Probeta simple solape (SLJ).	30
Figura 3.6. Probeta de tracción biaxial [66].	31
Figura 4.1. Ensayo de tracción probeta de halterio (ISO 37).	34
Figura 4.2. a) Equipos para inspección visual mediante ensayos no destructivos; b) Lámina de adhesivo con defectos.	34
Figura 4.3. a) Equipo de ensayo planar; b) Garras de montaje probeta planar.	35
Figura 4.4. a) Geometría probeta SLJ (dimensiones en mm); b) Ensayo SLJ.	36
Figura 4.5. a) Geometría probeta SLJ; b) Equipo de ensayo/cámara climática.	38
Figura 4.6. a) Utillaje para fabricación unión tracción; b) Equipo de ensayo.....	39
Figura 4.7. a) Probeta desgarro (DCB); b) Equipo de ensayo.....	39
Figura 5.1. Resultado experimental de las pruebas SLJ-1mm con diferentes adhesivos.	43
Figura 5.2. Resultados experimentales para unión DCB 2-3-4-6 mm de SikaFlex 252.....	46
Figura 5.3. Resultados experimentales para unión de tracción 4-6 mm de SikaFlex 252.....	47
Figura 5.4. a) Máquina ensayos/cámara climática; b) Estudio termino FEA: Distribución de temperatura en la unión pasados 15 min.	50
Figura 5.5. Ensayo representativo del adhesivo SikaFlex 252 a distintas temperaturas (halterio).	51
Figura 5.6. Ensayo representativo del adhesivo Teroson MS 9360 a distintas temperaturas (halterio).	51
Figura 5.7. a) Resultados experimentales SLJ-PRFV-80 °C (Teroson MS 9360); b) Resultados experimentales SLJ-PRFV-80 °C (SikaFlex 252).	53
Figura 5.8. Resultados experimentales SLJ-1mm de Al-PRFV (SikaFlex 252).	53
Figura 5.9. Resultados experimentales SLJ-3mm de Al-PRFV (SikaFlex 252).	54
Figura 6.1. Simulación FEA-SLJ.	59
Figura 6.2. Simulación FEA-DCB.	60
Figura 6.3. Comparación entre experimental-numérico para ensayo uniaxial con diferentes modelos hiperelásticos (SikaFlex 252).	62

Figura 6.4. Comparación entre experimental-numérico para ensayo planar con diferentes modelos hiperelásticos (SikaFlex 252).	62
Figura 6.5. Resultados experimentales y computacionales SLJ-3 mm (SikaFlex 252). Comparación entre los diferentes modelos.	63
Figura 6.6. Resultados experimentales y computacionales SLJ-1 mm (SikaFlex 252). Comparación entre los diferentes modelos.	64
Figura 6.7. Geometría probeta planar.....	67
Figura 6.8. Resultados del ensayo planar para las diferentes geometrías.	68
Figura 6.9. Resultados del ensayo planar para una longitud total de 90 mm.	69
Figura 6.10. Comparación entre experimental-numérico para ensayo uniaxial con diferentes modelos hiperelásticos (150 x 50 x 3 mm) (SikaFlex 252).....	70
Figura 6.11. Comparación entre experimental-numérico para ensayo planar con diferentes modelos hiperelásticos (150 x 50 x 3 mm) (SikaFlex 252).....	71
Figura 6.12. Comparación entre experimental-numérico para ensayo uniaxial con diferentes modelos hiperelásticos (100 x 80 x 3 mm) (SikaFlex 252).....	72
Figura 6.13. Comparación entre experimental-numérico para ensayo planar con diferentes modelos hiperelásticos (100 x 80 x 3 mm) (SikaFlex 252).....	73
Figura 6.14. Resultados experimentales y computacionales para SLJ-3 mm. Comparación entre los diferentes modelos.	75
Figura 6.15. Resultados experimentales y computacionales para SLJ-2-4-6 mm.....	76
Figura 6.16. Resultados experimentales para unión DCB 4-6 mm de SikaFlex 252.	77
Figura 7.1. Comparación experimental-numérico para ensayo uniaxial con diferentes modelos hiperelásticos (Teroson MS 939).	80
Figura 7.2. Comparación entre experimental-numérico para ensayo planar con diferentes modelos hiperelásticos (Teroson MS 939).....	80
Figura 7.3. Resultado experimental y computacionales para SLJ-3 mm. Comparación entre los diferentes modelos (Teroson MS 939).	82
Figura 7.4. Resultados experimentales y computacionales para SLJ-2-4-5 mm (Teroson MS 939).	84
Figura 7.5. Resultado experimental y computacional para DCB-4 mm (Teroson MS 939).	85
Figura 7.6. Comparación entre experimental-numérico para ensayo uniaxial con diferentes modelos hiperelásticos (SikaFlex 252-50 °C).	87
Figura 7.7. Comparación entre experimental-numérico para ensayo planar con diferentes modelos hiperelásticos (SikaFlex 252-50 °C).	87
Figura 7.8. Resultado experimental y computacionales para SLJ-1mm. Comparación entre los diferentes modelos (SikaFlex 252-50 °C).	88

Figura 7.9. Resultado experimental y computacionales para SLJ-3 mm. Comparativa entre los diferentes modelos (SikaFlex 252-50 °C).	89
Figura 8.1. Geometría probeta SLJ-AI (dimensiones en mm).	92
Figura 8.2. Resultados experimentales y computacionales para SLJ-2-3 mm (AI).	93
Figura 8.3. a) Ensayos SLJ-AI-2 mm; b) Simulación FEA.	93
Figura 8.4. a) Probeta adhesivo discontinuo, b) Probeta adhesivo continuo, c) Probeta tornillos.	95
Figura 8.5. Ensayo tracción con anilla de amarre.	96
Figura 8.6. Condiciones de contorno FEA.	97
Figura 8.7. a) Tensiones máxima tracción configuración adhesivo discontinuo 12 mm; b) Unión 12 mm optimizada.	99
Figura 8.8. Resultados computacionales.	99
Figura 8.9. a) Tensiones máxima tracción configuración adhesivo discontinuo; b) Unión optimizada 14 mm.	100

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 4.1. Propiedades mecánicas y físicas (Al-PRFV).	37
Tabla 5.1. Propiedades mecánicas obtenidas para diferentes adhesivos.	44
Tabla 5.2. Resultados para ensayos experimentales DCB.	47
Tabla 5.3. Resultados para ensayos experimentales tracción.	47
Tabla 5.4. Propiedades mecánicas de adhesivo SikaFlex 252 y Teroson MS 9360.	52
Tabla 5.5. Fuerza de rotura SLJ-1mm y SLJ-3mm (N).	55
Tabla 6.1. Constantes hiperelásticas Ogden N=2 (SikaFlex 252).	65
Tabla 6.2. Constantes hiperelásticas Ogden N=1 (SikaFlex 252).	65
Tabla 6.3. Constantes hiperelásticas Mooney-Rivlin (SikaFlex 252).	65
Tabla 6.4. Error relativo obtenido con los diferentes modelos uniones SLJ (SikaFlex 252).	65
Tabla 6.5. Dimensiones probeta planar.	66
Tabla 6.6. Ratio entre los diferentes modelos con probeta planar 150 x 50 x 3 mm y halterio. .	71
Tabla 6.7. Ogden N=2 probeta planar 150 x 50 x 3 mm.	71
Tabla 6.8. Mooney-Rivlin probeta planar 150 x 50 x 3 mm.	71
Tabla 6.9. Ratio entre los diferentes modelos con probeta planar 100x80x3 mm y halterio.	73
Tabla 6.10. Ogden N=2 probeta planar 100 x 80 x 3 mm.	73
Tabla 6.11. Mooney-Rivlin probeta planar 100 x 80 x 3mm.	73
Tabla 6.12. Ratio entre resultado experimental y computacionales para SLJ-3 mm.	75
Tabla 6.13. Error relativo entre simulación y experimental (SLJ).	76
Tabla 7.1. Ratio entre los diferentes modelos con probeta planar 150x50x3 mm y halterio (Teroson MS 939).	81
Tabla 7.2. Constantes ajustadas para Ogden N=1.	81
Tabla 7.3. Constantes ajustadas para Mooney-Rivlin.	81
Tabla 7.4. Constantes ajustadas para Ogden N=2.	81
Tabla 7.5. Constantes ajustadas para Neo-Hookean	81
Tabla 7.6. Ratio entre resultado experimental y computacionales para SLJ-3 mm (Teroson MS 939).	83
Tabla 7.7. Error relativo entre simulación y experimental (SLJ).	84
Tabla 7.9. Ratio entre los diferentes modelos con probeta planar 150 x 50 x 3 mm y halterio. .	86
Tabla 7.10. Constantes ajustadas para Ogden N=2.	86
Tabla 7.11. Constantes ajustadas para Ogden N=3.	86
Tabla 8.1. Propiedades adherentes.	95
Tabla 8.2. Carga máxima ensayos.	98
Tabla 8.3. Carga máxima ensayo y simulación.	98

CARACTERIZACIÓN Y MODELIZACIÓN DE ADHESIVOS HIPERELÁSTICOS, Y SU APLICACIÓN EN UNIONES ESTRUCTURALES DE ALTA FLEXIBILIDAD

RESUMEN

El interés en las uniones adhesivas ha crecido significativamente en el ámbito industrial, y su aplicación se está expandiendo en industrias como la ferroviaria, automotriz y aeroespacial. En particular, el uso de adhesivos flexibles se ha convertido en una tendencia en la industria debido a las ventajas que ofrecen, a pesar de estar menos estudiados que los adhesivos rígidos. Sin embargo, el diseño de estas uniones adhesivas sigue siendo un desafío para los ingenieros debido a que los adhesivos flexibles se encuentran menos estudiados, y no se cuenta en muchos casos con datos suficientes para predecir su comportamiento. Los modelos existentes desarrollados para adhesivos rígidos no pueden predecir con precisión el comportamiento de uniones con adhesivos flexibles, que presentan un bajo módulo elástico, incompresibilidad y grandes deformaciones hasta la rotura. Dado que las simulaciones numéricas se están convirtiendo en una parte integral del diseño de componentes, los ingenieros se enfrentan constantemente al reto de elegir el modelo adecuado, ya que es un requisito para obtener buenas predicciones numéricas.

Ante esta situación, la presente tesis doctoral se centra en la caracterización mecánica de adhesivos con comportamiento hiperelástico y se busca determinar las leyes de comportamiento más adecuadas para su inclusión en modelos de simulación. En primer lugar, se realiza un plan de ensayos con probetas sencillas con configuraciones uniaxial y planar, diseñadas para medir el comportamiento no lineal de los adhesivos tanto a tracción como a cizalladura pura respectivamente. A diferencia de la probeta uniaxial, regulada por la norma de ensayo (ISO-37), para la probeta planar no existe una norma específica. Por tanto, en una primera fase de esta investigación se propone llevar a cabo ensayos con probetas de diferentes dimensiones (ancho-longitud) para evaluar cómo afectan estas dimensiones a los resultados obtenidos.

Se utilizan entonces modelos de elementos finitos para ajustar las leyes de comportamiento del material hiperelástico. Se realizan modelos de las probetas de halterio y planar utilizando diferentes leyes de comportamiento hiperelásticas. Se sigue un procedimiento de ajuste, y se determina que modelo se aproxima mejor a los datos experimentales.

Una vez ajustado el modelo hiperelástico, debería ser posible utilizarlo para simular el comportamiento de diferentes configuraciones de uniones. Para validar el modelo de material seleccionado, se modelizan uniones de simple solape (SLJ) y pelado (DCB) con diferentes espesores de adhesivo, comparando los resultados con los obtenidos experimentalmente mediante el ensayo de probetas con las mismas configuraciones.

Tras la comprobación del correcto funcionamiento del modelo, se simulan uniones sometidas a diferentes esfuerzos. Además, se ha probado la metodología desarrollada usándola para caracterizar otros tipos de adhesivos hiperelásticos, y para caracterizar la influencia de diferentes condiciones ambientales.

Finalmente, con el objetivo de evaluar la aplicabilidad de lo desarrollado en esta tesis, se realizan estudios de uniones utilizadas en carrocerías de vehículos industriales, obteniendo buenos resultados.

CHARACTERISATION AND MODELLING OF HYPERELASTIC ADHESIVES, AND THEIR APPLICATION IN HIGHLY FLEXIBLE STRUCTURAL JOINTS

ABSTRACT

Interest in adhesive bonding has significantly increased in the industrial field, and its application is expanding in industries such as rail, automotive and aerospace. In particular, the use of flexible adhesives has become a trend in the industry due to the advantages they offer, despite being less studied than rigid adhesives. However, the design of these adhesive bonds remains a challenge for engineers because flexible adhesives are less well studied, and in many cases, there is insufficient data to predict their behavior. Existing models developed for rigid adhesives cannot accurately predict the behavior of flexible adhesive bonds, which exhibit low modulus of elasticity, incompressibility and large strains to failure. As numerical simulations are becoming an integral part of component design, engineers are constantly faced with the challenge of choosing the most appropriate model, as this is a prerequisite for accurate numerical predictions.

In light of this situation, this doctoral thesis focuses on the mechanical characterisation of adhesives with hyperelastic behaviour and aims to determine the most suitable behavioral laws for their inclusion in simulation models. Initially, a test plan is implemented using simple specimens with uniaxial and planar configurations, designed to measure the non-linear behaviour of the adhesives in both tensile and pure shear respectively. In contrast to the uniaxial specimen, which is regulated by the test standard (ISO-37), there is no specific standard for the planar specimen. Consequently, in the initial phase of this research, it is proposed that tests be conducted with specimens of varying dimensions (width-length) to ascertain the influence of these dimensions on the results.

Finite element models are subsequently utilized to fit the hyperelastic material behaviour laws. Models of the dumbbell and planar specimens are made using different hyperelastic behaviour laws. A fitting procedure is adhered to, and it is determined which model most accurately approximates the experimental data.

Once the hyperelastic model has been adjusted, it can be used to simulate the behaviour of different joint configurations. To validate the chosen material model, single lap (SLJ) and peel (DCB) joints with different adhesive thicknesses are modeled. The results are then compared with those obtained experimentally by testing specimens with the same configurations.

Once the model has been verified to be functioning correctly, the simulation is initiated and the joints subjected to different stresses are analysed. Moreover, the developed methodology has been tested by applying it to characterise other types of hyperelastic adhesives, and to assess the influence of different environmental conditions.

Finally, to assess the applicability of the findings presented in this thesis, studies were conducted on joints used in industrial vehicle bodies, yielding encouraging results.

1. INTRODUCCIÓN

Las uniones adhesivas surgen como una tecnología revolucionaria en el campo de la ingeniería y de los materiales[1]–[3]. El interés generado en la comunidad científica y tecnológica ha impulsado la investigación y desarrollo de nuevos materiales y técnicas para mejorar la eficiencia y resistencia de las uniones. Esta tesis doctoral se introduce en el mundo de las uniones adhesivas, con un enfoque en industrias como la del automóvil, ferrocarril y la aeroespacial, con el objetivo de contribuir a optimizar los diversos factores que afectan a su rendimiento [4]–[6].

A medida que aumenta la demanda de materiales ligeros, resistentes y versátiles, como los materiales compuestos, las uniones adhesivas se han consolidado como una opción para superar las limitaciones de las técnicas de unión tradicionales. Las uniones adhesivas destacan por su capacidad para distribuir las cargas de forma uniforme, minimizar la concentración de tensiones y resistir condiciones ambientales adversas, estableciéndose como una alternativa innovadora y eficaz. Sin embargo, el éxito de las uniones adhesivas está ligado a un correcto entendimiento de los principios que determinan su comportamiento, así como a la aplicación de técnicas de diseño y fabricación adecuadas [7]–[9].

Esta investigación pretende contribuir al desarrollo y aplicación de las uniones adhesivas que soporten grandes deformaciones antes de experimentar el fallo, proporcionando conocimientos detallados sobre la selección y optimización de adhesivos, así como la mejora continua de los procesos de unión [10]. El objetivo de este trabajo es fomentar el avance tecnológico y la implementación generalizada de las tecnologías adhesivas, impulsando así el avance en el diseño y fabricación de productos más eficientes y duraderos.

La investigación sobre uniones adhesivas en la actualidad es extensa. Sin embargo, el estudio de uniones que emplean adhesivos altamente flexibles es notablemente limitado,

particularmente en el ámbito de la simulación. Esto puede atribuirse a la reciente introducción de los adhesivos flexibles en la industria. Además, estos materiales presentan un comportamiento no lineal. A esto se suma la presencia de no linealidades geométricas debido a las grandes deformaciones para las que se emplean, junto con factores ambientales como la temperatura y el envejecimiento, que complican aún más su análisis.

En este contexto, esta Tesis Doctoral se motiva principalmente por dos razones fundamentales:

- La importancia de adquirir conocimientos sobre el comportamiento mecánico de los adhesivos altamente flexibles, junto con el desarrollo de un modelo numérico constitutivo, como base para su aplicación en el diseño de componentes industriales.
- El margen de mejora que existe para la optimización de las uniones tanto en prestaciones como en coste, dado que en muchas ocasiones están sobredimensionadas debido al escaso conocimiento del comportamiento del material.

1.1. Uniones adhesivas

En la actualidad, las uniones adhesivas han adquirido importancia en una amplia gama de aplicaciones industriales. Empleando diferentes tipos de adhesivos, desde acrílicos hasta siliconas, cada uno con características únicas que los hacen apropiados para diferentes situaciones. Este capítulo ofrece una breve descripción de la clasificación de adhesivos, uniones y sus respectivas aplicaciones.

1.1.1. Clasificación adhesivos

En la industria se encuentran diferentes tipos de adhesivos, desarrollados para diferentes usos específicos, es poco común encontrar una solución que sea adecuada para diferentes aplicaciones. Los adhesivos ofrecen versatilidad y su selección no se limita a una sola propiedad, sino que implica encontrar un equilibrio entre diferentes propiedades que varios adhesivos pueden cumplir [11]. Por lo general, el primer paso en el proceso de selección de adhesivos para uniones estructurales es determinar el tipo de base química del adhesivo más apropiado. Hoy en día, para aplicaciones estructurales podemos elegir entre:

- **Adhesivos Acrílicos:** Basados en polímeros acrílicos, son conocidos por su resistencia a la intemperie y a los rayos UV.
- **Adhesivos Epoxi:** Formados por resinas epoxi y endurecedores, proporcionan fuertes uniones químicas y excelentes propiedades mecánicas.
- **Adhesivos de Poliuretano:** Contienen polímeros de uretano y son versátiles, con propiedades elásticas y buena resistencia a la humedad.
- **Adhesivos de Cianoacrilato:** Rápidos en el proceso de curado, crean uniones fuertes y se utilizan comúnmente en aplicaciones de unión rápida.
- **Adhesivos de Silicona:** Basados en elastómeros de silicona, ofrecen una alta resistencia a la temperatura y son útiles en aplicaciones de sellado y unión.

Los adhesivos epoxis rígidos son los más utilizados en aplicaciones estructurales y también los más estudiados. Estos adhesivos, en general poseen módulos de Young superiores a 1 GPa y presentan deformaciones mínimas hasta el punto de rotura. Como consecuencia, la elasticidad de este tipo de adhesivos ejerce una influencia limitada en el comportamiento global de la estructura. Estos adhesivos tienden a ser frágiles, una propiedad desfavorable, especialmente bajo condiciones de carga dinámicas, cargas cíclicas, vibración e impacto.

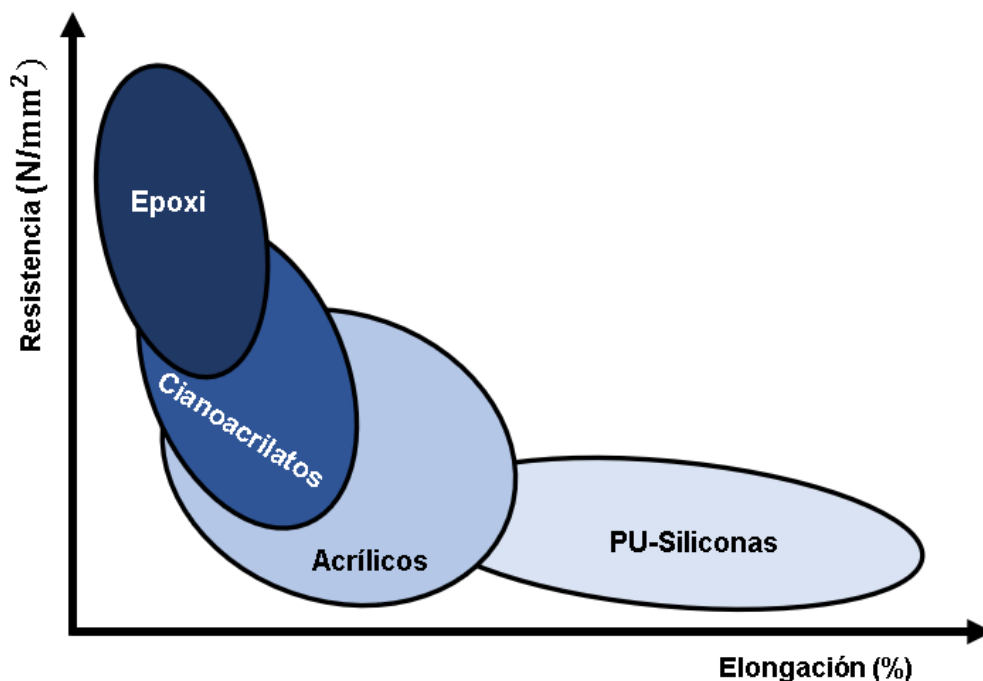


Figura 1.1 Representación de las propiedades mecánicas de los grupos de adhesivos.

Los adhesivos también pueden clasificarse según la función específica:

- Adhesivos Estructurales: son aquellos que se emplean para lograr una unión permanente que conserve la integridad estructural.
- Adhesivos de Montaje: Empleados para fijar componentes sin soportar cargas significativas, son flexibles y permiten desmontajes con facilidad.
- Adhesivos para Sellado: Diseñados para sellar juntas y prevenir las filtraciones.

Los adhesivos pueden ser clasificados según su proceso de curado. Aquí se muestran algunas de las categorías principales[12]:

- Adhesivos termoendurecibles: Estos adhesivos curan mediante la aplicación de calor. Durante el proceso de curado, se produce una reacción química irreversible que forman enlaces cruzados en la matriz del adhesivo, lo que resulta una unión sólida y permanente. Los adhesivos epoxi es un ejemplo común de adhesivos termoendurecibles.
- Adhesivos por reacción: Estos adhesivos curan mediante reacción química entre dos o más componentes. Los adhesivos de poliuretano y los adhesivos de cianoacrilato son ejemplos comunes de adhesivos por reacción. Se utilizan en una amplia variedad de aplicaciones debido a su rápida velocidad de curado. Es importante destacar que existen adhesivos de poliuretano monocomponentes que curan al reaccionar con la humedad, lo que puede ralentizar significativamente la velocidad de curado.
- Adhesivos UV curables: Estos adhesivos curan mediante la exposición a la luz ultravioleta (UV). Al exponer el adhesivo a una fuente de luz UV, se inicia una reacción de polimerización que conduce al endurecimiento del adhesivo en cuestión de segundos o minutos, dependiendo del espesor y de la intensidad de la luz. Estos adhesivos son ideales para aplicaciones que requieren un curado rápido y preciso, como la unión de componentes electrónicos o la fabricación de dispositivos médicos.

La clasificación de los adhesivos en función del método de curado proporciona una guía útil para seleccionar el tipo adecuado de adhesivo para una aplicación específica.

1.1.2. Modos de trabajo y roturas

En este punto, analizamos los diferentes modos de trabajo y formas de rotura que pueden darse en las uniones adhesivas, así como los diferentes factores que pueden influir en la rotura. Estos aspectos son esenciales para comprender cómo seleccionar el tipo de adhesivo y la configuración de unión más adecuados para garantizar la durabilidad y la eficiencia de las uniones adhesivas[13].

1.1.2.1. Esfuerzo/uniones representativas

Las uniones adhesivas pueden experimentar distintos tipos de esfuerzos, dependiendo de las condiciones de carga, el diseño de la unión y las propiedades del adhesivo.

Esfuerzo de tracción/compresión:

Las cargas de tracción son las que actúa en la dirección perpendicular a la línea de unión. En este caso, la distribución de tensiones tiende a ser uniforme en toda el área de adhesivo. Sin embargo, en la práctica las cargas puras de tracción son poco comunes, ya que suelen estar combinadas con cargas de pelado.

Unión representativa: Uniones a tope, ver figura 1.1.a).

Esfuerzo de cortadura o cizalla:

La fuerza de cizalladura o cortadura actúa sobre una línea de unión cuando las dos partes unidas se desplazan en paralelo y en direcciones opuestas. Estas presentan concentraciones de tensión en los extremos de la línea de unión.

Unión representativa: Uniones solape simple y solape doble, ver figura 1.1.c).

Esfuerzo de pelado/ desgarro:

Estas fuerzas surgen al aplicar una carga perpendicular a la superficie del adhesivo en el extremo del adherente. Se considera pelado cuando uno de los adherentes puede deformarse y desgarro cuando los adherentes no se deforman. Ambos tipos de esfuerzos son los menos deseados en uniones adhesivas.

Unión representativa: Uniones de pelado y desgarro, ver figura 1.1.b-d).

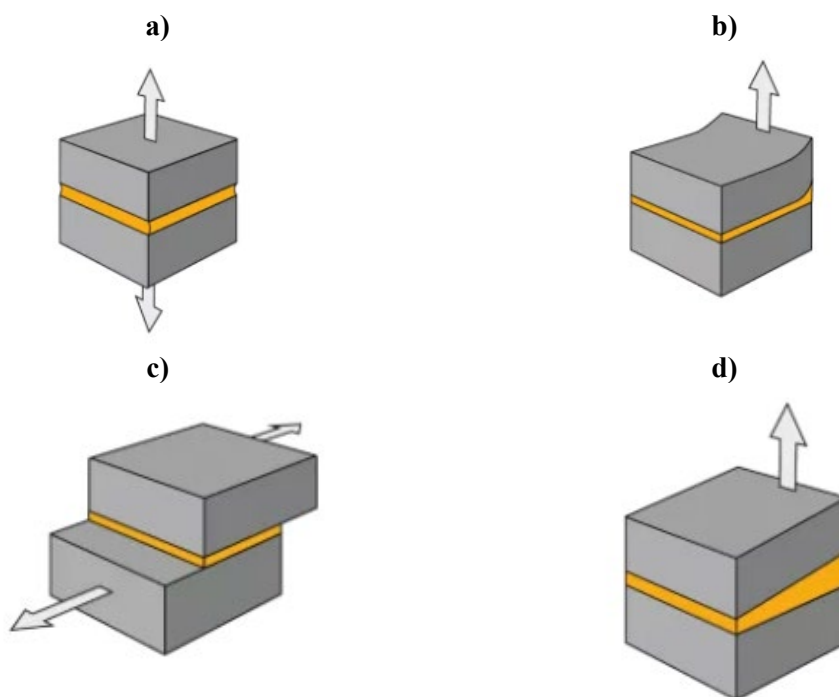


Figura 1.2 Diferentes tipos de sollicitaciones en uniones adhesivas. a) Tracción; b) Pelado; c) Cortadura; d) Desgarro.

1.1.2.2. Fallos en uniones adhesivas

El rendimiento de las uniones puede verse afectado por diversos modos de fallo.

- Rotura Adhesiva: Ocurre cuando el adhesivo se desprende de una de las superficies adheridas (fallo no deseado).
- Rotura Cohesiva: Se produce dentro del adhesivo indicando que la fuerza aplicada supera la cohesión interna del adhesivo (fallo deseado).
- Rotura Substrato-Substrato: Se da cuando la rotura ocurre en uno de los adherentes, evidenciando una falta de resistencia del sustrato.
- Rotura Mixta: Combina elementos de rotura adhesiva y cohesiva, ocurriendo tanto en el adhesivo como en la interfaz sustrato-adhesivo.

Entender estos modos de trabajo y roturas es esencial para el diseño y evaluación de las uniones, permitiendo seleccionar el tipo de adhesivo y la configuración de unión más adecuada.

Algunos de los factores que pueden determinar el tipo de fallo que se dará en una unión adhesiva son los siguientes:

- Preparación superficial: Las fuerzas de adhesión en la interfaz son el resultado de interacciones moleculares en ambas superficies. Por lo tanto, la adecuada

preparación de la superficie antes de la aplicación del adhesivo afectará a la formación y comportamiento de los enlaces.

- **Materiales de unión:** Relacionado con lo anterior, el tipo de material que compone tanto el sustrato como la capa de adhesivo determinará la interacción molecular entre ambas partes, influyendo en la fuerza de unión resultante.
- **Proceso de curado:** Como se mencionó previamente, cada adhesivo tiene un proceso de curado, donde intervienen factores externos como presión, humedad, tiempo y temperatura. Estos determinan las propiedades de la unión en función del método de curado.
- **Zona de trabajo:** Además de los factores mencionados, una unión adhesiva puede comportarse de manera variable dependiendo de su entorno de trabajo. Los factores físicos a los que está expuesta, como temperatura, presión y humedad, así como la forma en que recibe las cargas o las dimensiones de la unión, pueden influir en el rendimiento de la unión.

1.1.3. Aplicación de uniones adhesivas flexibles

Como se ha dicho las uniones adhesivas flexibles están cada vez más presente en la industria. La utilización de nuevos materiales y tecnologías de fabricación representan un reto para los procesos de ensamblaje y unión de las diferentes partes de una estructura. En industrias como la automoción, donde el peso es uno de los determinantes del consumo de combustible del vehículo, se exigen cada vez más diseños con estructuras ligeras, siendo las uniones adhesivas una solución clave que posibilita la utilización de nuevos materiales [14]. Según algunos autores, en esta industria, se registra un crecimiento anual del uso de adhesivos superior al 7% [15].

Los adhesivos flexibles cada vez más se emplean en uniones de componentes estructurales, en exigentes aplicaciones de estructuras de aviones, automóviles y construcción. En particular, la industria del automóvil y la del ferrocarril está prestando considerable atención al uso de adhesivos flexibles para unir componentes estructurales primarios. Estos se caracterizan por tener una alta capacidad de deformación antes de la rotura. Aunque presentan resistencias más bajas que otros tipos, su uso está en aumento en diversas industrias debido a otras propiedades como la flexibilidad y capacidad para absorber holguras y deformaciones[16]–[18].

A continuación, se exponen las principales características de dos de los adhesivos hiperelásticos más utilizados en la industria. Ambos tipos de adhesivos encuentran aplicación en una variedad de industrias, tales como la del automóvil, la construcción, la fabricación de calzado, la industria del mueble y las uniones de componentes en general.

a) Adhesivo poliuretano.

Los adhesivos con base química de poliuretano son productos poliméricos que se utilizan en diversas aplicaciones, debido a sus propiedades y a su capacidad para adherir y sellar una amplia variedad de sustratos [19], [20].

Composición química:

Los adhesivos en base poliuretano se componen de polímeros de uretano, que resultan de la reacción entre polioles y diisocianatos. Esta reacción química crea una cadena polimérica con segmentos de uretano en su estructura.

Los uretanos son buenos componentes de los adhesivos por varias razones:

- Tienen la capacidad de humedecer efectivamente la superficie de la mayoría de los sustratos.
- Forman fácilmente enlaces de hidrógeno con el sustrato
- Debido a su pequeño tamaño molecular, tienen la capacidad de penetrar en los sustratos porosos.
- Pueden formar enlaces covalentes con sustratos que tienen hidrógenos activos.

Flexibilidad y elasticidad:

Estos adhesivos son conocidos por su flexibilidad y elasticidad, lo que los hace ideales para aplicaciones donde se esperan cargas cíclica o grandes deformaciones en los sustratos.

Adherencia versátil:

Tienen la capacidad de adherir una amplia variedad de materiales, incluyendo plásticos, metales, madera, caucho y otros sustratos comunes. Es importante señalar que los adhesivos de poliuretano pueden requerir una preparación adecuada de las superficies a unir para obtener el máximo rendimiento.

Buena resistencia a la humedad y químicos:

Son resistentes a la humedad y tienen una buena resistencia química en comparación con otros adhesivos. Esto los hace adecuados para aplicaciones en entornos expuestos a condiciones adversas.

Amplio rango de dureza:

Los adhesivos de poliuretano están disponibles en diversas formulaciones, lo que permite obtener una amplia gama de durezas, desde flexibles hasta rígidos.

b) Adhesivo en base silanos modificados (SMP) [21].

Composición química:

Los adhesivos en base silanos modificados contienen componentes de silanos, que son compuestos químicos que incluyen átomos de silicio y grupos funcionales orgánicos o inorgánicos. La modificación de estos silanos se realiza para optimizar las propiedades del adhesivo.

Adhesión a superficies diversas:

Estos también son conocidos por su capacidad para adherirse a una amplia variedad de sustratos.

Bajo Contenido de Compuestos Orgánicos Volátiles (COV):

Muchos adhesivos en base silanos modificados tienen un bajo contenido de COV, lo que es beneficioso para aplicaciones donde se requieren bajos niveles de emisión de sustancias volátiles.

Buena resistencia química:

Exhiben una buena resistencia a diversos productos químicos, lo que los hace apropiados para entornos industriales o donde se requiere resistencia química.

1.2. Caracterización de adhesivos

En el ámbito de la caracterización de adhesivos, la mayoría de las técnicas de caracterización desarrolladas hasta la fecha son válidas para adhesivos con comportamiento lineal[22], [23]. Además, se han establecido normativas específicas para la caracterización de adhesivos rígidos:

- ISO 11003-2[24]: Esta norma especifica un método para la determinación de la resistencia al cizallamiento uniones adhesivas, se definen las dimensiones para la probeta de simple solape, conocidas sus siglas en inglés SLJ.

- NF T 76-142[25]: Esta norma se centra en la determinación de las propiedades de tracción de los adhesivos rígidos, utilizando la probeta de halterio.
- ASTM D3433[26]: Esta se refiere al estudio a fractura en modo I para adhesivos rígidos, utilizando la probeta conocida en inglés Double Cantilever Beam (DCB).
- ASTM D2095-96[27]: Esta norma describe un método de ensayo estándar para la resistencia a la tracción de adhesivos.

Sin embargo, existe un número limitado de estudios que abordan la caracterización mecánica de adhesivos altamente flexibles. Además, los estudios encontrados hasta la fecha sobre adhesivos flexibles con capacidades de deformación inferiores a los adhesivos hiperelásticos estudiados en esta tesis.

- Los resultados del estudio de B. Duncan et al. [28], indica que los datos necesarios para caracterizar el comportamiento de los adhesivos flexibles pueden obtenerse a partir de un ensayo de tensión uniaxial, sin necesidad de recurrir a la combinación de varios ensayos. Sin embargo, esta metodología se probó en las etapas iniciales de esta tesis, no logrando resultados satisfactorios.
- C. Amstutz et al. [29], investigó el comportamiento mecánico de un adhesivo flexible utilizando modelos constitutivos de materiales hiperelásticos. El ajuste de los parámetros se realizó mediante cuatro ensayos: uniaxial, planar, equibiaxial y volumétrico, y determinó que el modelo de material con el se conseguía un mejor ajuste era el de Mooney-Rivlin con cinco parámetros. Este modelo presenta la desventaja de un alto costo computacional debido a su elevado orden. Además, la validación se realizó únicamente con un solo espesor de adhesivo, lo que resta generalidad a las conclusiones obtenidas.
- Asimismo, A. Chiminelli et al. [30], empleo diferentes modelos constitutivos para reproducir el comportamiento de un adhesivo flexible, específicamente un adhesivo de poliuretano monocomponente (SikaTack® Drive). Este adhesivo se caracterizó mediante ensayos de tracción y compresión para abarcar todo el rango de deformaciones. Para el ensayo de tracción y compresión se utilizaron láminas de adhesivo con un grosor uniforme de 5 mm. La validación se realizó mediante ensayos de tracción y pelado, pero utilizando también un único espesor de adhesivo.

2. OBJETIVOS Y METODOLOGÍA

2.1. Objetivos

Conocido el estado de la ciencia, queda un gran campo abierto para la investigación sobre el comportamiento, caracterización y simulación de los adhesivos altamente flexibles. En este contexto, el objetivo principal de esta tesis es establecer un procedimiento para caracterizar adhesivos altamente flexibles, y ajustar las leyes de los modelos hiperelásticos de uso general que puedan usarse en la simulación y optimización de uniones adhesivas de alta flexibilidad.

A partir de lo anterior, se pueden establecer una serie de objetivos parciales:

- Analizar de forma experimental diferentes adhesivos altamente flexibles en aplicaciones estructurales frente a distintos tipos de carga y condiciones.
- Analizar los distintos modelos y leyes de comportamiento que puedan ser aplicables a adhesivos de alta flexibilidad.
- Desarrollar una metodología para la caracterización mecánica de adhesivos con comportamiento hiperelástico, y el ajuste de los modelos de material que mejor lo represente a partir de ensayos sencillos.
- Probar la validez de los modelos de material obtenidos para simular el comportamiento de uniones normalizadas con diferentes configuraciones, modos de trabajo y espesor de adhesivo.
- Aplicar esta metodología a diseño de uniones finales usando algunos de los adhesivos flexibles más habituales.

2.2. Metodología

Para alcanzar los objetivos, se ha seguido la metodología que se detalla a continuación, desarrollada en los siguientes capítulos.

Análisis del estado del arte sobre uniones adhesivas y su caracterización (realizado esto en el capítulo 1).

En la introducción inicial se ha realizado una revisión general de los diferentes tipos de uniones adhesivas y materiales, destacando su aplicación en la industria y los factores que influyen en su rendimiento, así como los procedimientos para su caracterización.

Análisis del estado del arte de la investigación sobre materiales hiperelásticos (capítulo 3).

Se realiza una revisión bibliográfica sobre estudios y técnicas aplicables a materiales altamente flexibles en general, que puedan ser extrapolables a los adhesivos altamente flexibles.

Definición de métodos de ensayos y simulación aplicable a adhesivos flexibles (capítulo 4).

Se selecciona una serie de métodos aplicables a adhesivos rígidos y materiales hiperelásticos (cauchos), extrapolándolos para su aplicación a los adhesivos de alta flexibilidad

Estudio experimental (capítulo 5).

Se realizan diferentes tipos de ensayos con el objetivo de analizar el comportamiento de diversos adhesivos hiperelásticos bajo diferentes condiciones de ensayo. Por otra parte, los resultados servirán para seleccionar los tipos de adhesivos en los que se centrará el resto del trabajo.

Desarrollo del procedimiento de caracterización (capítulo 6).

Este capítulo se centra en el desarrollo del procedimiento de caracterización del adhesivo flexible, que incluye el ajuste de los modelos de material a partir de ensayos simples, y la validación posterior del modelo ajustado mediante la comparación de los resultados obtenidos en ensayos y simulaciones de diferentes uniones.

Aplicación del procedimiento a la caracterización de diferentes adhesivos y condiciones (capítulo 7-8).

Para validar el procedimiento desarrollado se aplica en primer lugar a la caracterización de otro adhesivo, y del mismo ante otras condiciones de trabajo (alta temperatura).

Además, se demuestra la utilidad de los resultados obtenidos mediante ejemplos de aplicación al análisis y optimización del diseño de uniones adhesivas reales.

Conclusiones y líneas futuras (capítulo 9).

Por último, se destacan las principales conclusiones obtenidas y se definen las principales líneas de trabajo que se abren a partir de esta tesis.

3. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA SOBRE MATERIALES HIPERELÁSTICOS

Este capítulo consta de una introducción sobre los materiales y modelos hiperelásticos aplicables a elastómeros y materiales de alta flexibilidad, que pueden ser extrapolables a los adhesivos de alta flexibilidad. En primer lugar, se explican algunos fundamentos básicos de la hiperelasticidad y después se describen algunos de los modelos hiperelásticos, destacando aquellos que tienen una mayor relevancia en el contexto de esta tesis. Asimismo, se muestran los métodos de caracterización empleadas para el análisis y el comportamiento de los materiales hiperelásticos, que puedan ser útiles para el estudio de los adhesivos de alta flexibilidad, analizando las ventajas y desventajas de algunos de ellos.

3.1. Marco teórico para la descripción de materiales hiperelásticos

En términos generales, los problemas mecánicos se pueden clasificar como lineales o no lineales. El comportamiento no lineal puede originarse por motivos geométricos, por ejemplo en estructuras que experimentan grandes deformaciones[31]. Sin embargo, la no linealidad no siempre es consecuencia de la geometría, sino que el material empleado puede tener un impacto significativo, especialmente cuando el material exhibe propiedades elastoplásticas, viscoelásticas o hiperelásticas. La teoría de la hiperelasticidad es un tipo de elasticidad no lineal adecuada para predecir grandes deformaciones, y se emplea habitualmente para modelar variedad de materiales como polímeros y tejidos blandos. El material estudiado en esta tesis presenta un comportamiento hiperelástico, lo cual implica que pueden asumir grandes deformaciones sin entrar en la región plástica.

Los materiales hiperelásticos se componen de largas secuencias de macromoléculas, organizadas de forma fundamentalmente aleatoria y conectadas entre sí por enlaces

moleculares que presentan interacciones débiles. El concepto de elastómero, que proviene de la fusión de las palabras "elástico" y "polímero", se usa frecuentemente como sinónimo de "caucho" debido a su naturaleza elástica y su composición basada en cadenas poliméricas extendidas. La peculiar estructura de red molecular de estos materiales les permite sufrir deformaciones significativas, ya que pueden cambiar de una disposición aleatoria a una más orientada cuando se estiran, lo que determina su particular comportamiento de tensión-deformación, ver figura 3.1.

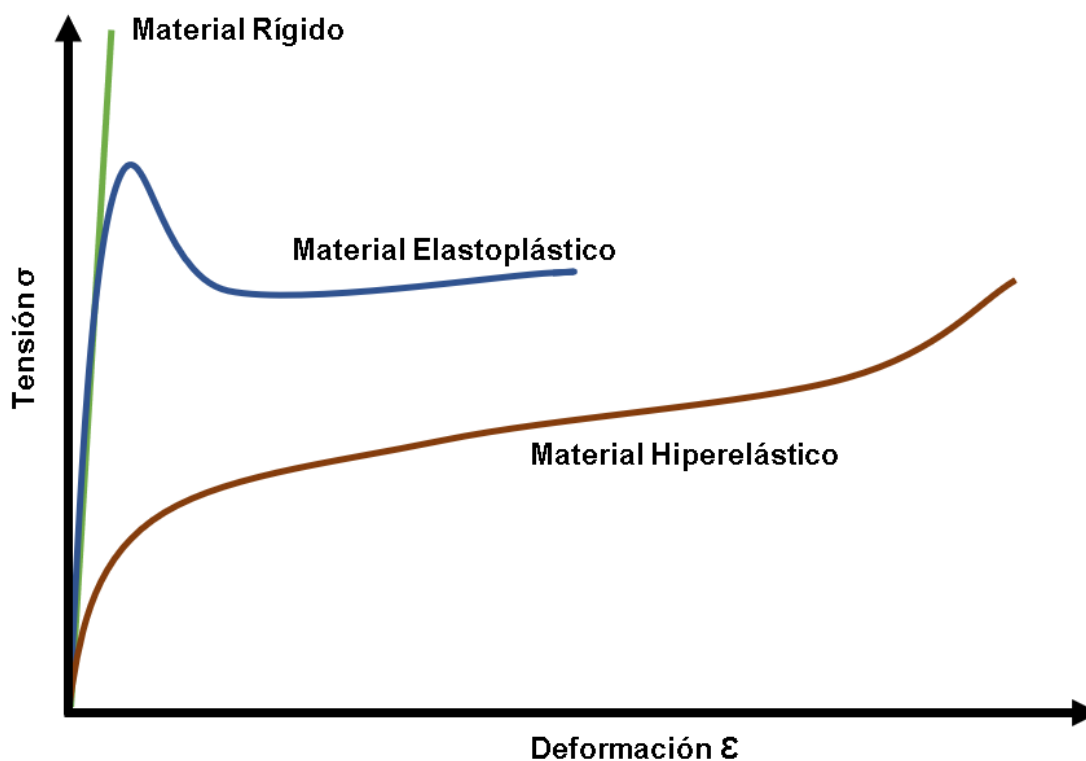


Figura 3.1. Relación tensión-deformación para materiales lineales, elásticos no-lineales y plásticos no-lineal.

Los materiales hiperelásticos tienen la capacidad de deformarse repetidamente mucho más allá de su tamaño original, y al cesar el esfuerzo recuperan su forma original. Para analizar este tipo de comportamiento que presenta grandes deformaciones, existen diferentes modelos hiperelásticos, que describiremos en los siguientes párrafos. Estos modelos se clasifican principalmente en dos grupos, según la categorización propuesta por Treloar en 1978[32]:

1. Modelos hiperelásticos basados en redes micromecánicas.
2. Modelos fenomenológicos.

Esta tesis se centra en los modelos fenomenológicos, herramientas matemáticas que describen el comportamiento de materiales capaces de experimentar grandes deformaciones. Estos modelos se fundamentan en funciones de energía de deformación, que relacionan las deformaciones aplicadas a un material con la energía almacenada en él. Aunque los modelos fenomenológicos no se derivan de consideraciones micromecánicas y carecen de relaciones con la estructura molecular del material, son ampliamente utilizados en diversas áreas como en la ingeniería de materiales, biomecánica y diseño de estructuras. Algunos ejemplos de modelos fenomenológicos hiperelásticos son el modelo de Ogden, Mooney-Rivlin y Yeoh. Estos modelos suelen expresarse en forma polinómica utilizando invariantes de deformación o deformaciones principales, y tienen la capacidad de predecir el comportamiento mecánico de materiales hiperelásticos bajo diferentes condiciones de carga. Los modelos se implementan comúnmente en paquetes comerciales de Análisis por Elementos Finitos.

El rendimiento de un modelo hiperelástico se basa en la capacidad para describir el comportamiento completo del material en diferentes condiciones de carga, como uniaxial o biaxial y cizalladura simple o pura. Por lo tanto, los mejores modelos serán aquellos que puedan predecir datos experimentales bajo diferentes tipos de condiciones de carga [33]. Un modelo de material hiperelástico eficaz debería reunir las siguientes características [34]:

1. Debe ser capaz de reproducir con precisión toda la curva de respuesta en forma de "S" de los materiales.
2. El cambio de modos de deformación no debe ser un problema, es decir, si el modelo se comporta de manera satisfactoria en tensión uniaxial, también debe ser preciso en cizalladura simple o equibiaxial.
3. El número de parámetros relevantes del material debe ser el menor posible, con el fin de reducir el número de ensayos necesarios para su identificación.
4. La formulación matemática debe ser lo suficiente simple para facilitar la implementación numérica del modelo.

Para el modelado eficaz de un material hiperelástico es importante entender la mecánica del medio continuo. Todos los materiales, ya sean sólidos, líquidos o gaseosos, presentan una estructura discontinua con partículas y espacios discretos. No obstante, muchos

fenómenos físicos pueden analizarse aplicando el supuesto de que los materiales existen como una masa continua. Esta suposición es la base de la mecánica del continuo, que se ocupa del estudio de la cinemática y del comportamiento mecánico de los materiales modelados como una masa continua. La mecánica continua emplea tensores como herramientas matemáticas para derivar ecuaciones diferenciales que describen el comportamiento de los materiales aplicando las leyes físicas fundamentales.

Los principios básicos de la mecánica del medio continuo incluyen:

- El estudio del movimiento y la deformación: cinemática de deformaciones finitas.
- Análisis de la tensión en un continuo: tensores de tensión.
- Descripción matemática de las leyes fundamentales de la física que rigen el movimiento de un continuo: leyes de equilibrio y ecuaciones de campo.
- Formulación de ecuaciones que describen las relaciones entre magnitudes dependientes del material: ecuaciones constitutivas.

No es objeto de este trabajo profundizar en la teoría del medio continuo, pero se proporcionan referencias para una explicación más detallada [35]–[38].

Para un material perfectamente elástico, la energía de deformación es equivalente al trabajo requerido para inducir deformaciones tanto normales como cortantes[39]. Los modelos de materiales hiperelásticos comienzan definiendo una función potencial de energía de deformación, W (energía de deformación por unidad de volumen). La función de energía de deformación puede considerarse una generalización de la ley de Hooke que permite describir componentes elásticos complejos de forma sistemática [40]–[42].

La elasticidad de materiales hiperelásticos puede considerarse fenomenológicamente en términos de la teoría de la deformación elástica de los medios continuos. Para un cuerpo elástico isótropo homogéneo, W es una función basada en los alargamientos principales [43]:

$$W=W(\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3) \quad (3.2)$$

La relación de estiramiento puede definirse como:

$$\lambda=1 + \varepsilon \quad (3.4)$$

donde la medida de deformación generalmente utilizada es la deformación ingenieril.

La energía de deformación puede expresarse también en función de las invariantes de deformación:

$$W=W(I_1, I_2, I_3) \quad (3.3)$$

En el ámbito de la mecánica, se emplean diferentes tensores de deformación independientes de la rotación. Los más comunes son los tensores de deformación de Cauchy-Green, con las invariantes, I_1 , I_2 y I_3 .

Estas invariantes de deformación vienen dadas por:

Primer invariante (Invariante lineal)

$$I_1 = (\lambda_1)^2 + (\lambda_2)^2 + (\lambda_3)^2 \quad (3.5)$$

Segundo invariante (Invariante cuadrático)

$$I_2 = (\lambda_1 \cdot \lambda_2)^2 + (\lambda_2 \cdot \lambda_3)^2 + (\lambda_3 \cdot \lambda_1)^2 \quad (3.6)$$

Tercer invariante (Invariante volumétrico)

$$I_3 = (\lambda_1 \cdot \lambda_2 \cdot \lambda_3)^2 \quad (3.7)$$

En la práctica, materiales como los elastómeros que presentan grandes deformaciones tienen un comportamiento incompresible, caracterizado por mantenerse el volumen constante, o lo que es lo mismo $I_3 = I$ [36].

Cabe destacar que el adhesivo tratado en esta tesis se simplifican la modelización al asumir la isotropía y la incompresibilidad del material.

3.2. Modelos hiperelásticos

Los modelos hiperelásticos fenomenológicos se dividen en dos enfoques principales para desarrollar la función de energía de deformación. Uno de estos enfoques se basa en los invariantes de deformación, donde se destacan modelos como el Polinomial, Neo-Hookean, Mooney-Rivlin y Yeoh. Estos modelos ofrecen diferentes niveles de complejidad y precisión para describir el comportamiento de los materiales bajo diferentes condiciones de carga. Otro enfoque se centra en las razones de estiramiento principal, como el modelo de Ogden, que proporciona una gran versatilidad y precisión en la descripción de materiales hiperelásticos [44].

3.2.1. Modelos fenomenológicos basados en invariantes de deformación (I_i)

Es común en la literatura desarrollar una función de potencial de energía de deformación utilizando el enfoque de mecánica continua en términos de invariantes de deformación. Se presentan aquí algunos de los modelos más comunes.

3.2.1.1. Modelo Polinomial

Es un modelo general basado en los invariantes de deformación, este fue desarrollado por Rivlin, argumentando que la función de densidad de energía de deformación podía expresarse en forma polinómica. Este fue el primer modelo que se propuso para el análisis de elastómeros, y ha servido de base para el planteamiento de otros modelos. Teniendo como expresión general [45]:

$$W = \sum_{i+j=1}^N C_{ij} \cdot (I_1 - 3)^i \cdot (I_2 - 3)^j + \sum_{k=1}^N \frac{1}{d_k} (I_3 - 1)^{2k} \quad (3.8)$$

La primera parte de la ecuación hace referencia a la energía U_{dev} y el segundo recoge la energía volumétrica U_{vol} . Donde C_{ij} es el coeficiente de Rivlin, I_n son los invariantes, d_k es un parámetro del material para introducir la compresibilidad, N es el orden polinómico. Como se ha mencionado, los adhesivos de alta flexibilidad se pueden considerar incompresibles, por lo que $I_3=1$, con lo que la expresión anterior se reduce a:

$$W = \sum_{i+j=1}^N C_{ij} \cdot (I_1 - 3)^i \cdot (I_2 - 3)^j \quad (3.9)$$

Este modelo se recomienda utilizar con un orden N igual a dos y tres para deformaciones hasta 100% y 300% respectivamente. Un orden de N igual a tres o mayor rara vez se utiliza, ya que, aunque proporciona una solución más precisa, conlleva una mayor carga numérica para su resolución [46].

3.2.1.2. Mooney-Rivlin

Este modelo corresponde a los dos primeros términos de la ecuación del modelo polinómico. El modelo Mooney-Rivlin es un caso particular de la forma polinómica. Dedujo la ecuación de primer orden o dos constantes, que presenta la forma [47], [48]:

$$W = C_{10}(I_1 - 3) + C_{01}(I_2 - 3) \quad (3.10)$$

donde C_{10} y C_{01} son constantes materiales, I_1 e I_2 son la primera y segunda invariantes de deformación desviatoria. Debido a las similitudes entre este modelo y la forma polinomial, el modelo de Mooney-Rivlin puede ser utilizado para los mismos rangos de deformación. Cabe destacar que el modelo de Mooney-Rivlin se puede definir con más parámetros, aumentando la complejidad de la ecuación y los tiempos computacionales.

3.2.1.3. Neo-Hookean

Un modelo hiperelástico ampliamente empleado, derivado como una simplificación del primer término de la ecuación de Mooney-Rivlin. Este modelo se fundamenta en la primera invariante de deformación [48], [49]:

$$W = \frac{\mu}{2} (I_1 - 3) \quad (3.11)$$

μ se denota como el módulo de cizallamiento.

Este modelo se destaca por su simplicidad, ya que el módulo de cizallamiento permanece invariable. Sin embargo, el modelo Neo-Hookeano solo ofrece precisión y validez para un rango de deformación de hasta el 70% [50].

3.2.1.4. Yeoh

Este modelo, basado en la primera invariante de deformación, es ampliamente utilizado cuando la caracterización de las propiedades mecánicas del material es limitada. Este se basa en la observación de Ronald Rivlin de que las propiedades elásticas del caucho pueden ser descritas mediante una función de densidad de energía de deformación que consiste en una serie de potencias en las invariantes de deformación I_1, I_2, I_3 . El modelo de Yeoh para caucho incompresible es una función de I_1 y la energía de deformación se expresa como [51], [52]:

$$W = \sum_{i=1}^N C_{i0} \cdot (I_1 - 3)^i \quad (3.12)$$

Como se puede observar en la ecuación 3.12, este modelo omite el término de la segunda invariante de deformación, debido a que los cambios en la energía de deformación se dan principalmente en la primera invariante, especialmente en grandes deformaciones [53].

3.2.2. Modelos fenomenológicos basados en razones de estiramiento principal (λ_i)

Una ventaja evidente de utilizar modelos de materiales hiperelásticos basados en razones de estiramiento principal es que son directamente medibles.

3.2.2.1. Ogden

Las relaciones constitutivas hiperelásticas de este modelo lo convierten en una herramienta versátil y aplicable a una amplia gama de materiales. Ofrece resultados precisos para todo el espectro de deformaciones, especialmente en materiales como el

caucho. Incluso en situaciones de deformaciones elevadas, como del 700%, el modelo puede alcanzar un nivel de preciso al ajustarse a un valor de $N = 3$ o superior [32], [44].

Además, este modelo tiene la capacidad de describir el comportamiento del módulo de cizalladura no constante y de materiales ligeramente comprimidos, capturando de manera efectiva el rápido aumento de la rigidez durante las etapas finales de la deformación. Sin embargo, es fundamental tener presente que los parámetros del material obtenidos a partir de un tipo específico de experimento no deben extrapolarse de manera fiable para predecir resultados en otro tipo de deformación.

El modelo, de Ogden desarrolló un modelo constitutivo puramente fenomenológico en términos de estiramientos principales con una amplia capacidad de ajuste.

$$W = \sum_{i=1}^N \frac{\mu_i}{\alpha_i} \cdot (\lambda_1^{\alpha_i} + \lambda_2^{\alpha_i} + \lambda_3^{\alpha_i} - 3) \quad (3.13)$$

Aquí, μ_i y α_i son constantes materiales.

3.3. Ajuste de modelos hiperelástico

El ajuste de las constantes de los modelos hiperelásticos formulados por los diferentes autores implica la realización de una serie de ensayos. La revisión bibliografía revela que independientemente del enfoque adoptado en la construcción de los modelos, estos se seleccionan en base a su capacidad para ajustarse a los datos experimentales de tensión-deformación del material de interés.

El ajuste de curvas a un modelo fenomenológico hiperelástico, que determina los coeficientes de la función de energía de deformación (W), requiere la disponibilidad de datos de tensión-deformación obtenidos mediante uno o más ensayos (uniaxial, planar, equibiaxial). Para aplicaciones simples de baja deformación, es factible lograr resultados bastante precisos ajustando un modelo hiperelástico con un solo ensayo uniaxial. Sin embargo, en situaciones que presentan modos de deformación complejas y deformaciones mayores, se requiere recurrir a datos obtenidos de diversos tipos de pruebas para asegurar una adecuada representación del comportamiento del material.

La geometría de ensayos se refiere a la forma en que se aplican las cargas y las deformaciones a los materiales durante los experimentos. La elección de la geometría de ensayo es importante para obtener resultados precisos y representativos. Las geometrías de ensayo comunes incluyen la tensión uniaxial, planar, equibiaxial y en algunos casos pruebas de inflado[53]–[55]. A medida que mayor sea la cantidad de datos de ensayo,

mejor será la calidad del ajuste del modelo y por lo tanto la simulación resultante. Es recomendable realizar ensayos para ajustar los modelos a los distintos modos de deformación que las uniones puedan experimentar durante su vida útil.

Otros autores han propuesto el ajuste de los parámetros de los modelos mediante la simulación de componentes finales y el uso de la técnica de actualización del modelo (Model Updating) [56]. Sin embargo, debido al funcionamiento intrínseco de este método, su validez se limita al estudio de un componente específico, lo que implica la necesidad de fabricar y probar adecuadamente dicho componente. El proceso de actualización del modelo implica la iteración de ciertos parámetros de entrada. Una desventaja significativa de este enfoque es su lenta velocidad de convergencia, ya que requiere varias iteraciones hasta obtener resultados aproximados.

3.3.1. Ensayos para ajustes de constantes hiperelásticas

A continuación, describen las tecnologías y ensayos comúnmente empleadas para ajustar los modelos hiperelásticos. Se denominan ensayos homogéneos aquellos en los que la deformación puede ser simplificada a una única cantidad escalar, lo que posibilita que los tensores de tensión y rigidez se representen como funciones escalares. Basados en este supuesto, se imponen dos restricciones adicionales para definir un ensayo experimental homogéneo. Primero, la tensión y la deformación deben considerarse constantes dentro de una región medible de la probeta. Segundo, la tensión debe calcularse como una función de la deformación medida directamente, evitando así la necesidad de una solución iterativa.

- **Tracción uniaxial:**

Para este ensayo, se utilizan probetas diseñadas específicamente para tracción. Existen diferentes normativas para este ensayo, siendo común el uso de probetas con geometría conforme a la norma ISO 37, ver figura 3.2, para el estudio de materiales que experimentan grandes deformaciones [30], [44]. Durante el ensayo, las probetas se someten a tracción hasta alcanzar el punto de fallo, y se registran los datos de tensión-deformación a lo largo de todo el proceso. La deformación de la muestra debe ser medida en la parte estrecha de la probeta, siguiendo las indicaciones de la normativa, donde se produce un estado de tensión pura. Para llevar a cabo esta medición, se requiere un dispositivo de medición de deformación sin contacto, como la técnica de Correlación Digital de Imágenes (DIC) o un extensómetro láser.

Deformaciones principales:

$$\lambda_2 = \lambda ; \lambda_1 = \lambda_3 = \frac{1}{\sqrt{\lambda}} \quad (3.14)$$

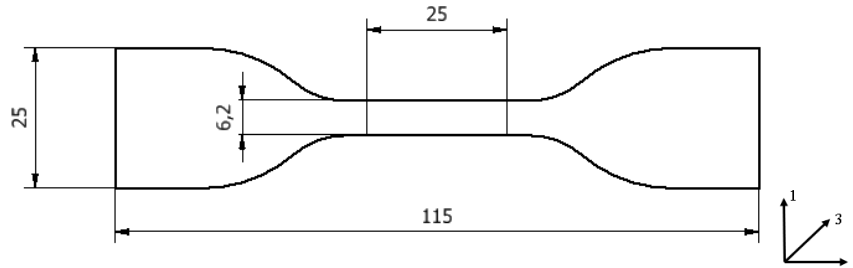


Figura 3.2. Probeta uniaxial (dimensiones mm).

- Compresión uniaxial

El ensayo de compresión también es un ensayo común para materiales que experimentan grandes deformaciones. Se aplica una carga perpendicular a una de las caras para inducir tensión en esa dirección, como se muestra en la figura 3.3. La geometría de probetas más comunes en este tipo de ensayo son los discos o cilindros [29], [57].

Cuando se llevan a cabo ensayos para ajustar los diferentes modelos, es importante obtener estados puros de deformación, lo cual puede ser difícil de lograr en este tipo de ensayo. Por lo tanto, es fundamental garantizar que el rozamiento en la superficie donde se aplica la carga sea despreciable. De lo contrario, el desplazamiento lateral estaría limitado y, por lo tanto, se comprometería la condición de uniaxialidad. Una solución comúnmente empleada para este problema es la lubricación de las superficies, tal como se describe en el artículo de Amstutz, C [29].

Se aplica un desplazamiento a la parte superior de la probeta y actúa en la dirección 3.

Deformaciones principales:

$$\lambda_3 = \lambda ; \lambda_1 = \lambda_2 = 1 \quad (3.15)$$

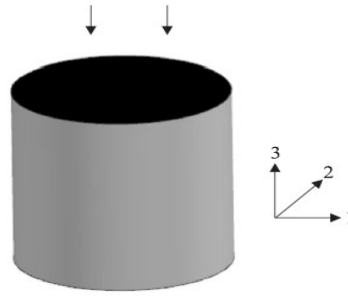


Figura 3.3. Probeta compresión uniaxial [29].

- Tensión planar

El ensayo de cizalladura pura se aplica en varias ocasiones para caracterizar las propiedades de tensión-deformación, resistencia y fatiga de los materiales blandos. Consiste en una lámina rectangular delgada que se sujeta a lo largo de sus bordes largos para evitar la contracción lateral (en la dirección 2) mientras se estira en la dirección de sus bordes cortos (dirección 1). La lámina puede encogerse libremente en su dimensión de espesor (dirección 3), ver figura 3.4. Para lograr la homogeneidad, la anchura de la probeta debe ser mayor que la altura. Aunque pueda parecer un ensayo de tracción simple, la importancia de esta prueba es asegurar un estado de tensiones plano. Por lo tanto, la selección de la geometría adecuada es fundamental [41]–[45]. El objetivo es crear un experimento donde la probeta esté completamente restringida en la dirección lateral, de modo que la mayor parte del adelgazamiento de la probeta ocurra en la dirección del espesor.

Deformaciones principales:

$$\lambda_1 = \lambda = \frac{L}{L_0} ; \lambda_2 = 1 ; \lambda_3 = \frac{1}{\lambda} \quad (3.16)$$

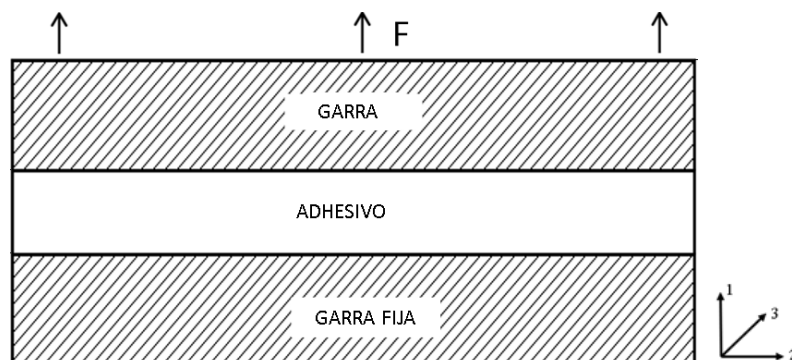


Figura 3.4. Probeta planar.

- Cortadura simple

Una alternativa para obtener datos experimentales de cizallamiento puro es a través de un experimento de cizallamiento simple. Este método se describe para el caucho en las normativas de ensayo BS ISO 1827[58] y ASTM D429 [59].

En este experimento, se suele realizar mediante probetas SLJ [60], [61], ver figura 3.5. A lo largo de su deformación, se asume que la probeta mantiene una sección transversal de paralelogramo constante y un grosor constante. La medida de la deformación en este ensayo difiere de otros, ya que se utiliza una cantidad adimensional k , conocida como la cantidad de deformación de la probeta. k está relacionada con la relación entre la distancia desplazada d y la altura fija de la probeta.



Figura 3.5. Probeta simple solape (SLJ).

- Tensión biaxial:

La prueba de extensión biaxial es otra prueba común realizada para caracterizar materiales hiperelásticos[62], [63]. El ensayo de tracción biaxial presenta similitud con un ensayo de tracción uniaxial ya que su fundamento y la forma de medir los resultados es similar, ver figura 3.6. La prueba consiste en someter una muestra de material, comúnmente cuadrada o en forma de cruz, a un estiramiento en 2 direcciones perpendiculares dentro de un mismo plano mediante el agarre de mordazas en los extremos de la probeta. Estas mordazas estiran con una fuerza constante la probeta [64].

Para los materiales incompresibles o casi incompresibles, un ensayo biaxial da lugar a un estado de deformación equivalente al de compresión. Aunque el experimento biaxial es más complejo que el experimento de compresión, se pueden lograr estados de compresión pura, lo que dará lugar a un ajuste de materiales más preciso [62], [63], [65].

Los estados de deformación y tensión se determinan como:

Deformaciones principales:

$$\lambda_1 = \lambda_3 = \lambda; \lambda_2 = \frac{1}{\sqrt{\lambda}} \quad (3.17)$$

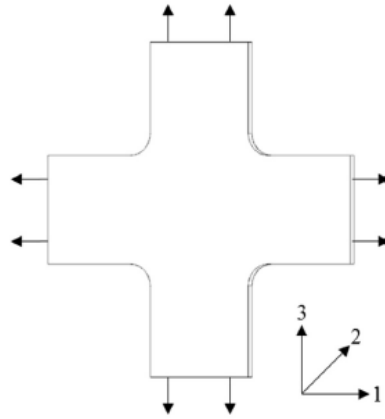


Figura 3.6. Probeta de tracción biaxial [66].

Como conclusión de lo visto en este capítulo, la caracterización de materiales no lineales es un proceso complejo para el que resulta necesario un equipamiento costoso y en ocasiones de difícil acceso. Además, generalmente se necesita el apoyo de software comercial. La elección del ensayo dependerá de las características específicas del material y las condiciones de uso, buscando reproducir los esfuerzos y deformaciones relevantes. La variedad de geometrías y métodos de ensayo proporciona flexibilidad para abordar diferentes escenarios de aplicación de los adhesivos hiperelásticos.

4. MÉTODOS DE ENSAYOS Y SIMULACIÓN

En este capítulo, se definen los métodos de ensayos y simulación a emplear en esta tesis, adaptándolos para su aplicación a los adhesivos hiperelásticos, así como las características de las probetas a emplear.

4.1. Ensayo uniaxial de tracción

Se realizan ensayos de tracción uniaxial con probetas de halterio, con las dimensiones definidas por la norma ISO 37 [67], desarrollada para el estudio de materiales que alcanzan grandes deformaciones. Los especímenes en forma de halterio se obtienen utilizando una herramienta de punzonado a partir de una lámina de adhesivo de 3 mm de espesor. Para asegurar que el proceso de curado se complete de manera adecuada, se llevan a cabo mediciones periódicas de la dureza de las láminas de adhesivo mediante un durómetro Durotech, modelo M202. Se pudo observar que a partir del día 15 estas mediciones permanecían constantes, lo que indica un curado completo del adhesivo. Antes de proceder a extraer las diferentes probetas, se lleva a cabo una inspección visual con el fin de detectar posibles defectos internos en las láminas de adhesivo. El método de inspección consiste en someter la lámina a un haz de luz intenso, como se describe en la figura 4.2. a), de forma que se pueden detectar las burbujas de aire dentro del adhesivo y rechazar las muestras en su caso, como se pueden observar en la figura 4.2. b).

Los ensayos de la probeta de halterio se llevan a cabo utilizando una máquina de ensayos universal equipada con una célula de carga de 20 kN, con una velocidad de ensayo de 200 mm/min (según norma ISO 37). La deformación se obtiene mediante Correlación Digital de Imágenes (DIC) [68], [69], a partir de las imágenes tomadas con una cámara Nikon D5300. Las imágenes se procesan mediante el software Tracker [70]. Esta técnica permite además detectar los despegues o deslizamiento del adhesivo respecto de la garra. En la figura 4.1 se muestra el montaje experimental con la probeta y las garras.

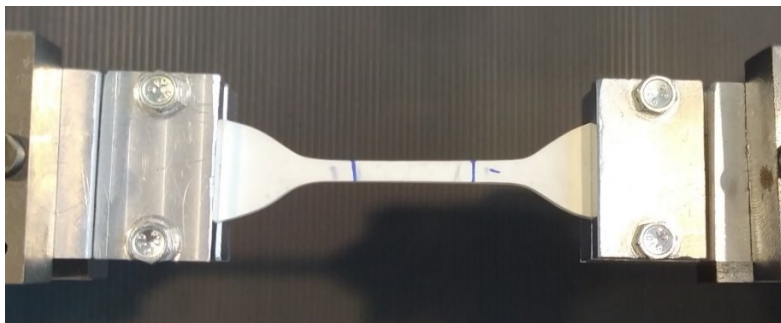


Figura 4.1. Ensayo de tracción probeta de halterio (ISO 37).

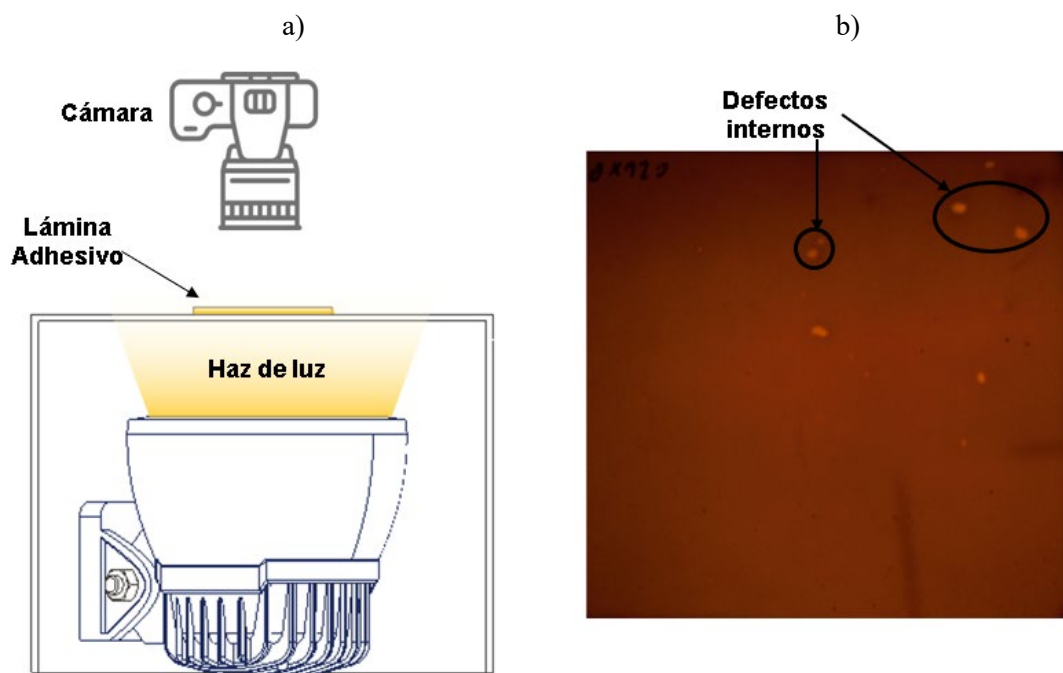


Figura 4.2. a) Equipos para inspección visual mediante ensayos no destructivos; b) Lámina de adhesivo con defectos.

4.2. Ensayo probeta planar

Las probetas planares usadas en este estudio consisten en láminas delgadas de adhesivo sometidas a tracción. Las probetas han sido fabricadas a partir de láminas de adhesivo de 200 x 130 mm con el espesor correspondiente y posteriormente cortadas con las dimensiones indicadas en cada caso específico. Estas también han sido curadas e inspeccionadas siguiendo el método descrito en el punto anterior.

En la figura 4.3. b) se muestran las garras utilizadas para el ensayo, las cuales están fabricadas con madera contrachapada de abedul de 17 mm de espesor. Las dos placas de acero ayudan a repartir la presión de los pernos de unión. Además, se coloca cinta de doble cara entre la madera y la lámina de adhesivo para garantizar que el adhesivo no se deslice durante el ensayo [71].

Los ensayos para la probeta planar también se llevan a cabo utilizando una máquina de ensayos universal equipada con una célula de carga de 20 kN, con una velocidad de desplazamiento controlada de 150 mm/min. Esta velocidad es algo inferior a la establecida en la norma ISO 37 para el ensayo de tracción uniaxial (200 mm/min). Para establecer la velocidad de ensayo, previamente se realizaron ensayos a diferentes velocidades entre 150 y 200 mm/min, y se concluyó que la variación de velocidad dentro de este rango no influye en la rigidez. La deformación se obtuvo aplicando técnica DIC, de manera similar a la probeta de halterio. En la figura 4.3. a) se muestra el montaje experimental con la probeta planar, las garras y el objetivo de la cámara fotográfica.

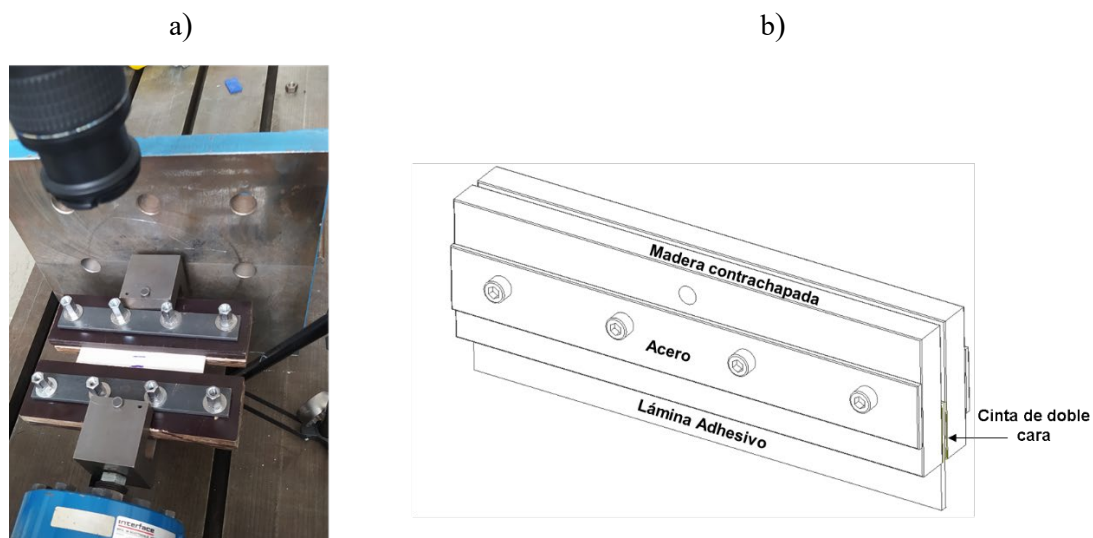


Figura 4.3. a) Equipo de ensayo planar; b) Garras de montaje probeta planar.

4.3. Ensayo probeta SLJ

Con el fin de analizar el comportamiento de los distintos adhesivos estudiados y validar los modelos hiperelásticos ajustados se han llevado a cabo probetas SLJ. Algunas de las normativas más comunes que especifican los procedimientos de fabricación de probetas SLJ para aplicaciones estructurales son ASTM D1002 e ISO 9664 [72]. Las probetas consisten en dos placas de acero para las que se ha definido unas dimensiones de 100 mm de longitud x 25 mm de ancho x 12 mm espesor unidas mediante adhesivo, con una longitud de solape de 25 mm y espesor de adhesivo desde 1 hasta 6 mm, como se muestra en la figura 4.4. a). Con este tipo de probetas, más rígidas que las definidas en las normas se consiguen que se generen solo esfuerzos de cizallamiento y se evitan deformaciones incontroladas en los adhesivos, evitando la aparición de componentes de tensión de pelado. Las placas de acero se colocan en las mordazas de la máquina de ensayos y se aplica un desplazamiento en la mordaza móvil a una velocidad

de 10 mm/min, de acuerdo a otros trabajos previos [73], ver figura 4.4. b). Durante el ensayo se registra el desplazamiento de la mordaza y la fuerza medida por la célula de carga.

El proceso completo de adhesión consta de tres pasos. En primer lugar, se desengrasan las superficies de los adherentes con acetona. En segundo lugar, siguiendo las instrucciones de los fabricantes de los adhesivos, se aplica una imprimación a los sustratos, SikaPrimer 206. Por último, una hora después de aplicar la imprimación, se aplicó el adhesivo al sustrato. Cabe destacar, que no se aplicó ningún tratamiento superficial a los sustratos utilizados en las uniones descritas en este punto, fabricadas con el adhesivo Teroson MS939. Las probetas se curaron en una sala controlada a 23 ± 3 °C y $50 \pm 5\%$ de humedad durante 15 días.

También los ensayos SLJ descritos en este punto, como los ensayos de tracción y pelado, se llevan a cabo utilizando una máquina de ensayos universal equipada con una célula de carga de 20 kN.

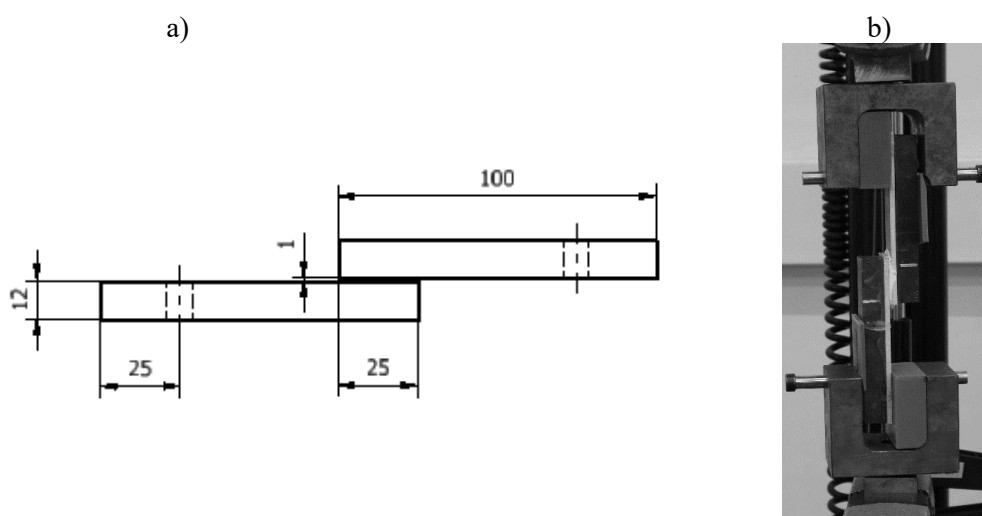


Figura 4.4. a) Geometría probeta SLJ (dimensiones en mm); b) Ensayo SLJ.

4.3.1. Ensayo SLJ estudio temperatura

Para el estudio de las uniones sometidas a altas temperaturas, se fabricaron 4 tipos de probetas con distintos sustratos. En ensayos preliminares utilizando las mismas probetas que en el punto anterior se obtuvo fallo adhesivo para ensayos con temperaturas superiores a 50 °C, por esta razón se optó por utilizar otros sustratos (aluminio (Al) y Poliéster Reforzado con Fibra (PRFV)) que mejorasen la adherencia, para permitir el estudio del adhesivo en todo el rango de deformación. El estudio se realiza sobre distintos

espesores de adhesivos para analizar el impacto de las altas temperaturas en diversas configuraciones de unión.

Cabe destacar que los dos materiales escogidos como sustratos son habituales en la fabricación de carrocerías de vehículos. El Al 6061 destaca por su alta resistencia, por la notable relación rigidez-peso, la buena conformabilidad y la buena resistencia a la corrosión. El segundo material seleccionado es PRFV, que se suele usar en combinación con los perfiles de Al en la construcción de carrocerías de vehículos industriales. Estos materiales están siendo cada vez más utilizados para sustituir materiales más pesados, como el acero, en respuesta a las crecientes demandas de reducción de peso en la industria del transporte por carretera. En la tabla 4.1 se detallan las propiedades mecánicas y físicas de los materiales adherentes empleados, según las especificaciones del fabricante.

	Aluminio (Al)	Poliéster Reforzado con fibra (PRFV)
Módulo elasticidad (MPa)	68.900	2000
Resistencia tracción (MPa)	240	58
Densidad (g/cm³)	2.7	1.3
Conductividad Térmica (W/(m.K))	180	0.4

Tabla 4.1. Propiedades mecánicas y físicas (Al-PRFV).

Las probetas consisten de dos sustratos de 100 mm de longitud por 25 mm de ancho por 3 mm espesor unidas mediante adhesivo, con longitud de solape de 25 mm y espesores de adhesivo 3 y 1 mm, tal y como se muestra en la figura 4.5. a). El proceso completo de adhesión consta de los mismos pasos descritos en el punto anterior, aplicando también imprimación en todos los sustratos (SikaPrimer 206).

Para llevar a cabo los ensayos se ha empleado una máquina de ensayos universal Instron modelo 3367 equipada con una célula de carga de 30 kN. Se utilizó una cámara ambiental integrada en la propia máquina de ensayos para alcanzar las temperaturas requeridas durante las pruebas, ver figura 4.5. b). Las probetas se colocan sobre las mordazas de la máquina de ensayos, con una velocidad de 10 mm/min. Durante el ensayo se registró el desplazamiento de la mordaza y la fuerza medida por la célula de carga. Dadas las

dimensiones de las probetas y la configuración de las garras, solo se generan esfuerzos de cizallamiento, evitando deformaciones no controladas en el adhesivo, ver figura 4.5. a).

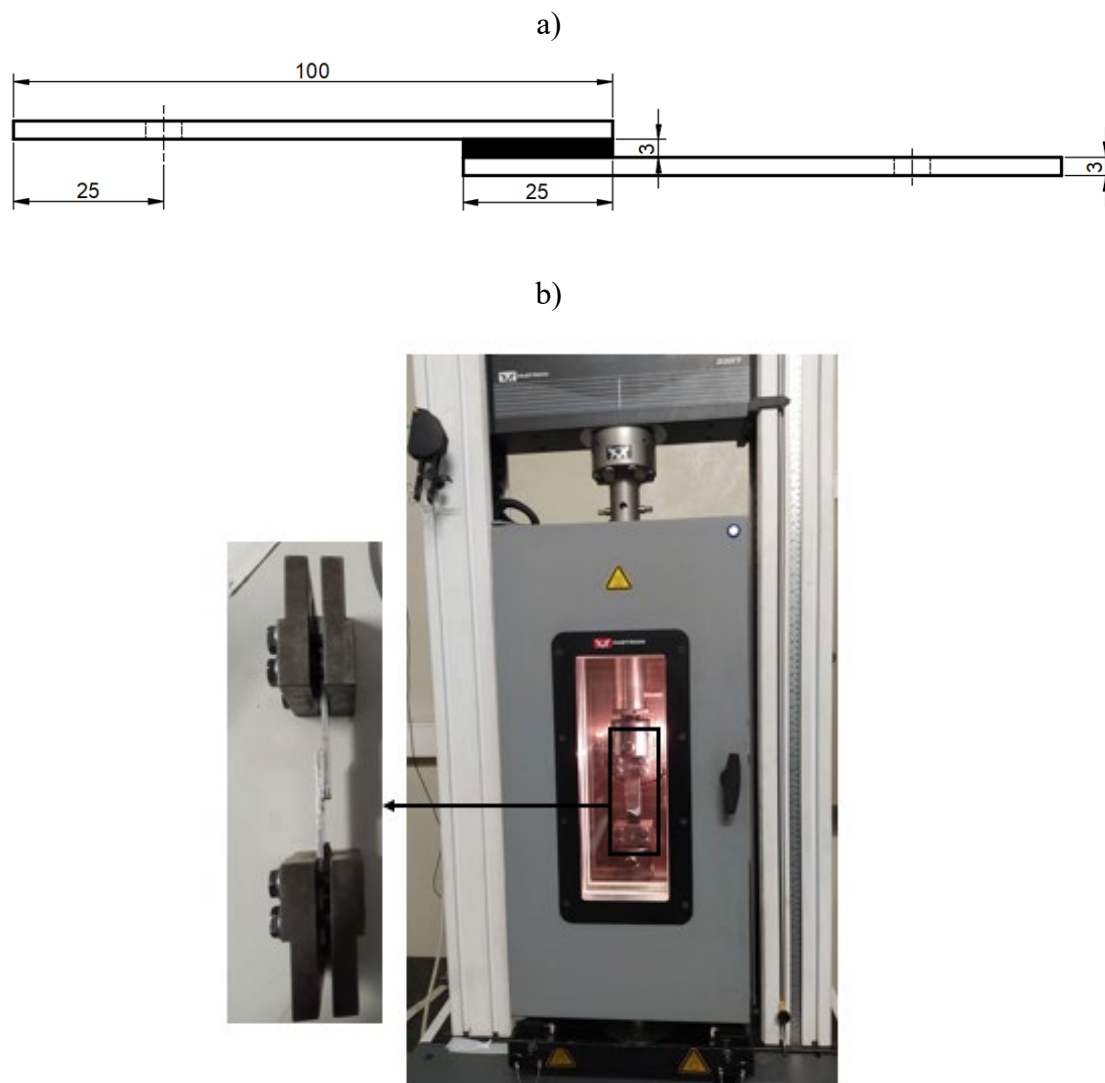


Figura 4.5. a) Geometría probeta SLJ; b) Equipo de ensayo/cámara climática.

4.4. Ensayo tracción

También se analizan las uniones sometidas a esfuerzos de tracción, para estudiar su comportamiento ante estas solicitaciones. En este caso el material utilizado como adherente es Al. Las uniones han sido fabricadas con una superficie adhesiva de dimensiones 50 x 50 mm, aplicando imprimación Sika Primer 206. Para garantizar una alineación precisa entre los dos adherentes y poder controlar el espesor del adhesivo de manera adecuada, se ha diseñado un utillaje especial impreso en 3D, como se muestra en la figura 4.6. a).

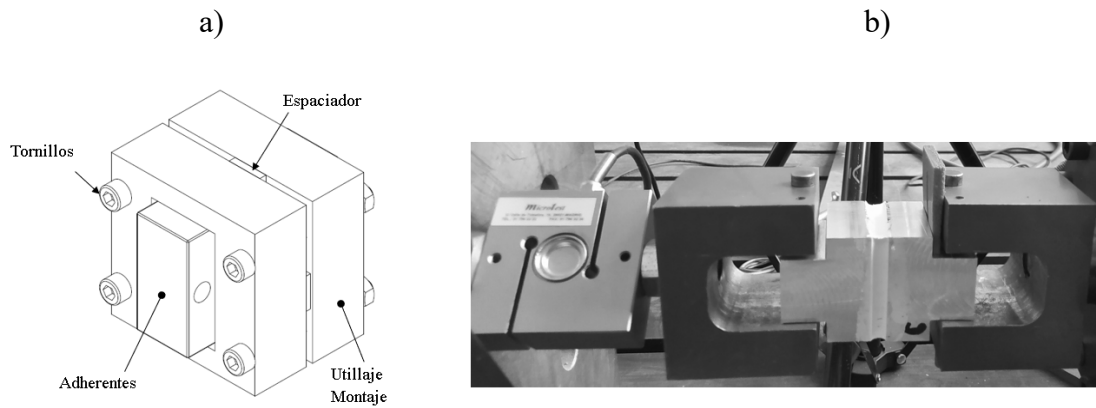


Figura 4.6. a) Utilillaje para fabricación unión tracción; b) Equipo de ensayo.

4.5. Ensayo desgarro

La probeta utilizada para el estudio del adhesivo a pelado se fabrica mediante la configuración DCB, con un ancho de 25 mm y una longitud de 100 mm. Los detalles de esta configuración se muestran en la figura 4.7. a). Este diseño de probeta es una variante en la norma ASTM D3433[26], en la que se ha reducido la longitud para hacerla más adecuada al uso de adhesivo hiperelásticos y a los espesores utilizados habitualmente. Los adherentes fueron fabricados en acero, con un módulo de Young de 200 GPa. Durante un ensayo, se aplica una fuerza en un extremo de la probeta, mientras que el otro extremo puede pivotar, ver figura 4.7. b). La carga resultante obliga a la probeta a abrirse gradualmente a medida que el punto de inicio del adhesivo se convierte en una grieta y procede a avanzar a lo largo de la capa adhesiva. En este estudio, el objetivo es lograr que solo el adhesivo se deforme, por lo tanto, se han diseñado los adherentes lo suficientemente rígidos para evitar deformaciones en los mismos. Para garantizar un buen nivel de adherencia se aplica también imprimación Sika Primer 206.

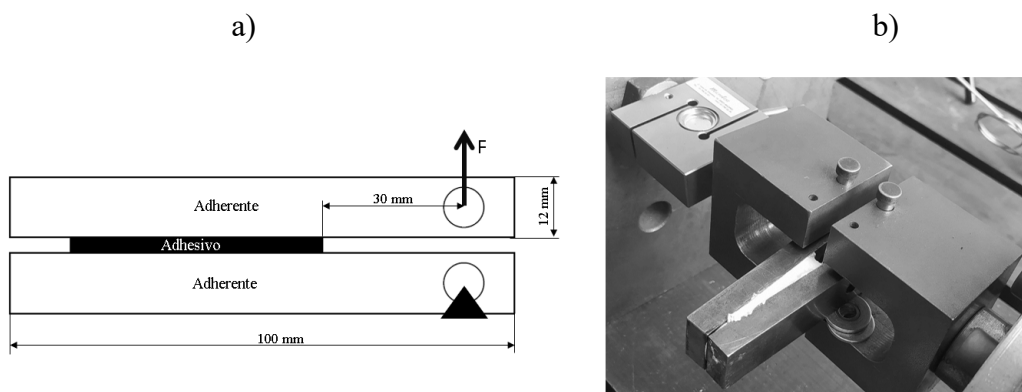


Figura 4.7. a) Probeta desgarro (DCB); b) Equipo de ensayo.

El espesor del adhesivo para las diferentes probetas se ajustó con precisión mediante utillaje específico, con una tolerancia de 0.1 mm, previamente recubierto por un agente desmoldeante. Todas las uniones se realizaron y se curaron en un ambiente limpio y estable (temperatura 23 ± 3 °C; humedad $50 \pm 5\%$).

4.6. Método elementos finitos

En el ámbito del estudio de uniones adhesivas, los modelos de elementos finitos se emplean principalmente para la optimización y análisis de dichas uniones, permitiendo la modelización detallada de la geometría y características de la unión [30], [74], [75]. En este caso se va a recurrir también al método de elementos finitos para caracterizar el material, mediante la modelización de probetas simples del propio material (halterio-planar). La comparación de los resultados con los experimentales permitirá el ajuste de las constantes de los modelos hiperelásticos. Además, los programas de elementos finitos comerciales incorporan herramientas que facilita el ajuste de dichos parámetros.

Una vez completado el ajuste de las constantes, es fundamental validar el modelo simulando diferentes uniones normalizadas simples (SLJ-DCB). Esta validación implica comparar las predicciones del modelo con los resultados experimentales obtenidos en condiciones similares. Tal comparación entre los datos simulados y los experimentales permite evaluar la precisión y fiabilidad del modelo ajustado.

Entre la oferta de programas disponibles en el mercado, se opta por el software Abaqus [76], de uso muy extendido para el estudio de materiales no lineales en general, que implementa las herramientas antes mencionadas de ayuda al ajuste para las constantes de los modelos.

5. ESTUDIO EXPERIMENTAL

5.1. Adhesivos altamente flexibles disponibles en el mercado

El tipo de adhesivo utilizado es la principal variable que influye en las propiedades de la unión. Para seleccionar el tipo de adhesivo más adecuado, hay que tener en cuenta variables como el tipo de superficie en el que se va a aplicar, el método de aplicación, las condiciones de trabajo a las que estará expuesta la unión, entre otros aspectos relevantes. Este estudio se inicia analizando el comportamiento y prestaciones de diferentes adhesivos flexibles utilizados actualmente a nivel industrial, mediante ensayos de probetas halterio y SLJ, con la geometría descrita en los puntos 4.1 y 4.3 respectivamente. A partir de los resultados obtenidos en los ensayos, se seleccionan los adhesivos con mejores prestaciones para avanzar en las siguientes etapas de esta tesis.

- **ADHESIVOS**

Se evaluaron dos tipos de adhesivos con composiciones químicas distintas: poliuretanos (PUR) monocomponentes y adhesivo basado en polímeros modificados con silano (SMP), todos diseñados para la elaboración de uniones altamente flexibles.

- SIKAFLEX 252

El SikaFlex 252, del fabricante Sika, es un adhesivo basado en poliuretano monocomponente, que cura al reaccionar con la humedad, transformándose en un elastómero de notable durabilidad. La velocidad de curado de este adhesivo depende de su espesor y las condiciones ambientales. En condiciones estándar de temperatura (23 °C) y humedad (50%), el tiempo de curado para espesor de 2 a 4 mm es de 12 a 24 horas. Este adhesivo ofrece una resistencia a la tracción teórica máxima de aproximadamente 3.3 N/mm², según especificaciones del fabricante. Es importante destacar que ciertos sustratos requieren de una preparación superficial específica para optimizar la adhesión.

- BOSTIK PU 2639

El Bostik PU 2639 es un adhesivo en base poliuretano. Este producto no se recomienda para aplicaciones en superficies expuestas directamente a los rayos UV. Ofrece una resistencia a la tracción máxima teórica de 1 a 1.2 N/mm². Su tiempo de manipulación o formación de piel es de aproximadamente 45 minutos bajo condiciones ambientales estándar, y presenta una velocidad de curado de 3 mm cada 24 horas, curando también al reaccionar con la humedad. Generalmente, no requiere de una imprimación previa para su aplicación.

- KÖRAPUR 140

El Körapur 140, de la marca Kömerling, es un adhesivo de poliuretano monocomponente que cura al contacto con la humedad ambiental. Este producto tiene un tiempo de formación de piel de 45 minutos y cura a una velocidad de 3 mm cada 24 horas. Se ha reportado una resistencia a la tracción máxima teórica de aproximadamente 3.5 MPa, mediante ensayos del fabricante. Para asegurar una adhesión óptima en ciertos sustratos, puede ser necesario el uso de tratamientos superficiales previos.

- TEROSON MS 939

El Teroson MS 939 del fabricante Henkel, es un adhesivo monocomponente basado en un polímero de silano modificado (SMP). Su tiempo de formación de piel varía entre 4 y 10 minutos, con una velocidad de curado de 3 mm cada 24 horas a 23 °C y 50% de humedad. Este adhesivo se destaca por su composición libre de solventes, isocianatos, siliconas y PVC, ofreciendo una buena adhesión en una amplia variedad de sustratos. Además, presenta una excelente resistencia a la luz UV, lo que lo hace adecuado tanto para aplicaciones interiores como exteriores.

5.1.1. Ensayos preliminares y selección del adhesivo

Para cada uno de estos adhesivos, se han realizado 4 ensayos de probetas de halterio y 4 SLJ. La figura 5.1 presenta las curvas medias de fuerza-desplazamiento obtenidas para uniones SLJ para los diferentes adhesivos con un espesor de 1 mm. El límite de rotura para los 4 adhesivos se alcanzan para deformaciones similares, de entre 6 y 7 mm. En cuanto a los niveles de esfuerzo máximo soportado, como se aprecia en la figura 5.1, tres de los adhesivos presentan valores entre 1400-1700 N, mientras que el bostick soporta un nivel de esfuerzo inferior a la mitad [77].

En cuanto a los tipos de fallo observados, se produjeron fallos tanto cohesivos como adhesivos, dependiendo del adhesivo utilizado. Las uniones realizadas con adhesivo

Bostick PU 2639 y Teroson MS 939 presentan un fallo adhesivo, lo que sugiere considerar un tratamiento superficial para futuros estudios con estos adhesivos. Por otro lado, tanto el adhesivo SikaFlex 252 como el Korapur 140 mostraron el tipo de fallo deseado en toda unión, fallo cohesivo.

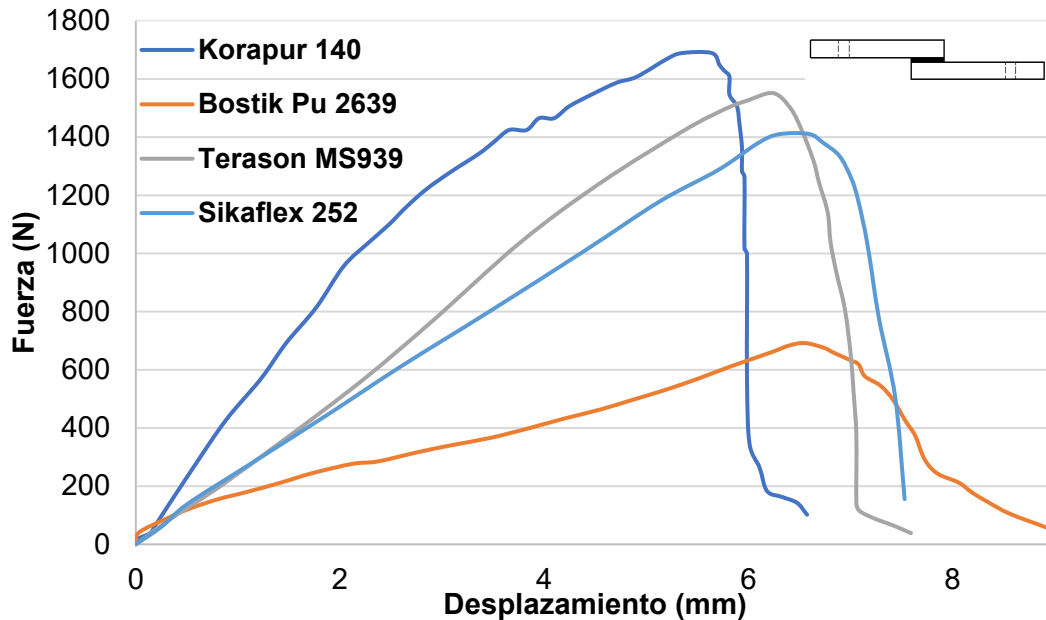


Figura 5.1. Resultado experimental de las pruebas SLJ-1mm con diferentes adhesivos.

La tabla 5.1 proporciona los resultados de las propiedades mecánicas obtenidas para diferentes adhesivos (valor medio y desviación típica), calculados a partir de los ensayos realizados:

Resistencia a la tracción:

Se observa una variabilidad en la resistencia a la tracción entre los diferentes adhesivos, con valores que van desde aproximadamente 1.07 MPa para el adhesivo Bostick hasta 3.18 MPa para el adhesivo Korapur. Destacar que el adhesivo Korapur y SikaFlex 252 presentan una resistencia a la rotura similar.

Resistencia cortadura:

La resistencia a cortadura también varía entre los adhesivos, con valores que van desde alrededor de 1.06 MPa para Bostick hasta 2.7 MPa para Korapur.

Elongación en el punto de ruptura:

Los adhesivos muestran diferentes niveles de elongación hasta el punto de ruptura, con valores que oscilan entre aproximadamente 350% para el Teroson y 975% para el Bostick, siendo el adhesivo más flexible de esta investigación.

Módulo de Young al 100%:

El módulo de Young al 100%, proporciona información sobre la rigidez del material a bajas deformaciones. Los valores varían entre aproximadamente 0.4 MPa para el Bostik y 1.81 MPa para el korapur, lo que indica diferencias significativas en la rigidez entre los adhesivos.

Adhesivo	Resistencia a la tracción (ISO 37) MPa	Resistencia cortadura (SLJ) MPa	Deformación rotura (ISO 37) %	Módulo young 100 % (ISO 37) MPa
SikaFlex 252	3.13 (± 0.23)	2.46(± 0.3)	480(± 47.96)	1.17(± 0.047)
Korapur 140	3.18(± 0.08)	2.7(± 0.09)	381(± 23.29)	1.81(± 0.02)
Bostik Pu 2639	1.07(± 0.02)	1.06(± 0.12)	975(± 27.1)	0.4(± 0.01)
Teroson MS 939	2.36(± 0.23)	2.42(± 0.24)	350(± 8.6)	1.22(± 0.13)

Tabla 5.1. Propiedades mecánicas obtenidas para diferentes adhesivos.

En resumen, los datos obtenidos en la tabla 5.1 de los diferentes adhesivos revelan una variedad significativa en términos de resistencia, flexibilidad y rigidez.

Se observa que el adhesivo Korapur 140 presenta una resistencia a la tracción y cortante notablemente alto, junto con un módulo de young al 100% más alto en comparación con los otros adhesivos evaluados. Por otro lado, el adhesivo Bostik Pu 2639 exhibe una mayor elongación hasta la rotura, lo que sugiere una mayor capacidad de deformación antes del fallo, pero una resistencia muy baja. Además, es importante destacar que el adhesivo Bostick PU 2639, debido a su alta viscosidad, no sería adecuado para soportar cargas cíclicas elevadas.

Aunque el adhesivo Korapur 140 muestra una mayor resistencia a la rotura y una rigidez superior en comparación con el SikaFlex 252, se optó por seleccionar finalmente el adhesivo SikaFlex 252 para las siguientes fases del estudio, debido a su mayor flexibilidad. Por otro lado, el adhesivo Teroson MS 939, que presenta prestaciones inferiores a los adhesivos SikaFlex 252 y Korapur 140, se mantendrá como objeto de

estudio en esta tesis para investigar posibles comportamientos de los adhesivos con base química silanos modificados.

5.1.2. Ensayos probetas DCB-Tracción

Se llevaron a cabo ensayos de desgarro y tracción para comprender el comportamiento mecánico del adhesivo ante diferentes condiciones de carga, utilizando el adhesivo SikaFlex 252[78].

Aunque los adhesivos están principalmente diseñados para resistir fuerzas cortantes, los componentes mecánicos se suelen enfrentar a diversas condiciones de carga a lo largo de su vida útil. Por lo tanto, es fundamental llevar a cabo un estudio de las uniones adhesivas bajo diferentes cargas [79], [80].

El estudio experimental del comportamiento mecánico del adhesivo, analiza además como influye el espesor del adhesivo en la resistencia al desgarro y tracción de las uniones[81]. Por un lado, se ensayaron probetas de desgarro con espesores de adhesivo de 2, 3, 4 y 6 mm utilizando la configuración DCB, con la geometría descrita en el punto 4.5. Por otro lado, se llevaron a cabo ensayos de tracción utilizando probetas en forma de T con espesores de adhesivos 4 y 6 mm, con la geometría descrita en el punto 4.4.

5.1.2.1. Resultados y discusión experimental

En la figura 5.2 se presentan las curvas de fuerza-desplazamiento correspondientes a los ensayos DCB en relación con el espesor del adhesivo. Se puede apreciar que a medida que se reduce el espesor del adhesivo la rigidez de la unión aumenta. Para la configuración de probeta DCB de espesor de adhesivo 2, 3 y 4 mm se puede apreciar como la carga aumenta casi linealmente con el desplazamiento en la fase inicial.

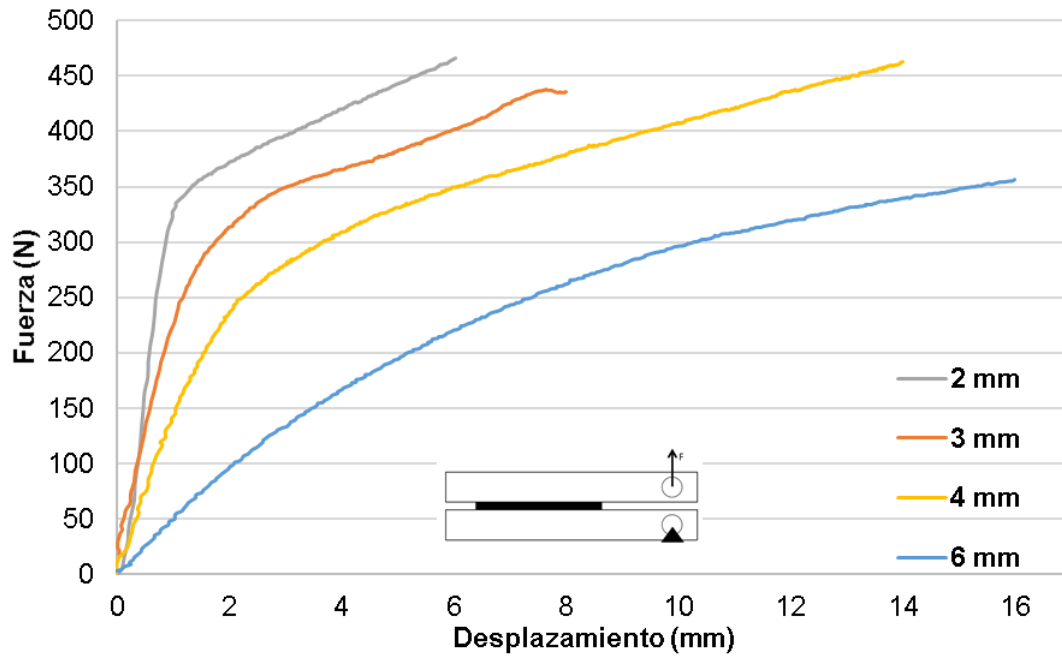


Figura 5.2. Resultados experimentales para unión DCB 2-3-4-6 mm de SikaFlex 252.

Por otro lado, en la figura 5.3 se muestran las curvas de fuerza-desplazamiento correspondientes a los ensayos de tracción fabricados con 4 y 6 mm de espesor de adhesivo. En este caso, también se observa que a medida que disminuye el espesor del adhesivo, la pendiente de las curvas ha aumentado ligeramente. En este tipo de unión, el nivel de esfuerzo requerido para iniciar la fractura del adhesivo es similar para ambos espesores. Con la diferencia que, en el caso de la unión de 6 mm de espesor de adhesivo, la rotura se produce con un mayor desplazamiento en comparación con el adhesivo de menor espesor.

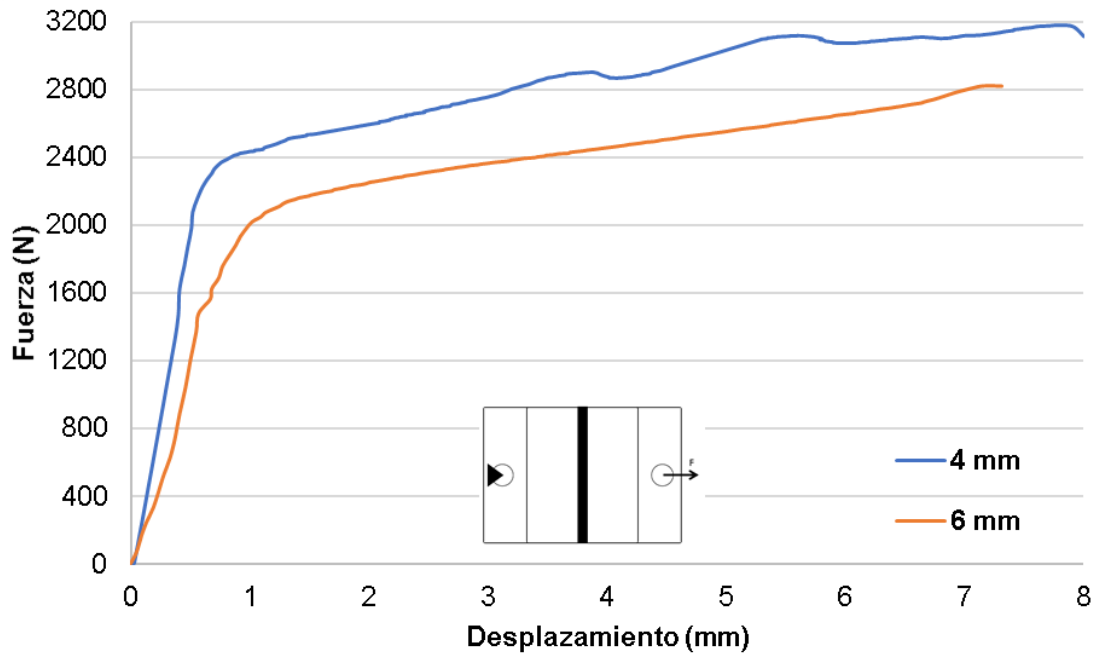


Figura 5.3. Resultados experimentales para unión de tracción 4-6 mm de SikaFlex 252.

Como resumen, los resultados obtenidos de los ensayos de desgarro se han recopilado en la tabla 5.2, y los resultados de los ensayos de tracción se han recopilado en la tabla 5.3. Esta tabla proporciona los valores de las cargas máximas y desplazamientos en los instantes antes de producirse la fractura en el adhesivo, proporcionando una visión general de los resultados obtenidos en los ensayos.

Desgarro	Fuerza Max (N)	Desplazamiento (mm)
2 mm	330	0.46
3 mm	275	1.8
4 mm	250	2.1
6 mm	150	3.5

Tabla 5.2. Resultados para ensayos experimentales DCB.

Tracción	Fuerza Max (N)	Desplazamiento (mm)
4 mm	2380	0.8
6 mm	2015	1

Tabla 5.3. Resultados para ensayos experimentales tracción.

5.2. Análisis de adhesivos hiperelásticos a altas temperaturas

En este punto se evalúa el comportamiento mecánico de los adhesivos altamente flexibles a temperaturas por encima de la temperatura ambiente normal, hasta 80 °C.

5.2.1. Introducción

La influencia de la temperatura en la resistencia de las uniones adhesivas es un factor importante a tener en cuenta en la fase de diseño. Los factores más significativos que determinan la resistencia de una unión adhesiva cuando se utiliza en un amplio rango de temperaturas son la contracción o expansión de la unión, y el cambio de las propiedades mecánicas del adhesivo con la temperatura. Los estudios que presentan resultados experimentales de uniones adhesivas estructurales, la mayoría con adhesivos epoxi, muestran generalmente una disminución en la resistencia a medida que la temperatura aumenta [82]–[85].

Este trabajo incluye el estudio experimental del comportamiento mecánico del adhesivo a altas temperaturas, mediante pruebas de tracción (halterio). Asimismo, se ha estudiado el impacto de las altas temperaturas en uniones de cizalladura (SLJ), donde se evaluaron diferentes espesores de adhesivo (1-3 mm) y dos tipos de adherentes, Al y PRFV. La configuración geométrica tanto de las probetas de halterio como de las SLJ se describe en los puntos 4.1 y 4.3.1, respectivamente.

Para el estudio se han considerado dos adhesivos: SikaFlex 252 y Henkel Teroson MS 9360, con propiedades muy similares al Teroson MS 939. Estos adhesivos se utilizan en la fabricación de carrocerías de vehículos, así como en la industria náutica, proporcionando uniones resistentes y flexibles con un bajo módulo elástico. Además, presentan una notable resistencia a la humedad y a la intemperie [86]. Ambos adhesivos curan mediante reacción con la humedad.

5.2.2. Análisis termomecánico adhesivos

Un aspecto clave en el conjunto de ensayos para analizar uniones adhesivas es la determinación de la Temperatura de Transición Vítreo (T_g) del adhesivo. Cuando las uniones adhesivas se ensayan por debajo de esta temperatura crítica, el adhesivo se comporta como un material rígido, mientras que por encima de la temperatura de transición vítrea el adhesivo adopta una naturaleza más elástica [87], [88].

Para la medición de las propiedades termomecánicas, se empleó el equipo de Análisis Dinámico-Mecánico (DMA) Q800 de TA Instruments. Las pruebas se llevaron a cabo en muestras con forma prismática rectangular, cuyas dimensiones fueron de 20 mm de largo, 5 mm de ancho y 2 mm de espesor. Las condiciones experimentales incluyeron una frecuencia de 1 Hz, una deformación del 0,05% y una velocidad de calentamiento de 2 °C/min, en un intervalo de temperatura de -90 °C a 100 °C. Los datos obtenidos facilitaron la determinación del módulo de almacenamiento (E') y del módulo de pérdida (E''). La T_g se estableció a partir del pico más prominente en la curva de módulo de pérdida.

En el caso de los adhesivos SikaFlex 252 y Teroson MS 9360, se determinaron T_g cercanas a -59.1 °C y -80 °C, respectivamente. Dado que estas temperaturas son inferiores a las de trabajo habitual del adhesivo, se anticipa que estos adhesivos presentan un comportamiento hiperelástico, similar al del caucho. Por tanto, en el marco de las condiciones experimentales de este estudio, el comportamiento de estos adhesivos puede ser modelado mediante el uso de los modelos hiperelásticos, ajustados a partir de datos experimentales.

Además, se evaluó el factor de disipación ($\tan \delta$), que se define como la relación entre el módulo de pérdida (E'') y el módulo de almacenamiento (E'), reflejando la capacidad de disipación de energía de un material. Este factor se representa como un valor adimensional, donde un número más alto indica una mayor proporción de comportamiento no elástico y un número bajo señala una predominancia de comportamiento elástico. Respecto a los adhesivos analizados, la temperatura en la cual el adhesivo SikaFlex 252 alcanza su máxima eficiencia de amortiguación es de -48.1 °C, mientras que para el adhesivo Teroson MS 9360, es de -54.1 °C.

5.2.3. Condiciones de ensayo

Se han seleccionado tres niveles térmicos representativos: 23, 50 y 80 °C, ya que ciertos componentes de los vehículos pueden alcanzar estas temperaturas en funcionamiento [89], [90]. Para llevar a cabo las distintas pruebas a altas temperaturas, se han utilizado los equipos mencionados en el punto 4.3.1. Se ensayaron cuatro uniones hasta el fallo para cada una de las temperaturas y configuraciones de probeta, mostrando una elevada repetibilidad en todos los casos. Los gráficos sólo muestran una prueba representativa para mayor claridad. Para garantizar que la temperatura interior de la cámara sea uniforme, antes de realizar el primer ensayo se mantiene la cámara durante 30 min a la

temperatura de estudio deseada. Cada ensayo se inicia después de 20 minutos una vez introducida la probeta para garantizar una distribución uniforme de la temperatura en su volumen. Para verificar la uniformidad térmica en la unión SLJ, se realizó un estudio térmico mediante simulación. Los resultados confirman que después de 15 minutos la temperatura es uniforme en todo el volumen de la unión, ver figura 5.4. b).

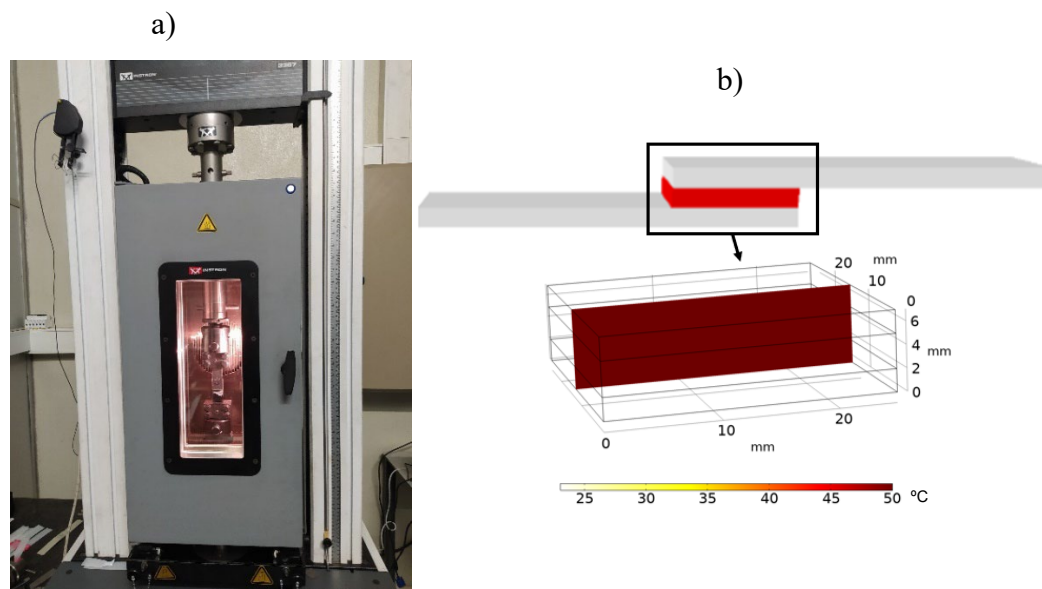


Figura 5.4. a) Máquina ensayos/cámara climática; b) Estudio termino FEA: Distribución de temperatura en la unión pasados 15 min.

5.2.4. Resultados experimentales y discusión

5.2.4.1. Análisis de resultados en tracción.

En la figura 5.5 se muestran las curvas tensión-deformación del adhesivo SikaFlex 252 a diferentes temperaturas, obtenidas del ensayo de halterio. Se observa que, con el aumento de la temperatura, tanto la resistencia a la deformación como la rigidez del adhesivo experimentan una disminución gradual. Respecto al ensayo a 23 °C, la resistencia al fallo del adhesivo disminuye un 44 %, a 50 °C y un 59 % a 80 °C.

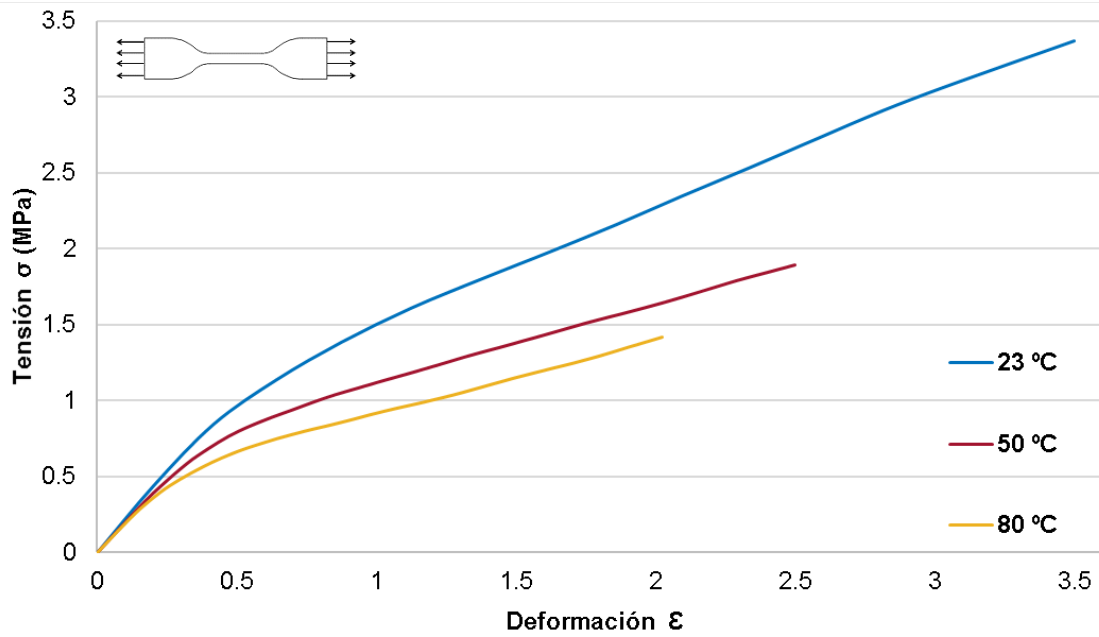


Figura 5.5. Ensayo representativo del adhesivo SikaFlex 252 a distintas temperaturas (halterio).

En la figura 5.6 se muestran las curvas tensión-deformación correspondiente al adhesivo Teroson MS 9360 a distintas temperaturas. Con el incremento de la temperatura, se observan alteraciones tanto en la resistencia a la rotura como en la deformación de rotura. Respecto al ensayo a 23 °C, la resistencia al fallo del adhesivo disminuyó un 43%, a 50 °C y un 60% a 80 °C. En este caso, la rigidez del adhesivo no experimenta alteraciones significativas.

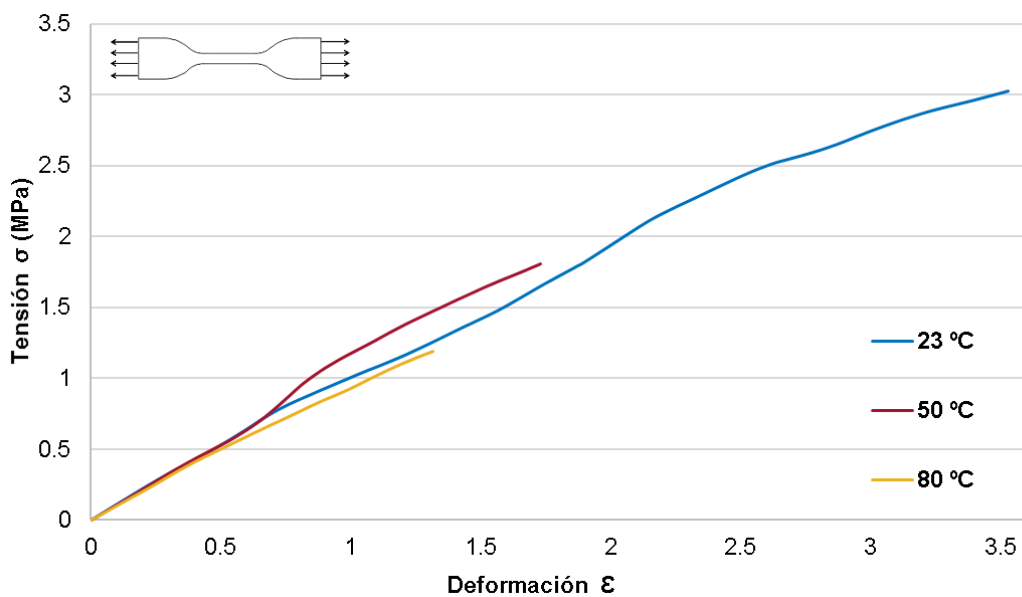


Figura 5.6. Ensayo representativo del adhesivo Teroson MS 9360 a distintas temperaturas (halterio).

La tabla 5.4 presenta información sobre la tensión máxima, carga máxima y alargamiento máximo de los adhesivos SikaFlex 252 y Teroson MS 9360 a diferentes temperaturas. Los valores mostrados se obtienen como la media de cuatro ensayos realizados con las mismas condiciones, siendo la mitad de la desviación máxima. Cabe destacar que la temperatura afecta a la resistencia a rotura de ambos adhesivos de manera similar. A 23 °C, ambos adhesivos muestran una capacidad de deformación similar. Sin embargo, se observa una notable influencia de las altas temperaturas en el alargamiento máximo, siendo más pronunciada en el caso del adhesivo Teroson MS 9360.

	SikaFlex 252			Teroson MS 9360		
	Tensión Máxima (MPa)	Carga Máxima (N)	Alargamiento Máximo (%)	Tensión Máxima (MPa)	Carga Máxima (N)	Alargamiento Máximo (%)
23 °C	3.3 (± 0.1)	67.8 (± 3.6)	350% (± 5)	3.03 (± 0.2)	61.3 (± 4.9)	357% (± 4)
50 °C	1.8 (± 0.1)	37.9 (± 2.8)	240% (± 3)	1.7 (± 0.1)	36.4 (± 3.2)	173% (± 5)
80 °C	1.4 (± 0.1)	27.5 (± 3.1)	199% (± 6)	1.3 (± 0.2)	24 (± 2.2)	134% (± 7)

Tabla 5.4. Propiedades mecánicas de adhesivo SikaFlex 252 y Teroson MS 9360.

5.2.4.2. Probetas SLJ.

Para continuar con el análisis del impacto de las elevadas temperaturas en ambos adhesivos, la figura 5.7 muestra los resultados obtenidos de los ensayos con probetas SLJ, fabricadas con PRFV con 1 mm de espesor de adhesivo y sometidas a una temperatura de 80 °C.

Al analizar la figura 5.7. a), se observa que las probetas fabricadas con el adhesivo Teroson MS 9360 experimenta una disminución moderada de rigidez en la unión cuando se somete a 80 °C, hasta alcanzar deformaciones de 3 mm, momento en el cual se produce la rotura de manera repentina.

Por otro lado, en la figura 5.7. b), se muestran los resultados de los ensayos con el adhesivo SikaFlex 252, donde se observa un comportamiento similar de ambas uniones hasta deformaciones de 2 mm. En el caso de la unión sometida a 80 °C, a partir de 2 mm la rigidez disminuye de forma progresiva.

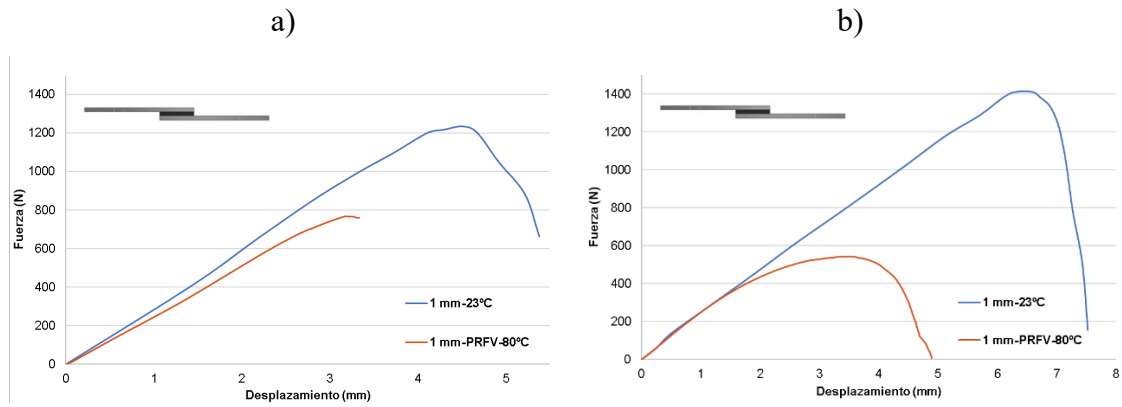


Figura 5.7. a) Resultados experimentales SLJ-PRFV-80 °C (Teroson MS 9360); b) Resultados experimentales SLJ-PRFV-80 °C (SikaFlex 252).

La figura 5.8 muestra las curvas fuerza-desplazamiento obtenidas a diferentes temperaturas para uniones SLJ fabricadas con adherentes Al y PRFV, utilizando un espesor de 1 mm de adhesivo SikaFlex 252.

De forma clara se aprecia que el rendimiento de la unión disminuye a medida que la temperatura aumenta. Se observa una mayor disminución de rigidez en el caso de las uniones fabricadas en Al para ambas temperaturas, produciéndose un fallo adhesivo parcial en la unión expuesta a 50 °C. En el caso de la unión sometida a 80 °C se aprecia una drástica disminución de carga máxima, debido a que se produce fallo adhesivo total en la unión. En el caso de las probetas fabricadas con PRFV, se observa un fallo cohesivo en todos los casos, tanto con un espesor de adhesivo 1 mm como con 3 mm.

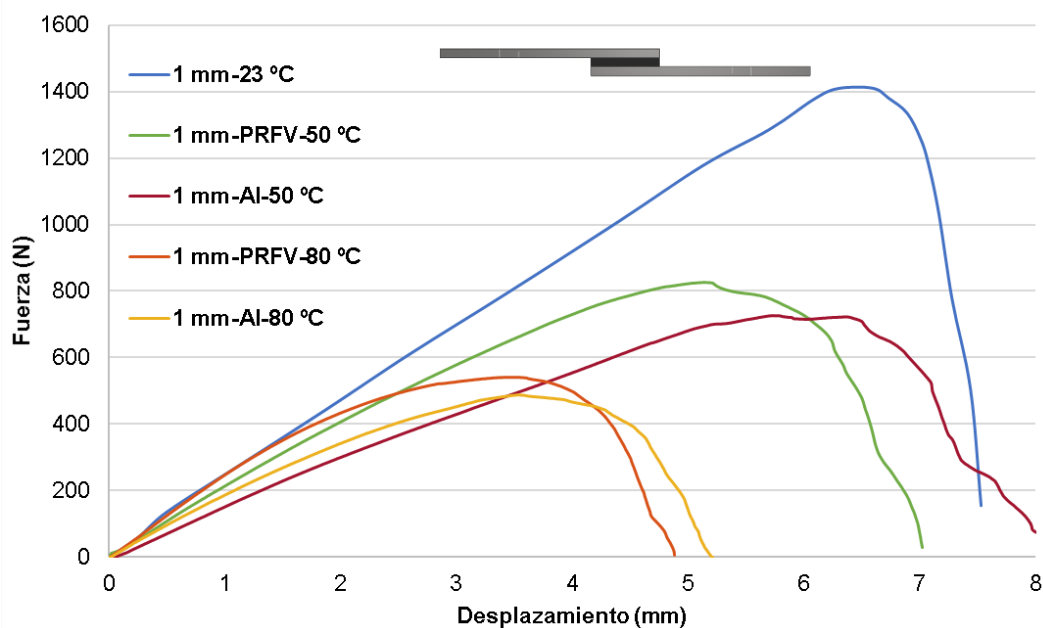


Figura 5.8. Resultados experimentales SLJ-1mm de Al-PRFV (SikaFlex 252).

La figura 5.9 muestra las curvas fuerza-desplazamiento obtenidas a diferentes temperaturas, utilizando las mismas configuraciones de probetas que en caso anterior, pero ahora con espesor de adhesivo 3 mm. De nuevo, se evidencia una disminución en el rendimiento de la unión a medida que la temperatura aumenta. Se observa una reducción en la rigidez en todos los ensayos de las uniones fabricadas en Al para ambas temperaturas, produciéndose un fallo adhesivo parcial en las uniones expuesta a 50 °C. En cuanto a la unión sometida a 80 °C, se aprecia una marcada disminución de carga máxima debido a que se produce de nuevo un fallo adhesivo total en todos los ensayos. Cabe destacar que la rigidez de todas las probetas ensayadas con un espesor de adhesivo de 3 mm muestra una mayor similitud entre sí en comparación con las probetas ensayadas con espesor de 1 mm.

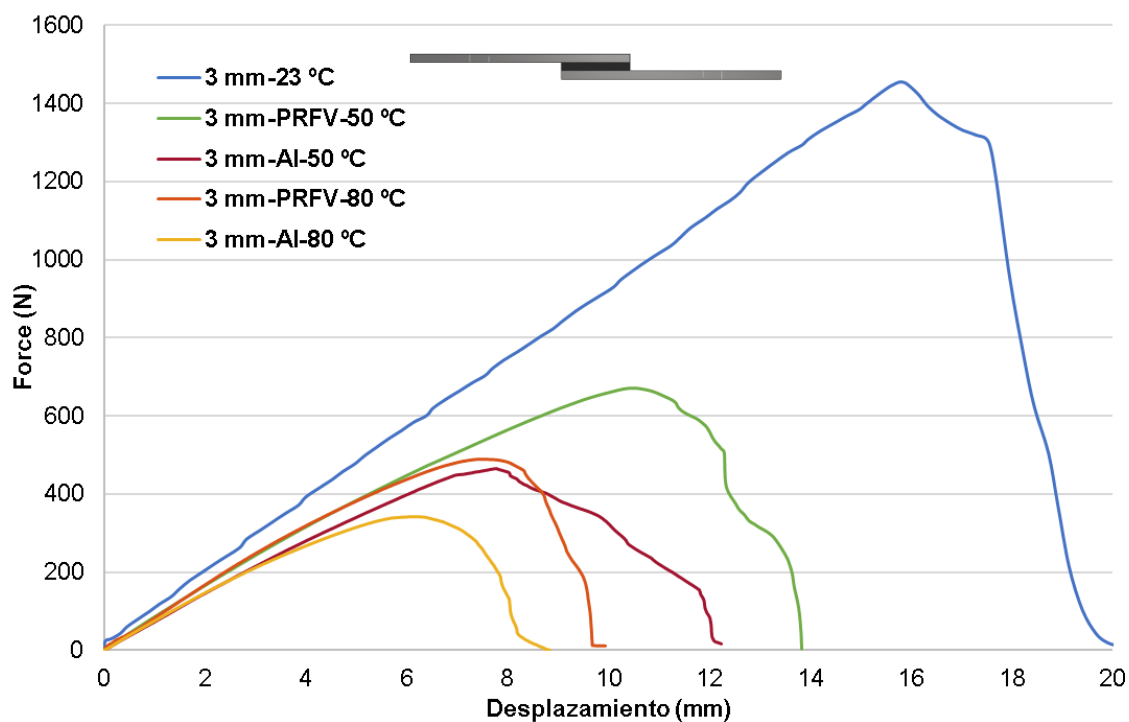


Figura 5.9. Resultados experimentales SLJ-3mm de Al-PRFV (SikaFlex 252).

La tabla 5.5 proporciona las fuerzas de rotura de las uniones SLJ bajo las diferentes condiciones de temperatura y las diferentes configuraciones de probetas. Los valores mostrados se obtienen como la media de cuatro ensayos realizados con las mismas condiciones. La comparación de los resultados entre los dos espesores de adhesivo, sugieren que el aumento de espesor no afecta significativamente a la resistencia a temperatura ambiente, pero puede hacer que disminuya más esta resistencia al aumentar la temperatura.

SLJ-1mm	23 °C	50 °C	80 °C	SLJ-3mm	23 °C	50 °C	80 °C
PRFV	1400(±9)	820(±6)	500(±7)		1450(±13)	650(±6)	450(±10)
Al	1400(±7)	700(±5)	450(±8)		1450(±10)	430(±5)	350(±11)

Tabla 5.5. Fuerza de rotura SLJ-1mm y SLJ-3mm (N).

En conclusión, el estudio experimental pone de manifiesto una disminución en la resistencia de los adhesivos a medida que la temperatura aumenta, especialmente en el caso del Teroson MS 9360. En las uniones SLJ, se evidencia una degradación en el rendimiento a altas temperaturas, afectando más significativamente a las uniones fabricadas en Al que en PRFV, debido a la aparición de fallo adhesivo.

6. DESARROLLO DEL PROCEDIMIENTO DE CARACTERIZACIÓN MECÁNICA DE ADHESIVOS HIPERELÁSTICOS

6.1. Procedimiento de caracterización

En este capítulo se propone la metodología para la caracterización de adhesivos altamente flexibles. El procedimiento que se propone consta de las siguientes etapas:

- Ensayos sobre probetas de material simples (uniaxial-planar)
- Ajuste de diferentes modelos hiperelásticos a través de análisis por elementos finitos de los ensayos anteriores. Preselección de los modelos que ofrecen un mejor ajuste.
- Modelización de un ensayo de unión simple SLJ, comparación con datos experimentales y selección final del modelo de material.
- Validación del modelo mediante ensayos de probetas SLJ y DCB con diferentes espesores de adhesivo.

En los siguientes puntos se desarrollan cada una de estas etapas tomando como base un primer ejemplo de caracterización de un adhesivo en base poliuretano (SikaFlex 252). No obstante, se trata de desarrollar un procedimiento de aplicación general que también proporcione una base sólida para la caracterización de diferentes adhesivos altamente flexibles.

6.1.1. Ajuste y preselección de modelos hiperelásticos a partir de datos de ensayos de material

Para obtener las constantes de los modelos hiperelásticos de orden 1 y 2 se requiere de las curvas de tensión–deformación en dos configuraciones de carga distintos al menos [91], [92]. Para conseguir un buen ajuste del modelo es recomendable además, partir de datos de ensayos de los modos de deformación similares que probablemente se produzcan en la unión final [76]. En el caso que nos ocupa es importante incluir datos del ensayo planar, que representa el comportamiento a cizalladura pura, además de datos de ensayo de probetas de halterio que representan el comportamiento en tracción.

Cabe señalar este punto, que no existe una norma que defina las dimensiones de la probeta planar, lo que ha hecho necesario un estudio adicional sobre la influencia de su geometría en el resultado, que se detallara más adelante.

Se modela entonces en el programa de elementos finitos los estados de tracción pura y cortadura pura correspondientes a estos ensayos, utilizando diferentes modelos de material. Los modelos de material considerados fueron: Neo-Hookean, Mooney-Rivlin (polinomio $N = 1$) y Ogden ($N = 1$ y $N = 2$) [91], [93], [94]. Y las constantes de cada uno de los modelos se ajustan por comparación con las curvas experimentales tensión ingenieril- deformación correspondientes, utilizando un algoritmo de optimización iterativo implementado en el propio programa. Cabe señalar que, en este caso, las constantes de compresibilidad son nulas para cualquiera de los modelos, ya que se supone que se trata de un material incompresible.

Una vez conseguido el mejor ajuste para cada uno de los modelos hiperelásticos considerados se realiza una primera selección de los que mejor representa en comportamiento del material.

Para ello se compararon las curvas obtenidas por simulación para los diferentes modelos con las curvas experimentales mediante CORA. El método de Correlación y Análisis (CORA) se emplea para examinar la validez del comportamiento mecánico de los modelos de elementos finitos (EF). Gehre et al. [95] propuso por primera vez el método CORA como una técnica de comparación objetiva para evaluar la precisión de la concordancia entre dos curvas. Su objetivo es determinar la validez y calidad de la correspondencia entre curvas. El método CORA la concordancia del tamaño, la fase, la forma y la distancia entre las curvas, proporcionando una puntuación (Ratio) entre cero y uno, donde cero define la no concordancia entre las señales y uno es una concordancia perfecta. Este método de comparación de curvas ha sido usado en multitud de campos, en especial para la validación de modelos numéricos [96], [97]. El objetivo en este caso encontrar un modelo hiperelástico que ofrezca una buena correlación entre el modelo y el ensayo para ambos tipos de ensayo simultáneamente.

6.1.2. Selección y validación de los modelos hiperelásticos con probetas SLJ-DCB

Con el objetivo de seleccionar, por una parte, la ley de material que mejor se ajuste a los resultados experimentales, se modela en primer lugar la probeta SLJ con 3 mm espesor de adhesivo, con la geometría y condiciones de ensayos detalladas en el punto 4.3. Se realizan modelos FEA en Abaqus de la probeta SLJ, donde se comparan los resultados de los modelos hiperelásticos preseleccionados en el punto anterior. Como normal general se utilizan elementos hexaédricos cuadráticos con integración reducida (C3D8RH), realizando estudios de convergencia de malla para seleccionar los tamaños de elementos más apropiados. Las condiciones de contorno se han definido según se muestra en la figura 6.1. El extremo izquierdo de la probeta queda empotrado, mientras que en el extremo derecho se aplica un desplazamiento (u_x) que reproduce las condiciones del ensayo.

A la vista de los resultados obtenidos de las simulaciones se vuelve a utilizar el software Cora para seleccionar finalmente cual es el modelo de material que se ajusta a los resultados experimentales.

Una vez elegido el modelo hiperelástico se puede validar la caracterización del adhesivo mediante ensayos con probetas SLJ con diferentes espesores de adhesivo.

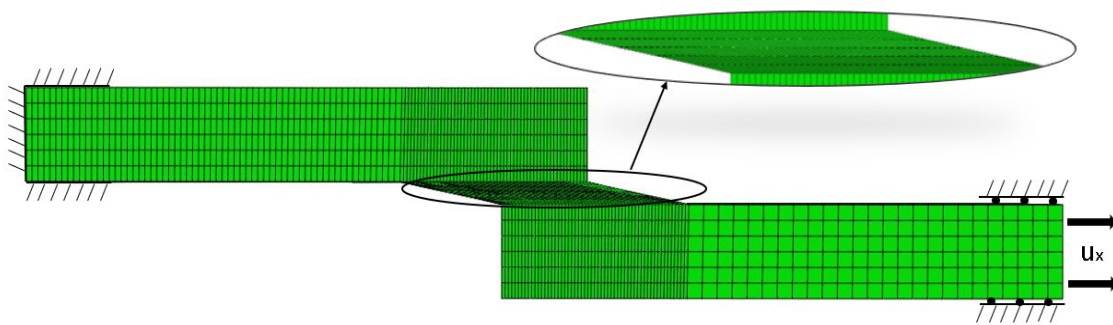


Figura 6.1. Simulación FEA-SLJ.

Como parte de la validación del modelo de material elegido, para valorar la bondad de los resultados en condiciones de tensión multiaxial, también se pueden llevar a cabo la modelización de probetas de pelado (DCB), con la geometría descrita en el punto 4.5, utilizando diferentes espesores de adhesivo.

Siguiendo una metodología similar a la modelización de la probeta SLJ, se desarrolla un modelo 3D de elementos finitos para validar ambas configuraciones de probetas. El acero para las probetas DCB se consideró material lineal. Las condiciones de contorno se definieron como se muestra en la figura 6.2. Uno de los extremos queda empotrado, permitiendo la rotación, mientras que en el otro extremo se aplica un desplazamiento, también permitiendo la rotación.

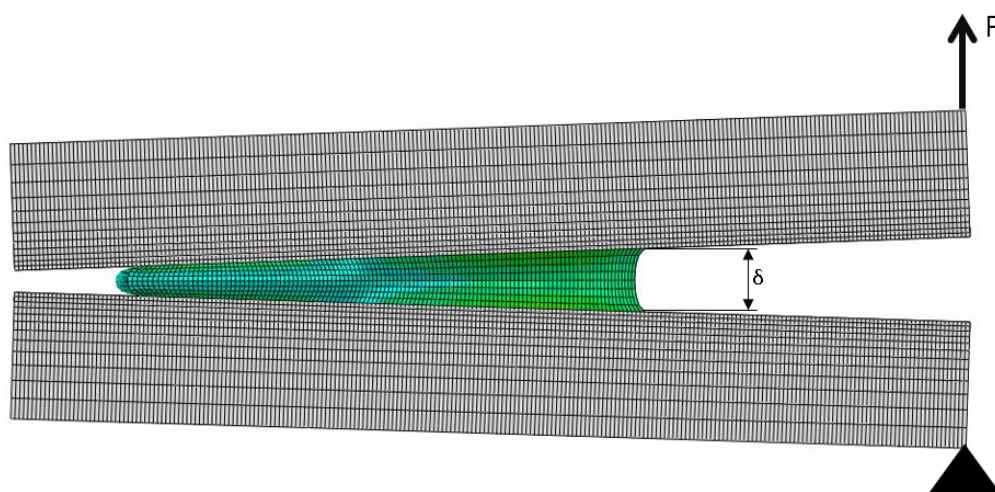


Figura 6.2. Simulación FEA-DCB.

6.2. Propuesta inicial de ajuste modelos hiperelástico

6.2.1. Introducción

Durante los primeros pasos de esta investigación, se ajustaron los diferentes modelos hiperelásticos considerados. Se utilizó como información experimental de partida la combinación del ensayo de probeta de halterio y el de una probeta planar de dimensiones 130 x 15 mm (ancho x longitud efectiva), ambas probetas con un grosor de 3 mm, con las condiciones de ensayos descritas en los puntos 4.1 y 4.2 respectivamente. Según bibliografía consultada, el ancho de la probeta planar para ajustar las constantes de los modelos hiperelásticos varía entre 100 y 200 mm, sin que se establezca un criterio definitivo [29], [55], [98]. La elección de un ancho de 130 mm se debió al utillaje disponible en el laboratorio [77].

6.2.2. Definición de modelo y estimación de las constantes hiperelásticas (SikaFlex 252).

Las figuras 6.3 y 6.4 muestran las curvas tensión-deformación obtenidas respectivamente en los ensayos de tracción uniaxial y planares, y las comparan con las obtenidas por simulación para los mismos ensayos utilizando los diferentes modelos de material ajustados.

Analizando las curvas obtenidas en la zona de baja deformación, varios de los modelos considerados podrían considerarse como una buena opción para predecir el comportamiento experimental del adhesivo, tanto en el ensayo de tracción uniaxial como en el ensayo planar. Por otro lado, para grandes deformaciones, se observa una gran dispersión entre los resultados obtenidos con los diferentes modelos. Los modelos con mejor correlación aceptable en todo el rango de deformaciones son los siguientes:

- El modelo de material que parece ofrecer el ajuste más equilibrado para ambos tipos de ensayo y en todo el rango de deformaciones, es el modelo de Ogden $N=2$.
- El modelo Mooney-Rivlin propuesto muestra una correlación aproximada con los resultados del ensayo de tracción uniaxial en el rango de deformación. Sin embargo, muestra una rigidez alta en la simulación de ensayos planares.

Estos modelos de material serán los seleccionados a priori para validar, en el siguiente capítulo.

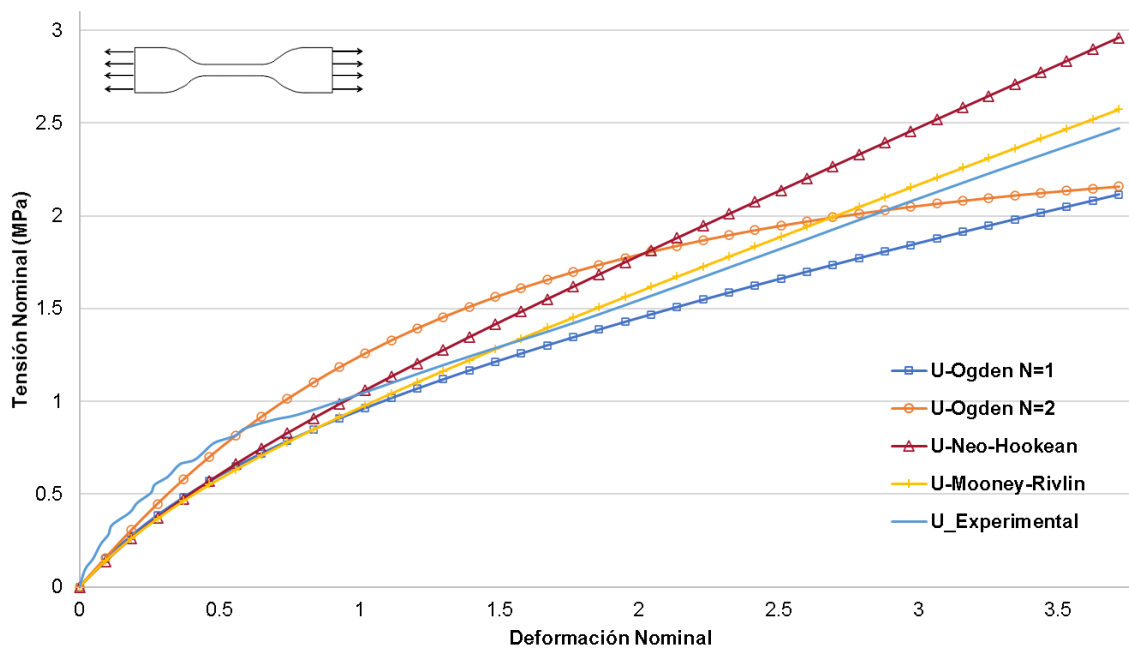


Figura 6.3. Comparación entre experimental-numérico para ensayo uniaxial con diferentes modelos hiperelásticos (SikaFlex 252).

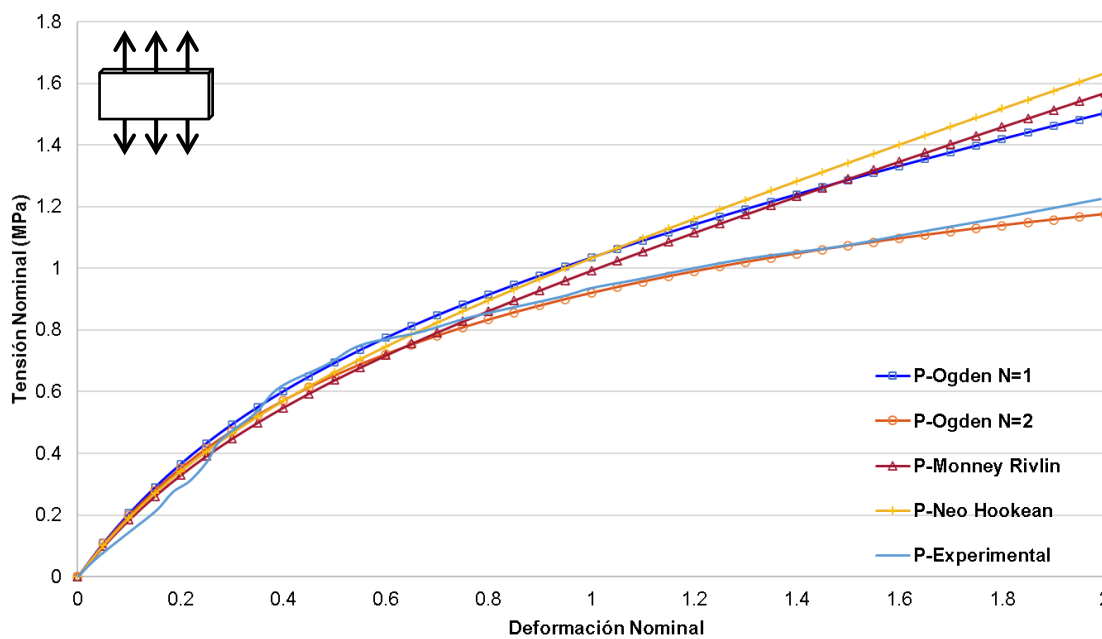


Figura 6.4. Comparación entre experimental-numérico para ensayo planar con diferentes modelos hiperelásticos (SikaFlex 252).

6.2.3. Validación mediante ensayos SLJ y selección del modelo

A continuación, se aborda la validación de los modelos de los materiales hiperelásticos seleccionados a priori, siguiendo la metodología detallada en el punto 6.1.

En primer lugar, se utiliza el modelo de Ogden $N=2$, con las constantes ajustadas que se muestran en la tabla 6.1. La figura 6.5 muestra una correlación aceptable de los resultados entre la simulación y el ensayo, para el caso de la probeta SLJ con adhesivo de 3 mm de espesor. Pero el modelo no presenta buenos resultados en la simulación de la probeta SLJ con adhesivo de 1 mm de espesor, ver figura 6.6.

Se obtienen mejores resultados para la probeta SLJ-1 mm de espesor al simular el modelo Ogden $N=1$, con los parámetros ajustados para ella en el apartado anterior y que se muestran en la tabla 6.2. Sin embargo, los resultados obtenidos para el espesor de 3 mm distan mucho de los experimentales. Además, el modelo de Ogden $N=1$ no presentaba una correlación precisa con los ensayos de ajuste uniaxial y planar.

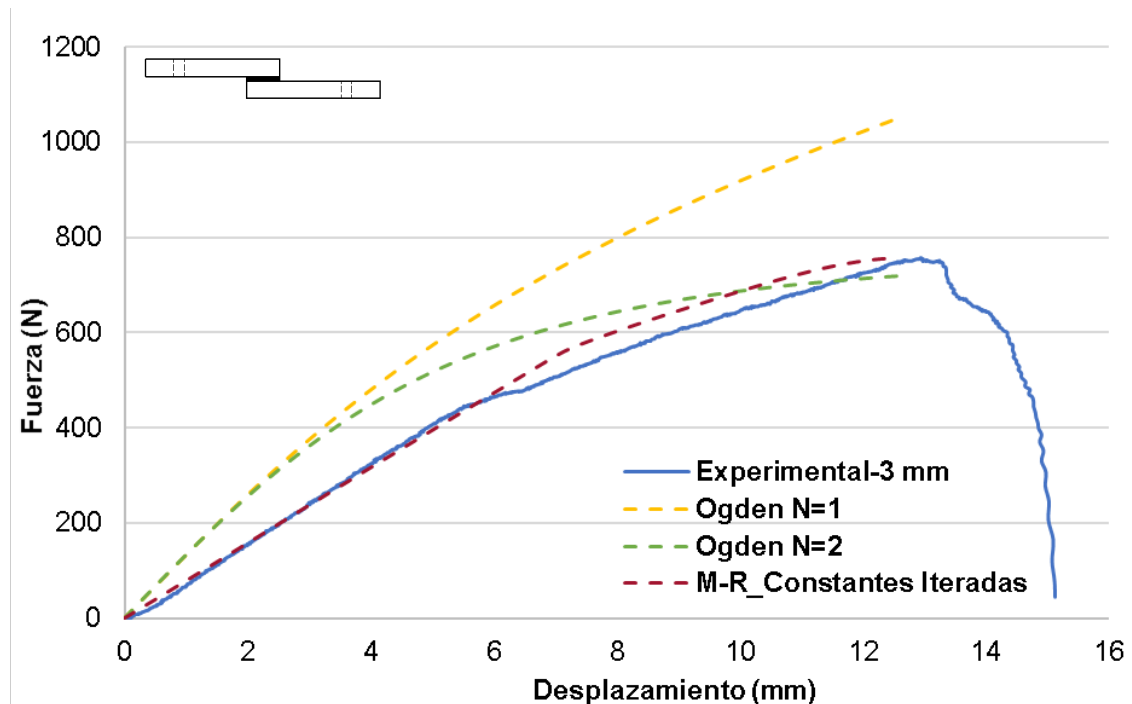
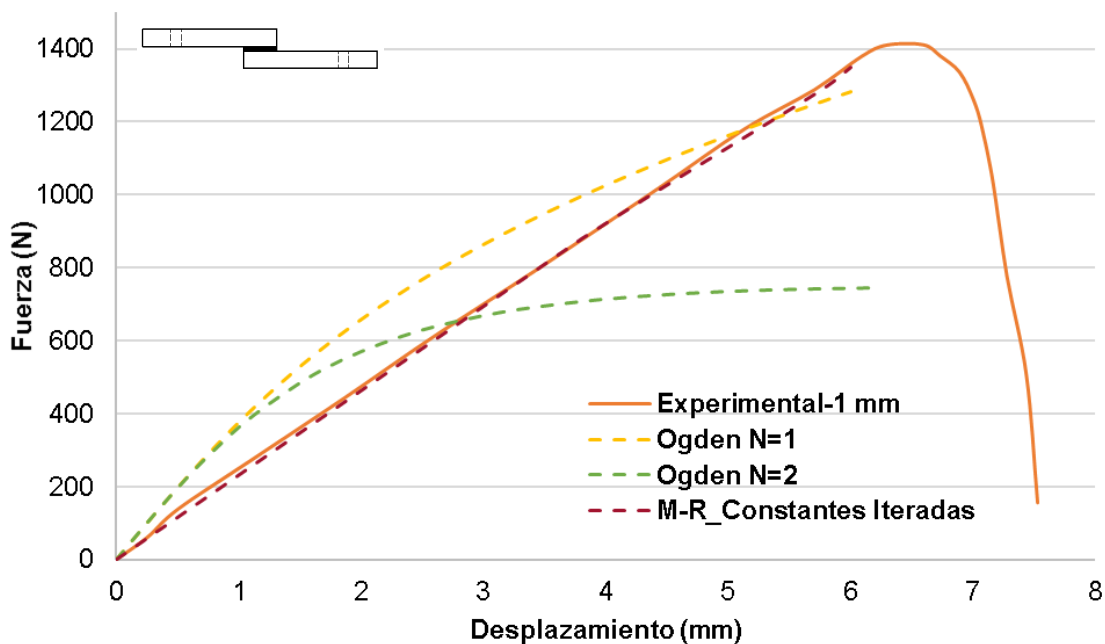


Figura 6.5. Resultados experimentales y computacionales SLJ-3 mm (SikaFlex 252).
Comparación entre los diferentes modelos.



**Figura 6.6. Resultados experimentales y computacionales SLJ-1 mm (SikaFlex 252).
Comparación entre los diferentes modelos.**

A la vista de estos resultados, no podría considerarse alcanzado el objetivo de seleccionar y ajustar un único modelo hiperelástico capaz de reproducir con aceptable precisión el comportamiento de uniones finales con diferentes configuraciones y espesores. Por el contrario, los resultados obtenidos con el modelo Ogden $N=1$ y $N=2$ corroborarían las opiniones de varios autores en cuanto a la necesidad de realizar ensayos de caracterización con el mismo espesor de adhesivo a utilizar en las uniones finales, como única forma de obtener un ajuste fiable del modelo de material, cuya validez queda así restringida a la simulación de un rango muy estrecho de posibles uniones [29], [30].

A continuación, se intentó validar el modelo Mooney-Rivlin ajustado en el capítulo anterior, que sólo ofrecía una buena correlación en la simulación del ensayo de tracción uniaxial. Los primeros resultados mostraron que el modelo ofrecía curvas con formas próximas a las experimentales para ambos espesores de adhesivo, aunque no lo suficientemente precisas. Se decidió hacer una modificación iterativa de las constantes de Mooney-Rivlin para mejorar el ajuste, llegándose a los valores mostrados en la tabla 6.3, con las que finalmente se obtuvo una muy buena correlación para ambos ensayos SLJ, como se muestra en las figuras 6.5 y 6.6.

N	μ	α	D_1
1	1.32493862	1.19452984	0
2	-0.677801657	-1.35713429	0

Tabla 6.1. Constantes hiperelásticas Ogden N=2 (SikaFlex 252).

N	μ	α	D_1
1	0.641945321	1.49567371	0

Tabla 6.2. Constantes hiperelásticas Ogden N=1 (SikaFlex 252).

N	C_{10}	C_{01}	D_1
1	0.24159316	-0.05185012	0

Tabla 6.3. Constantes hiperelásticas Mooney-Rivlin (SikaFlex 252).

Por último, para cuantificar las diferencias entre los rendimientos observados para los distintos modelos de material, se ha integrado el error relativo entre la curva experimental y la obtenida con cada modelo en todo el intervalo de medida. Los resultados se muestran en la tabla 6.4.

Modelo	Error (SLJ-1mm)	Error (SLJ-3mm)
Ogden N=2	17.5 %	18 %
Ogden N=1	13 %	43 %
Mooney-Rivlin	2.6 %	4.2 %

Tabla 6.4. Error relativo obtenido con los diferentes modelos uniones SLJ (SikaFlex 252).

Los resultados indican que es posible ajustar un modelo hiperelástico para distintos espesores de adhesivos en uniones SLJ. Sin embargo, el procedimiento de caracterización a partir de los ensayos simples propuestos no parece valido para ajustar de forma directa los modelos hiperelásticos.

6.3. Definición final de procedimiento de caracterización

6.3.1. Introducción

Con lo visto en el apartado anterior, el modelo de Mooney-Rivlin es el que a priori mejor puede representar el comportamiento del material considerado ante diferentes condiciones de trabajo. Pero queda pendiente definir el procedimiento que permita la caracterización del modelo directamente a partir de resultados experimentales simples, sin tener que contar con ensayos de uniones reales ni recurrir a métodos de ajuste iterativos.

Para solucionarlo, se han vuelto a estudiar los resultados obtenidos para los ensayos de caracterización de partida. Se ha mantenido la configuración del ensayo uniaxial, que utiliza una probeta de halterio normalizada (ISO-37). Y para la probeta planar, se ha propuesto un plan de ensayos con probetas de diferentes dimensiones (no normalizadas) (tabla 6.5), que puedan permitir un mejor ajuste de las constantes de los modelos, con la geometría mostrada en la figura 6.7[71].

N°	Ancho	Longitud Total	Longitud Efectiva	Espesor
1	50 mm	60 mm	30 mm	3 mm
2	50 mm	90 mm	50 mm	3 mm
3	100 mm	60 mm	30 mm	3 mm
4	100 mm	90 mm	50 mm	3 mm
5	100 mm	120 mm	80 mm	3 mm
6	150 mm	60 mm	30 mm	3 mm
7	150 mm	90 mm	50 mm	3 mm
8	150 mm	120 mm	80 mm	3 mm
9	150 mm	90 mm	45 mm	2 mm
10	200 mm	90 mm	55 mm	3 mm

Tabla 6.5. Dimensiones probeta planar.

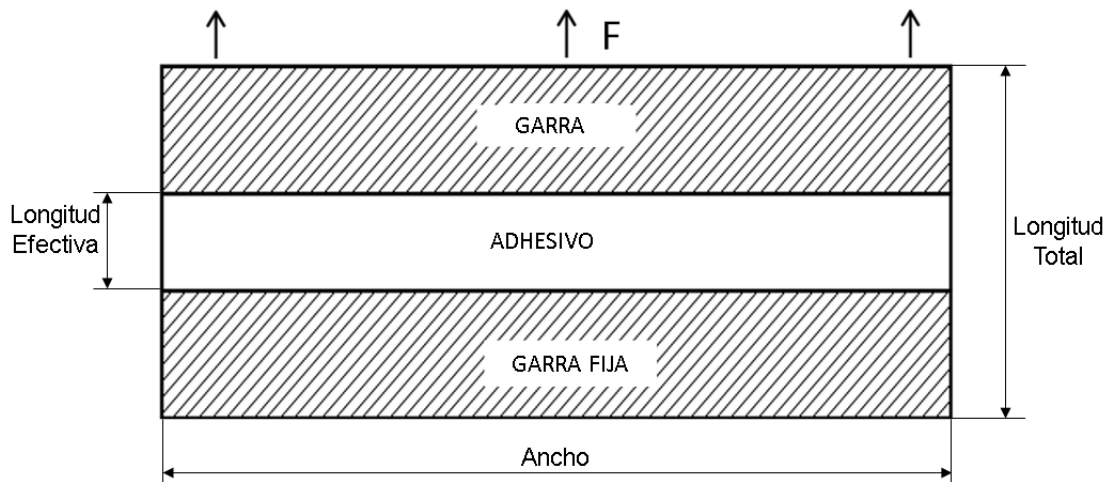


Figura 6.7. Geometría probeta planar.

6.3.2. Influencia de las dimensiones de la probeta planar.

Estudio experimental.

Según podemos apreciar en las curvas tensión-deformación representadas en la figura 6.8, la rigidez no se ve significativamente afectada por la longitud efectiva de la probeta en los tres anchos considerados. Tampoco se ve afectada la rigidez al variar el ancho de probeta entre 50 y 100 mm. Sin embargo, con un ancho de probeta de 150 mm se aprecia una disminución de la rigidez. Esto se observa de forma más clara en la figura 6.9, en la cual se comparan las probetas de longitud efectiva 50 mm y anchos 50, 100 y 150 mm. A la vista de estos resultados, se llevaron a cabo ensayos aumentando el ancho de la probeta por encima de 150 mm, manteniendo una longitud efectiva de 50 mm, obteniendo una rigidez muy similar a la obtenida en la probeta de 150 mm (en la figura 6.9 se incluye el resultado para una probeta de 200 mm). Parece por tanto que para anchos mayores de 150 mm se mantiene el valor de rigidez obtenido.

En la misma figura 6.9 también se muestra los resultados de una probeta de dimensiones 150 x 50 mm y espesor 2 mm. Esta probeta muestra una curva de tensión-deformación de mayor rigidez que su equivalente de 3 mm de espesor de adhesivo.

Como conclusión, se aprecia distinción entre dos grupos de probetas. Las probetas con anchos inferiores a 150 mm presentan una rigidez mayor. Esto puede deberse al efecto del borde libre de la lámina de adhesivo en las tensiones, el cual tiene mayor peso en las probetas estrechas. Pero una vez superado el límite de anchura suficiente para eliminar

esa influencia, aumentar el ancho más de 150 mm no implica una mayor disminución de la rigidez.

Por otra parte, el espesor de la lámina de adhesivo también tiene influencia sobre la rigidez, incluso mayor que el ancho de la probeta. Si el espesor de la lámina es demasiado delgado la lámina será muy rígida y puede que se esté impidiendo la deformación en esa dirección necesaria para suponer un caso de cortante puro.

Tras este análisis, se ha deducido que la probeta planar utilizada para la caracterización del material hiperelástico debería ser lo suficiente ancha y gruesa, y a priori podría ser la probeta con dimensiones 150x50x3 mm la seleccionada para el ajuste de los modelos.

No obstante, para comparar los resultados obtenidos en la caracterización y ajuste de las leyes de comportamiento, también se utilizarán en el siguiente apartado los datos experimentales correspondientes a la probeta de 100x80x3 mm, como representante del grupo de probetas planares que presentan una mayor rigidez.

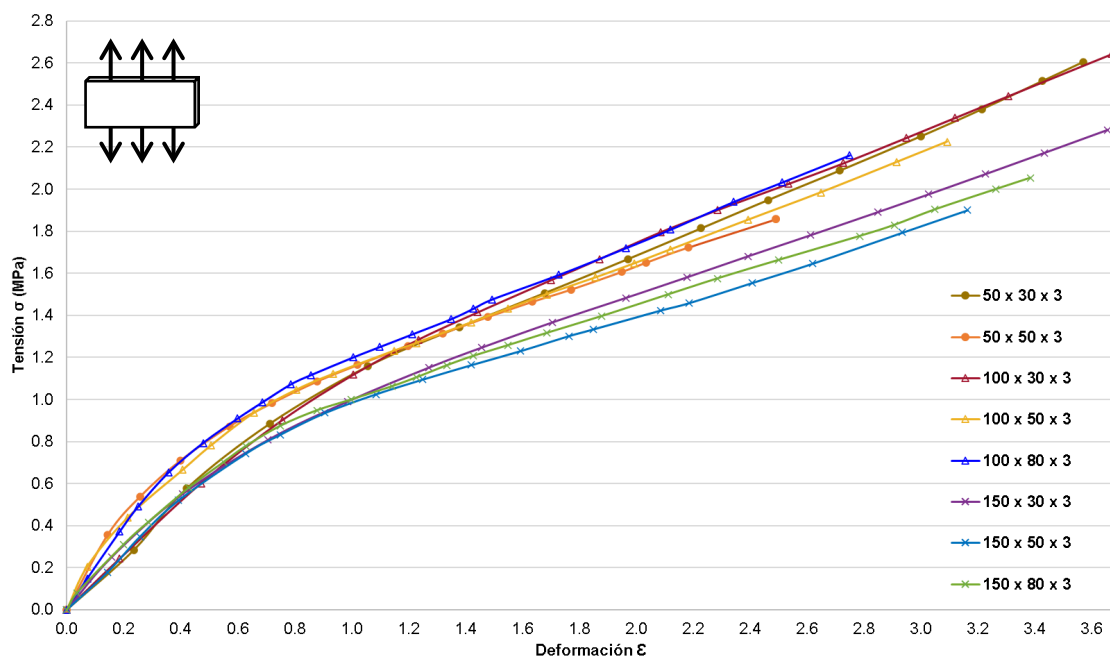


Figura 6.8. Resultados del ensayo planar para las diferentes geometrías.

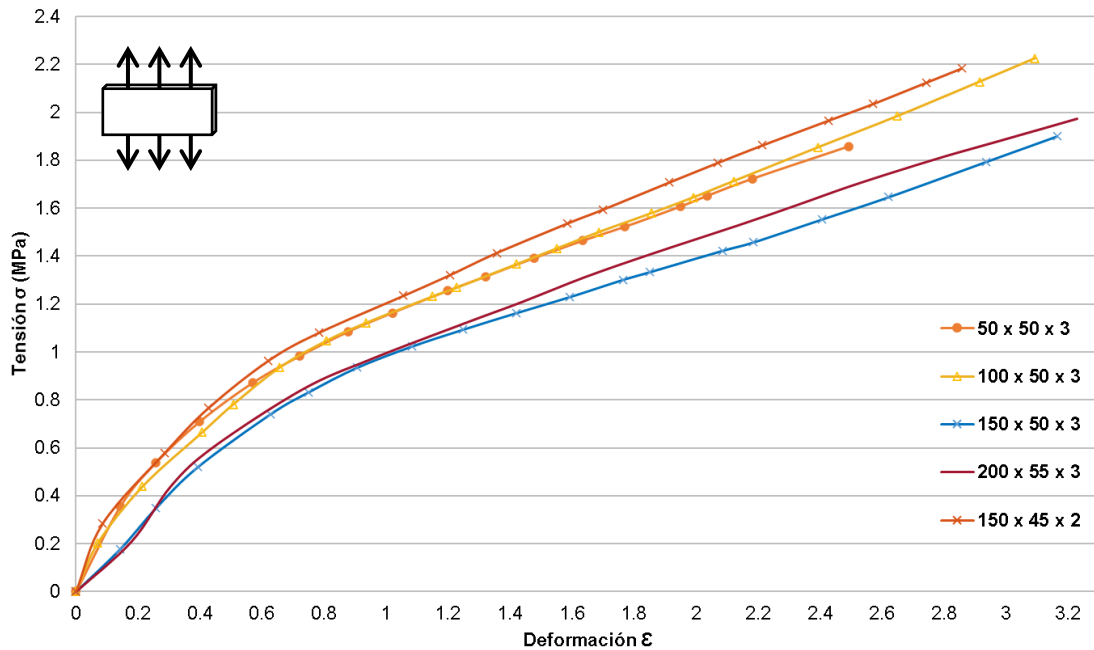


Figura 6.9. Resultados del ensayo planar para una longitud total de 90 mm.

6.3.3. Ajustes y preselección de los modelos hiperelásticos (SikaFlex 252)

Como paso previo al ajuste de los modelos hiperelásticos, se analizaron las curvas tensión-deformación obtenidas en los diferentes ensayos planares con probetas de distintas dimensiones, y se seleccionaron para el estudio las que mostraron la mayor y la menor rigidez.

Se realiza el ajuste de los diferentes modelos de material usando los datos experimentales de la probeta de halterio en combinación con cada una de las dos configuraciones de probeta planar seleccionada (las más y menos rígida).

Analizando las figuras 6.10 y 6.11, se ha determinado que el modelo Ogden con $N=2$ y el modelo Mooney-Rivlin presentan el mejor ajuste a los resultados experimentales, tanto para la probeta de halterio como para la configuración planar de 150 x 50 mm (la de menor rigidez). En ellas se muestra las curvas obtenidas con los modelos Neo-Hookean, Mooney-Rivlin, y Ogden junto con la curva de validación. Como podemos ver en la tabla 6.6, la comparación de las curvas con CORA desvela que el modelo hiperelástico que mejor reproduce el ensayo experimental es Ogden $N=2$ (ratio=0,908 para el test uniaxial, ratio =0.962 para el test planar), seguido de Mooney-Rivlin (ratio=0,844 para el test uniaxial, ratio =0.914 para el test planar). Las constantes estimadas para ambos modelos

se incluyen en la tabla 6.7 y 6.8 a partir de la probeta 150 x 50 x 3 mm. Los modelos de Ogden N=1 y Neo-Hookeano son los que más se alejan de la curva experimental, sobreestimando la rigidez en el test uniaxial y subestimándolo en el test planar.

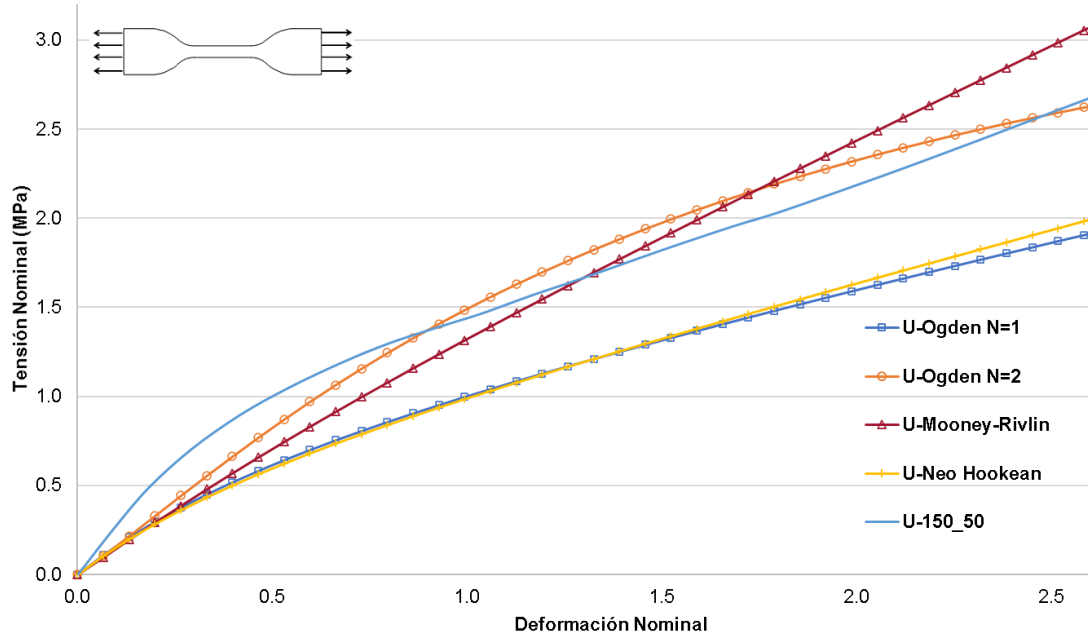


Figura 6.10. Comparación entre experimental-numérico para ensayo uniaxial con diferentes modelos hiperelásticos (150 x 50 x 3 mm) (SikaFlex 252).

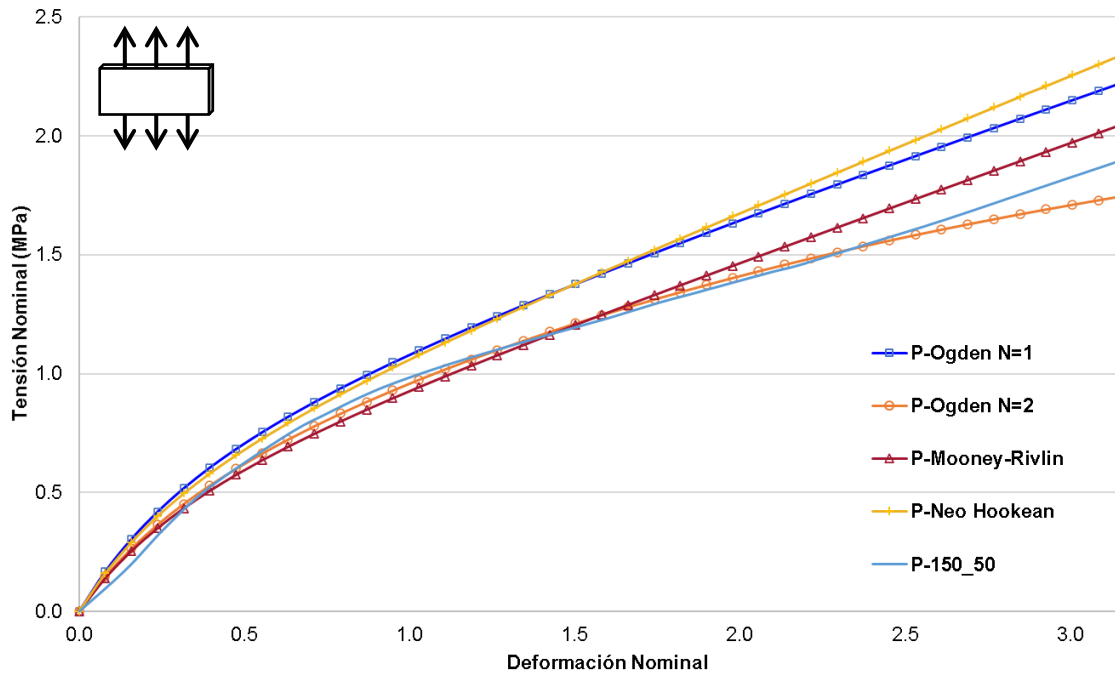


Figura 6.11. Comparación entre experimental-numérico para ensayo planar con diferentes modelos hiperelásticos (150 x 50 x 3 mm) (SikaFlex 252).

Nº	R-Planar	R-Uniaxial
Ogden N=1	0.771	0.637
Ogden N=2	0.962	0.908
Mooney Rivlin	0.914	0.844
Neo Hookean	0.758	0.642

Tabla 6.6. Ratio entre los diferentes modelos con probeta planar 150 x 50 x 3 mm y halterio.

N	μ	α	D_1
1	26.1395538	0.333618395	0
2	-25.6260766	0.16447488	0

Tabla 6.7. Ogden N=2 probeta planar 150 x 50 x 3 mm.

N	C_{10}	C_{01}	D_1
1	0.508815827	-0.261630636	0

Tabla 6.8. Mooney-Rivlin probeta planar 150 x 50 x 3 mm.

Por otro lado, evaluando las curvas obtenidas con la configuración de probeta planar 100 x 80 mm (la de mayor rigidez) se obtienen las curvas de las figuras 6.12 y 6.13. El modelo de material hiperelástico que más se aproxima a las curvas de ensayo es Ogden N=2 (ratio=0,899 para el test uniaxial, ratio =0.933 para el test planar), seguido también del modelo de Mooney-Rivlin (ratio=0,811 para el test uniaxial, ratio =0.836 para el test planar), ver tabla 6.9.

Los constantes estimadas para los modelos a partir de la probeta de test planar de dimensiones 100 x 80 x 3 mm se incluyen en la tabla 6.10 y 6.11.

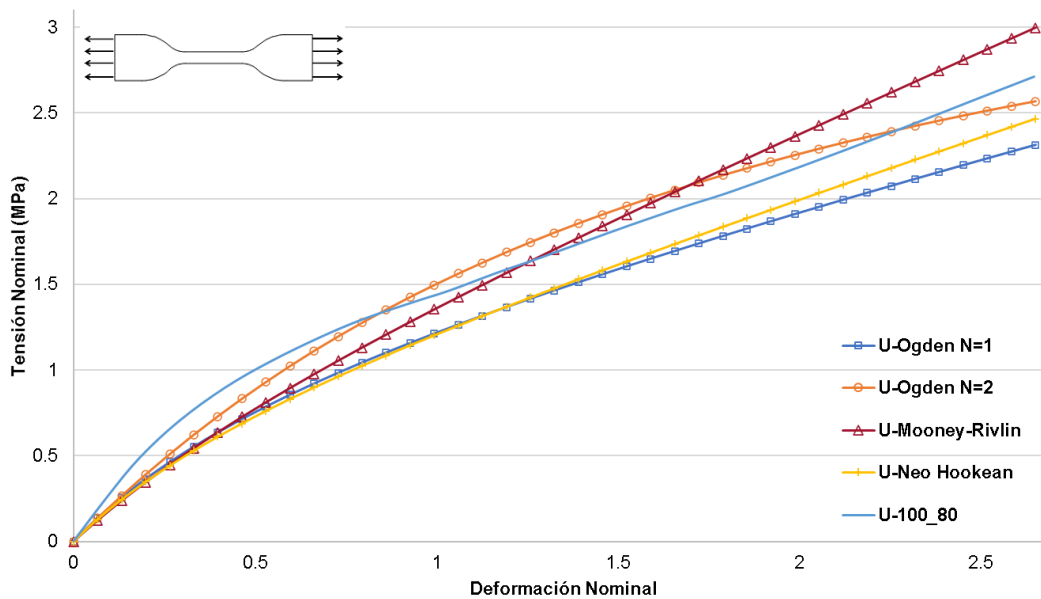


Figura 6.12. Comparación entre experimental-numérico para ensayo uniaxial con diferentes modelos hiperelásticos (100 x 80 x 3 mm) (SikaFlex 252).

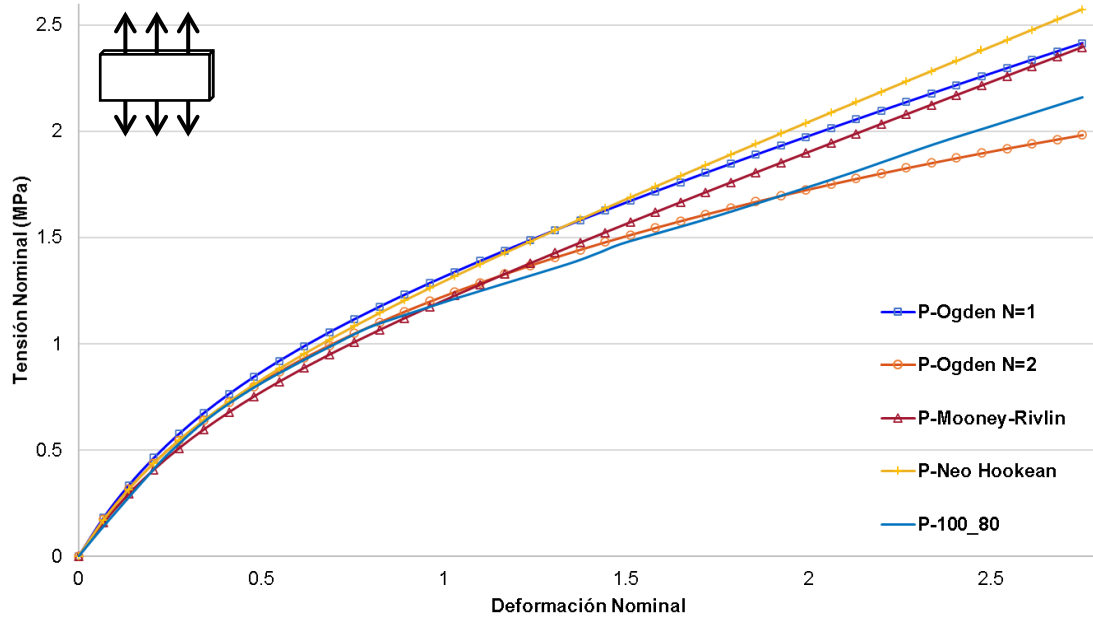


Figura 6.13. Comparación entre experimental-numérico para ensayo planar con diferentes modelos hiperelásticos (100 x 80 x 3 mm) (SikaFlex 252).

N	R-Planar	R-Uniaxial
Ogden N=1	0.747	0.686
Ogden N=2	0.933	0.889
Mooney Rivlin	0.836	0.811
Neo Hookean	0.732	0.721

Tabla 6.9. Ratio entre los diferentes modelos con probeta planar 100x80x3 mm y halterio.

N	μ	α	D_1
1	4.32821536	0.736498262	0
2	-3.63425316	-0.06451675388	0

Tabla 6.10. Ogden N=2 probeta planar 100 x 80 x 3 mm.

N	C_{10}	C_{01}	D_1
1	0.456360914	0.135402423	0

Tabla 6.11. Mooney-Rivlin probeta planar 100 x 80 x 3mm.

6.3.4. Definición final de la geometría de la de probeta planar y selección de modelo de material.

En la figura 6.14 se muestran los resultados de las diferentes simulaciones en comparación con el resultado del ensayo SLJ con espesor de adhesivo de 3mm. Se puede apreciar claramente que la simulación que utilizan las constantes obtenidas para el modelo de Ogden con $N=2$ y Mooney-Rivlin a partir de la probeta planar con un ancho de 100 mm conducen a resultados de mayor rigidez que los experimentales.

Por el contrario, las simulaciones de la probeta SLJ-3 mm con las leyes obtenidas a partir de la probeta planar de 150 mm de ancho, conducen a valores de rigidez mucho más cercanos a los experimentales. Al utilizar el modelo de Ogden $N=2$ como ley del material, se puede observar una correlación aceptable entre la curva numérica y experimental hasta deformaciones inferiores a 10 mm. Sin embargo, a partir de dicha deformación, se observa una disminución en la rigidez en la simulación. La curva obtenida utilizando como ley de material Mooney-Rivlin, mostraron una correlación aceptable en todo el rango de deformación. Además, en la tabla 6.12 se recogen las ratios CORA, confirmando que el modelo que mejor se ajusta a los resultados experimentales es el de Mooney-Rivlin, ajustado con la combinación de la probeta de halterio y planar con dimensiones 150 x 50 x 3, con ratio de 0.891.

No obstante, no podría considerarse la caracterización del material como concluida, debido a que solo se ha validado el modelo con probetas de adhesivo de 3 mm de espesor.

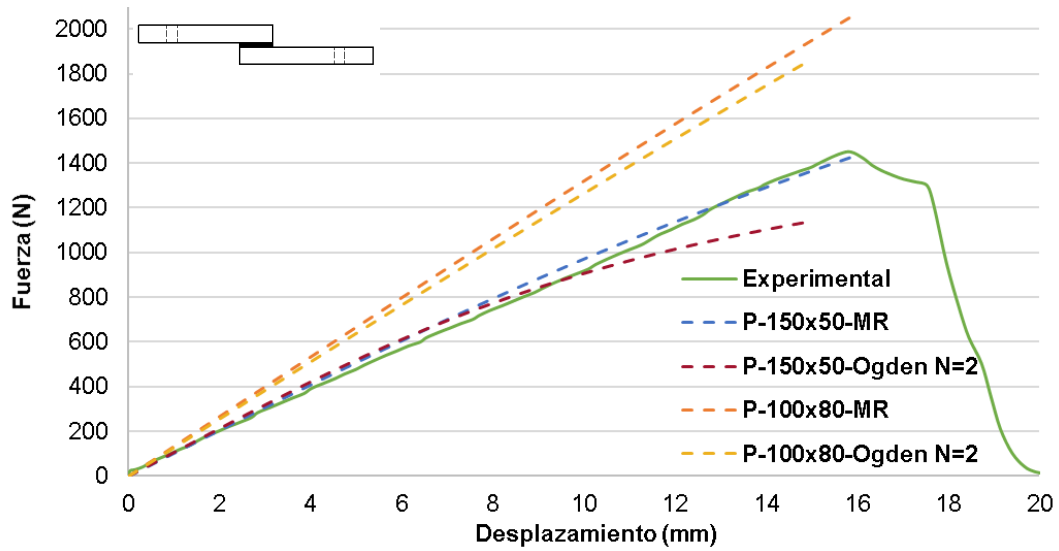


Figura 6.14. Resultados experimentales y computacionales para SLJ-3 mm. Comparación entre los diferentes modelos.

	Ratio
P-150x50-MR	0.891
P-150x50-Ogden N=2	0.880
P-100x80-MR	0.683
P-100x80-Ogden N=2	0.728

Tabla 6.12. Ratio entre resultado experimental y computacionales para SLJ-3 mm.

6.3.5. Validación (SLJ-DCB)

Una vez elegida la dimensión óptima de la probeta planar y el modelo hiperelástico que conduce a un mejor ajuste, se valida el modelo ajustado con probetas de diferentes espesores de adhesivo y esfuerzos. En este punto se lleva a cabo la modelización mediante dos tipos de ensayos: cortadura (SLJ) y pelado (DCB).

a) Validación SLJ

El modelo hiperelástico de Mooney-Rivlin, ajustado a partir de la probeta planar de 150 mm de ancho, fue utilizado después en modelos FEA de probetas SLJ de espesores de adhesivo 2, 4 y 6 mm, con la misma configuración utilizada para la probeta de 3 mm. Los resultados obtenidos de la simulación muestran una correlación aceptable con los resultados experimentales para los tres casos de probetas [71].

Entrando más en detalle en cada una de las configuraciones, como se puede observar en la figura 6.15 la pendiente de las curvas experimentales y numéricas son muy similares en cada una de ellas.

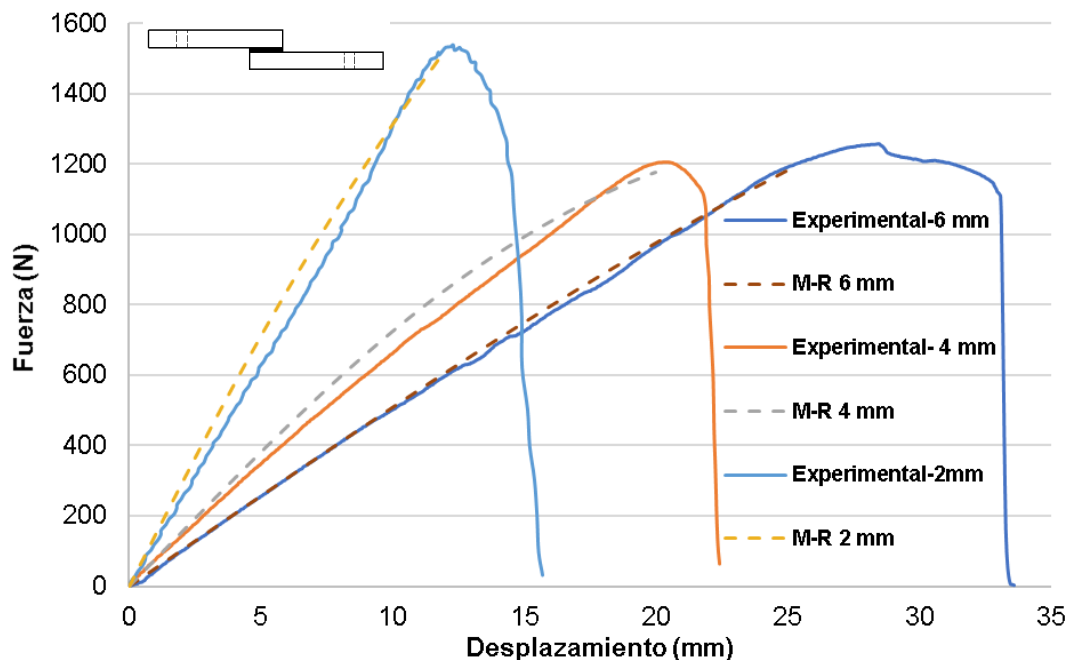


Figura 6.15. Resultados experimentales y computacionales para SLJ-2-4-6 mm.

También se puede apreciar que las mayores diferencias se dan próximas a la mitad de la deformación para las probetas de 2 mm y 4 mm de espesor de adhesivo. Con el fin de cuantificar las diferencias entre las curvas experimentales y numéricas, se ha integrado el error relativo entre las curvas experimentales y las obtenidas en cada modelo, en todo el intervalo de medidas. Los resultados que se muestran en la tabla 6.13 es el error respecto a los de simulación, siendo el mayor de ellos 6% para 2 mm de espesor de adhesivo.

SLJ	Error relativo
2 mm	6 %
3 mm	2.4 %
4 mm	4.8 %
6 mm	1.4 %

Tabla 6.13. Error relativo entre simulación y experimental (SLJ).

b) Validación DCB

Hasta el momento, el modelo ajustado ha sido verificado a través del ensayo de uniones SLJ. En este punto se valida la ley de comportamiento de Mooney-Rivlin previamente ajustada para representar también el comportamiento frente a solicitaciones de pelado [78].

Se comparan resultados experimentales y de simulación de probetas DCB con espesores de adhesivo 4 y 6 mm.

Los resultados obtenidos de la simulación muestran una correlación aceptable con los resultados experimentales para ambos espesores en la fase lineal de deformación, antes del inicio de la rotura del adhesivo. Esto indica que el modelo de Mooney-Rivlin utilizado es adecuado también para definir el comportamiento del adhesivo bajo cargas de desgarro. Entrando más en detalle en cada una de las configuraciones, como se puede observar en la figura 6.16 la pendiente de las curvas experimentales y numéricas son muy similares en cada una de ellas.

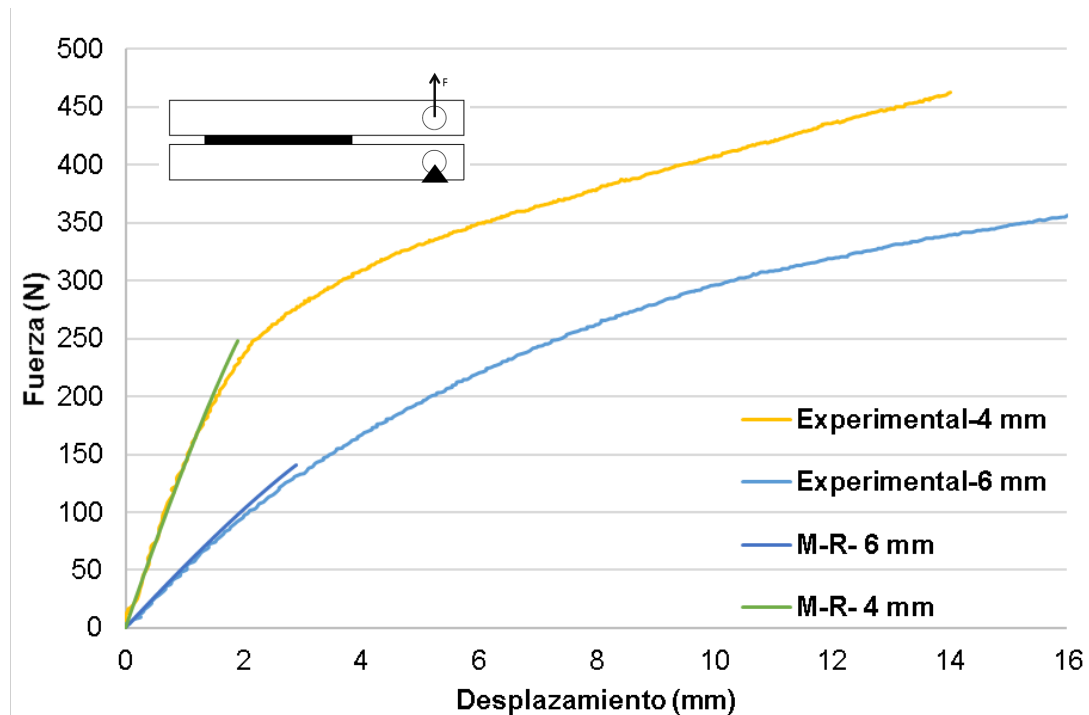


Figura 6.16. Resultados experimentales para unión DCB 4-6 mm de SikaFlex 252.

Estos resultados respaldan la validez del modelo de Mooney-Rivlin, ajustado con el procedimiento propuesto para predecir el comportamiento mecánico del adhesivo hiperelástico ante diferentes configuraciones de unión.

7. APLICACIÓN DE LA METODOLOGÍA DE CARACTERIZACIÓN A DIFERENTES ADHESIVOS Y CONDICIONES

En el capítulo anterior se ha desarrollado y validado un procedimiento aplicando en primera instancia a un tipo de adhesivo concreto, en base poliuretano, bajo condiciones estándar. Para generalizar la aplicabilidad de los resultados y conclusiones vistas en el capítulo anterior, se debe validar la metodología con una gama más amplia de adhesivos flexibles y considerando diferentes condiciones.

7.1. Ajuste de modelos hiperelásticos Teroson MS 939

Se va a llevar a cabo el ajuste de los modelos para el adhesivo Teroson MS 939. Las figuras 7.1 y 7.2 muestran la comparación entre los resultados experimentales para el ensayo uniaxial y planar respectivamente, junto con los diferentes modelos considerados. Tras un análisis visual de los gráficos, se observa que todos los modelos muestran similitud con los ensayos experimentales, lo que dificulta determinar cuál ofrece un mejor ajuste. Por lo tanto, se lleva a cabo una evaluación de las curvas utilizando el índice CORA. La tabla 7.1 proporciona esta evaluación, permitiendo una comparación cuantitativa entre los modelos. En el caso del ensayo de halterio, la evaluación mediante CORA indica que la mejor concordancia con los resultados experimentales se alcanza con el modelo Ogden N=2 (ratio=0.931), seguido por el Ogden N=1 (ratio=0.898), Neo-Hookean (ratio=0.893) y finalmente el modelo de Mooney-Rivlin (ratio=0.851). Se observa que los índices de los diferentes modelos se encuentran cercanos a 0.9. No obstante si se evalúa la concordancia entre las curvas de los diferentes modelos limitando el rango de deformación hasta una deformación de 2.3, los modelos hiperelásticos que mejor reproducen el ensayo son el modelo de Ogden N=2 (ratio=0.961) seguido del modelo de Mooney-Rivlin (ratio=0.956).

Para el ensayo planar, el modelo hiperelástico que mejor reproduce el ensayo es el de Ogden N=2 (ratio=0.959), seguido muy cerca por el modelo de Mooney-Rivlin

(ratio=0.945). Si se limita el rango de deformación a 2.1, llega a igualarse el ratio de deformación para ambos modelos (ratio=0.976).

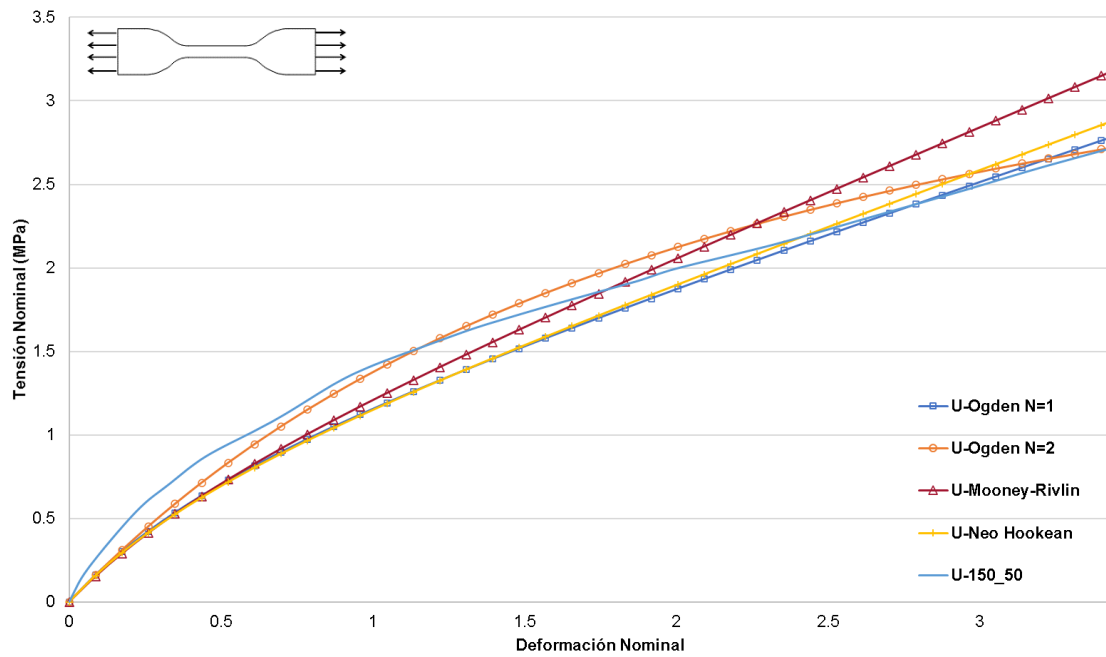


Figura 7.1. Comparación experimental-numérica para ensayo uniaxial con diferentes modelos hiperelásticos (Teroson MS 939).

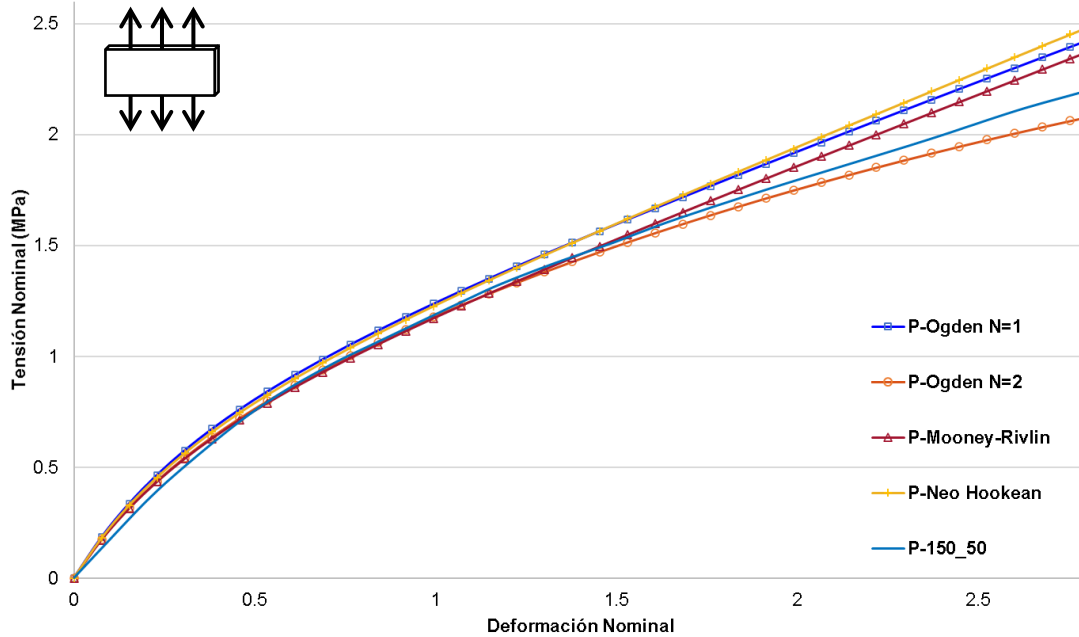


Figura 7.2. Comparación entre experimental-numérica para ensayo planar con diferentes modelos hiperelásticos (Teroson MS 939).

N	R-Planar	R-planar-2.1	R-Uniaxial	R -Uniaxial-2.3
Ogden N=1	0.888		0.898	0.951
Ogden N=2	0.959	0.976	0.931	0.961
Mooney-Rivlin	0.945	0.976	0.851	0.956
Neo Hookean	0.879		0.893	0.951

Tabla 7.1. Ratio entre los diferentes modelos con probeta planar 150x50x3 mm y halterio (Teroson MS 939).

No obstante, con los resultados obtenidos no es posible llegar a una conclusión definitiva sobre cuál de los modelos es el más apropiado. Por lo tanto, con el fin de determinar cuál de los 4 modelos estudiados es el más apropiado, se lleva a cabo una primera simulación de la probeta SLJ con espesor de adhesivo 3 mm. En las tablas 7.2, 7.3, 7.4 y 7.5 se presentan las constantes ajustadas para los modelos de Ogden N=1, Mooney-Rivlin, Ogden N=2 y Neo-Hookean, respectivamente.

N	μ	α	D ₁
1	0.673128153	1.94164846	0

Tabla 7.2. Constantes ajustadas para Ogden N=1.

N	C ₁₀	C ₀₁	D ₁
1	0.376333002	-0.06255592790	0

Tabla 7.3. Constantes ajustadas para Mooney-Rivlin.

N	μ	α	D ₁
1	16.1278246	0.573833109	0
2	-15.4969717	0.407510345	0

Tabla 7.4. Constantes ajustadas para Ogden N=2.

N	C ₁₀	C ₀₁	D ₁
1	0.328140417	0	0

Tabla 7.5. Constantes ajustadas para Neo-Hookean

En la figura 7.3 se muestran los resultados de la comparación entre las simulaciones llevadas a cabo utilizando los 4 modelos y los datos obtenidos del ensayo correspondiente a la unión SLJ, fabricadas con 3 mm de espesor de adhesivo. Se puede apreciar que la simulación con las constantes ajustadas para el modelo de Ogden N=2 presenta una correlación aceptable con los resultados experimentales hasta deformaciones de 5.5 mm. Por otro lado, al comparar la simulación de Mooney-Rivlin, se observa que la curva obtenida presenta una correlación precisa con los datos experimentales hasta alcanzar deformaciones de 7.5 mm, momento en el cual comienza a manifestarse el daño en la unión. A partir de ratios Cora para los distintos modelos mostrados en la tabla 7.6, podemos confirmar que la caracterización más precisa del material se consigue con el modelo de Mooney-Rivlin, aunque Ogden N=2 puede ser válido sobre todo para rangos de bajas deformaciones. Por otro lado, los modelos de Ogden N=1 y Neo-Hookeano son los que presentan una mayor discrepancia respecto a las curvas experimentales, sobreestimando la rigidez.

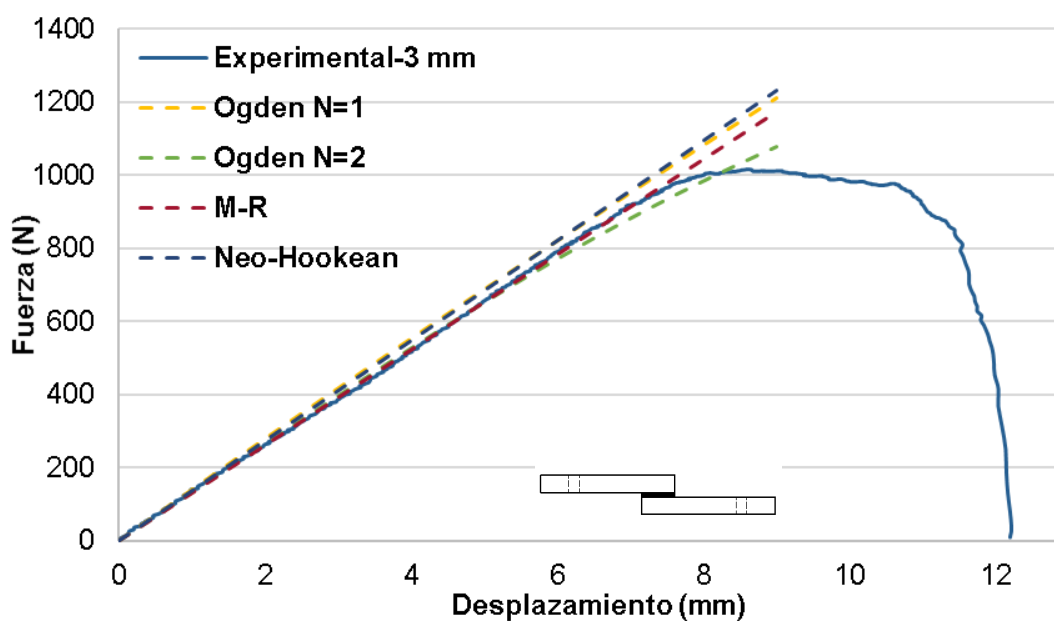


Figura 7.3. Resultado experimental y computacionales para SLJ-3 mm. Comparación entre los diferentes modelos (Teroson MS 939).

Modelo	Ratio
Ogden N=1	0.933
Ogden N=2	0.993
Mooney-Rivlin	0.998
Neo-Hookean	0.966

Tabla 7.6. Ratio entre resultado experimental y computacionales para SLJ-3 mm (Teroson MS 939).

7.1.1. Validación SLJ-DCB

Se valida el modelo de Mooney-Rivlin ajustado mediante la simulación de ensayos de probetas SLJ con diferentes espesores de adhesivo, así como con la probeta DCB descrita en el punto 4.5.

En la figura 7.4 se muestran los resultados de las diferentes simulaciones en comparación con el resultado del ensayo SLJ de espesores de adhesivo 2, 4 y 5 mm. Los resultados obtenidos de la simulación muestran una correlación aceptable con los resultados experimentales para los tres casos de probetas.

Al analizar más en detalle cada configuración, se puede observar que la pendiente de las curvas experimentales y numéricas son muy similares en cada una de ellas.

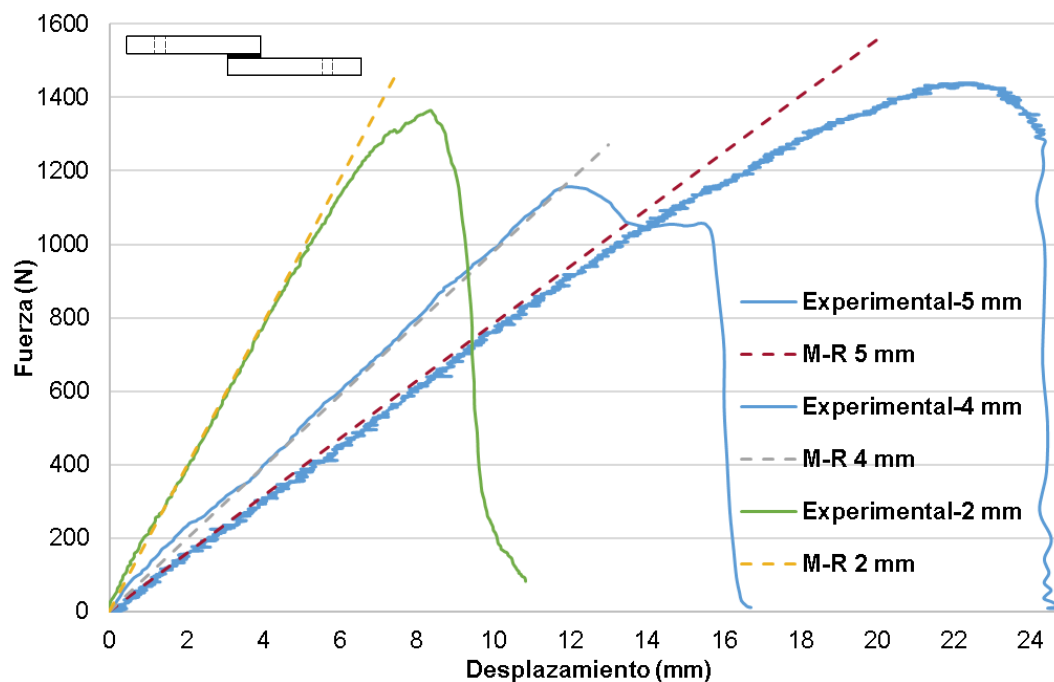


Figura 7.4. Resultados experimentales y computacionales para SLJ-2-4-5 mm (Teroson MS 939).

Con el fin de cuantificar las diferencias entre las curvas experimentales y numéricas, se ha calculado el error relativo para cada espesor de adhesivo. Los resultados que se muestran en la tabla 7.7, siendo el mayor de ellos 2.5% para 5 mm de espesor de adhesivo.

SLJ	Error relativo
2 mm	0.38 %
4 mm	0.31 %
5 mm	2.5 %

Tabla 7.7. Error relativo entre simulación y experimental (SLJ).

En la figura 7.5 se muestran los resultados de la simulación en comparación con el resultado del ensayo DCB, de espesor de adhesivo 4 mm. Los resultados obtenidos de la simulación muestran una correlación aceptable con los resultados experimentales, hasta momentos previos a la rotura del adhesivo.

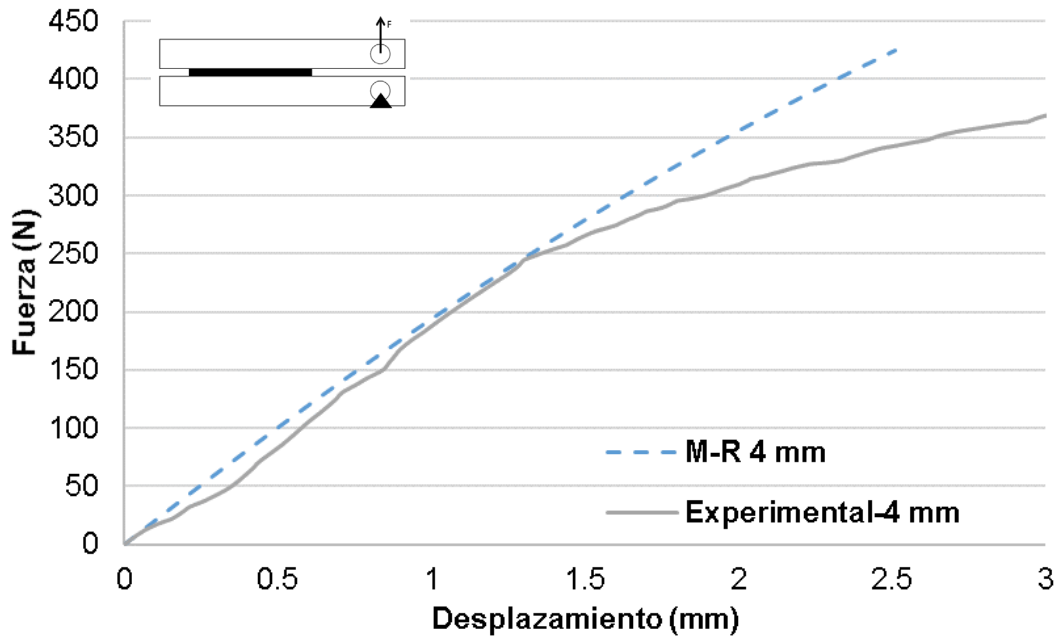


Figura 7.5. Resultado experimental y computacional para DCB-4 mm (Teroson MS 939).

La validación de los modelos mediante ensayos SLJ y DCB ha confirmado la capacidad del modelo antes de alcanzar un punto crítico de rotura. Estos resultados respaldan la elección del modelo de Mooney-Rivlin como el más adecuado para la caracterización del adhesivo Teroson MS 939 ante condiciones estándar.

7.2. Ajuste de modelos para SikaFlex 252 a 50 °C

Con el fin de continuar validando la metodología desarrollada en esta tesis, este punto se centra en la caracterización del adhesivo SikaFlex 252, ahora a una temperatura de 50 °C, superior a la temperatura ambiente normal.

Las figuras 7.6 y 7.7 muestran la comparación entre los resultados experimentales del adhesivo SikaFlex 252 a 50 °C y los diferentes modelos considerados. Al analizar los gráficos, el modelo Ogden $N=2$ y $N=3$ son los que muestran el mejor ajuste a los resultados experimentales, tanto en el ensayo uniaxial como en el planar. No es posible determinar a priori de forma visual cuál de los dos presenta un mejor ajuste, aunque en este caso sí que parece claro que el modelo de Mooney-Rivlin proporciona un peor ajuste.

La tabla 7.8 muestra una evaluación de las curvas con el índice CORA para proporcionar una comparación cuantitativa. Los resultados revelan que el modelo hiperelástico que mejor reproduce el ensayo planar es el de Ogden con $N=2$ (ratio=0.929), seguido por el Ogden con $N=3$ (ratio=0.916). En el caso del ensayo de halterio, la evaluación con CORA

indica que la mejor concordancia con los resultados experimentales se logra con el modelo Ogden N=3 (ratio=0.850), seguido por el Ogden N=2 (ratio=0.846). A pesar de estos resultados, no es posible definir de manera concluyente cuál de los modelos es el más apropiado. Por lo tanto, la validación en el siguiente apartado se ha realizado con las constantes estimadas para cada modelo, tabla 7.9 y 7.10.

Por otro lado, los modelos de Ogden N=1 y Neo-Hookeano son los que presentan una mayor discrepancia respecto a las curvas experimentales, sobreestimando la rigidez en el test uniaxial y subestimándolo en el test planar.

Modelo	R-Planar	R-Uniaxial
Ogden N=1	0.612	0.564
Ogden N=2	0.929	0.846
Ogden N=3	0.916	0.850
Mooney-Rivlin	0.850	0.739
Neo Hookean	0.616	0.567

Tabla 7.8. Ratio entre los diferentes modelos con probeta planar 150 x 50 x 3 mm y halterio.

N	μ	α	D_1
1	24.0656	0.279276	0
2	-23.6559	-0.139683	0

Tabla 7.9. Constantes ajustadas para Ogden N=2.

N	μ	α	D_1
1	183.196736	0.792642393	0
2	-80.6306379	0.931503049	0
3	-102.172637	0.650190003	0

Tabla 7.10. Constantes ajustadas para Ogden N=3.

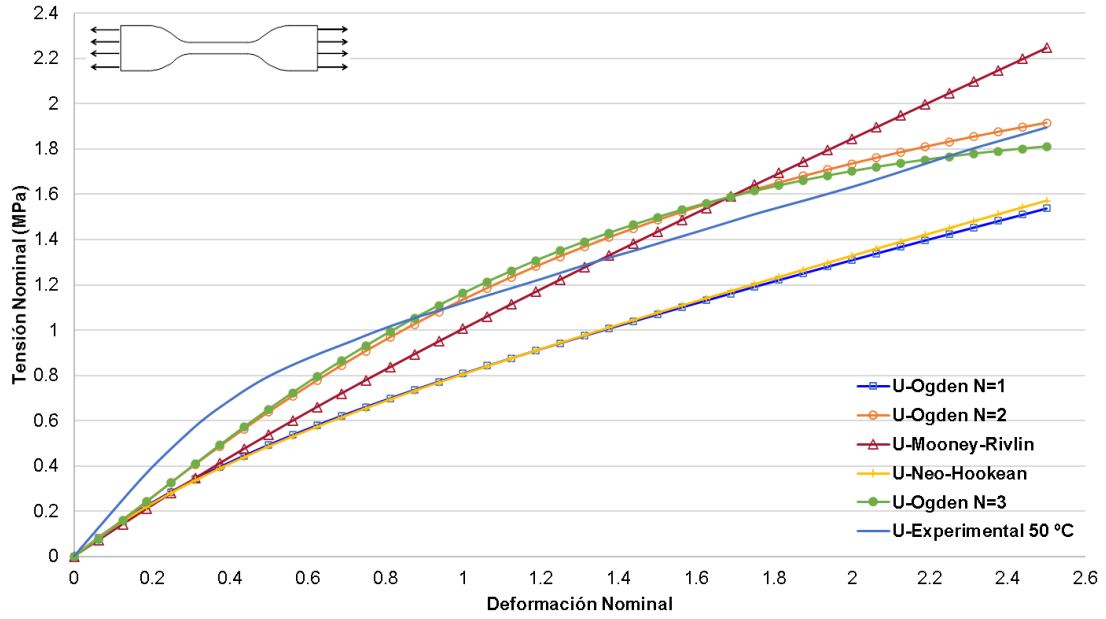


Figura 7.6. Comparación entre experimental-numérico para ensayo uniaxial con diferentes modelos hiperelásticos (SikaFlex 252-50 °C).

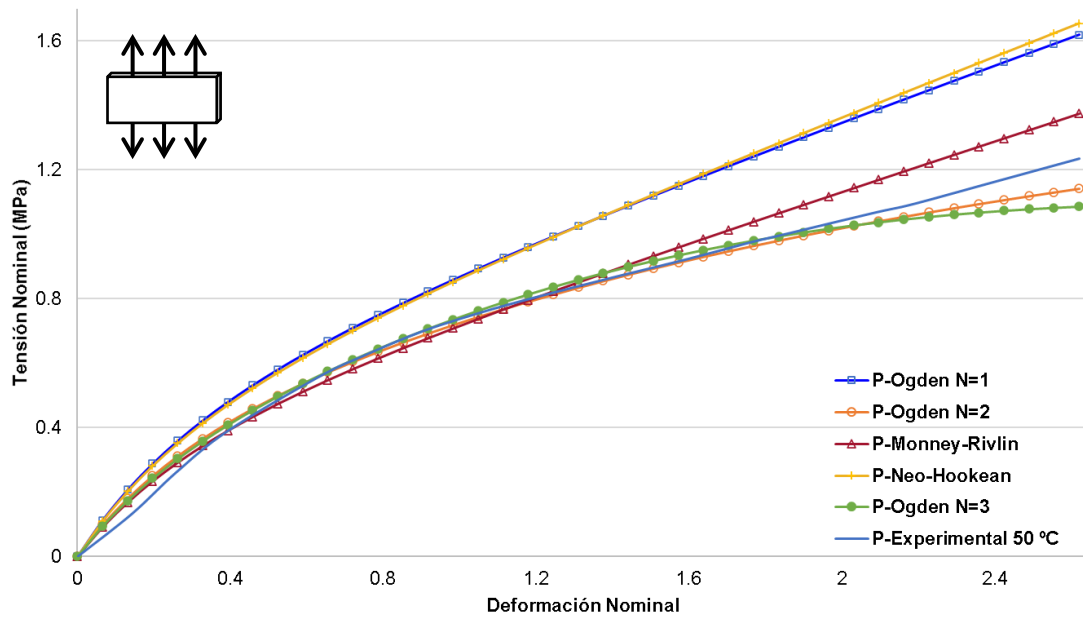


Figura 7.7. Comparación entre experimental-numérico para ensayo planar con diferentes modelos hiperelásticos (SikaFlex 252-50 °C).

7.2.1. Validación SLJ

Con la finalidad de determinar cuál de los modelos ajustado en el punto anterior (Ogden $N=2$ y $N=3$) es más apropiado, se simula la probeta SLJ con espesores de adhesivo de 1-3 mm, fabricadas con adherente PRFV y sometidas a temperatura de 50 °C. La configuración y condiciones de ensayo de la probeta para este estudio se describen en el punto 4.3.1.

En la figura 7.8 se muestran los resultados de la comparación entre las simulaciones realizadas con los modelos de Ogden $N=2$ y $N=3$, y los datos obtenidos del ensayo correspondiente a la unión SLJ fabricada con adherente PRFV-1 mm de espesor de adhesivo (fallo cohesivo). Se puede apreciar que la simulación con las constantes obtenidas para el modelo de Ogden con $N=2$ presenta una correlación más aceptable que la simulación con las constantes ajustadas para el modelo de Ogden $N=3$.

Al analizar más en detalle la simulación de Ogden $N=2$ junto con los resultados experimentales (SLJ-1mm), como se puede observar en la figura 7.8, la pendiente de las curva experimental y numérica es muy similar hasta deformaciones de 3 mm. Sin embargo, a partir de dicha deformación, se observa una disminución en la rigidez en la simulación.

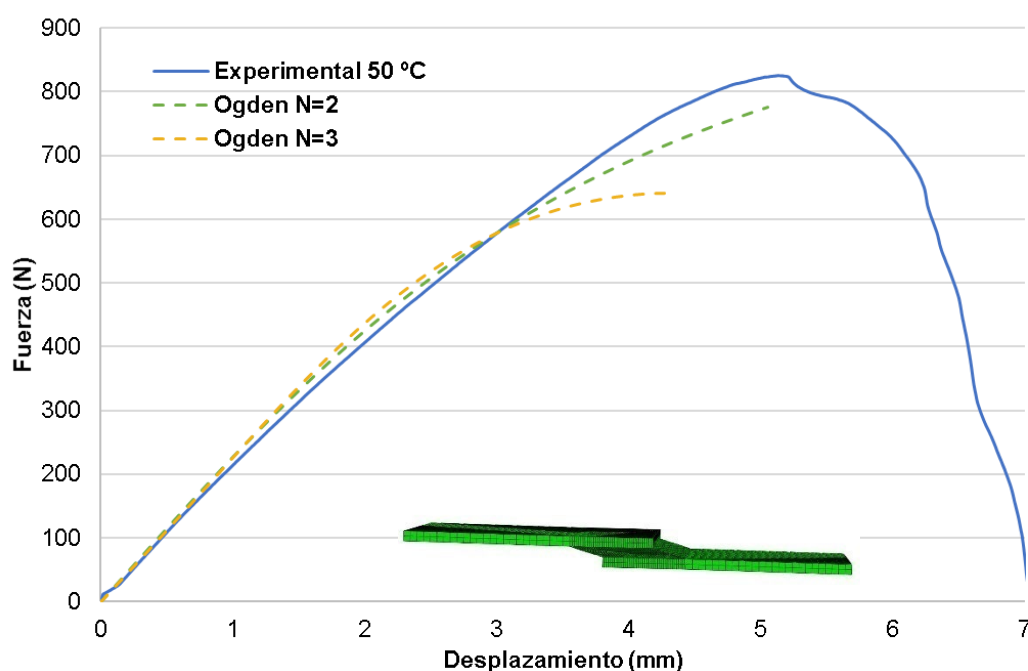


Figura 7.8. Resultado experimental y computacionales para SLJ-1mm. Comparación entre los diferentes modelos (SikaFlex 252-50 °C).

En la figura 7.9 se muestra la comparación entre las simulaciones de Ogden N=2 y N=3 con los datos del ensayo para la unión SLJ fabricada con adherente PRFV-3 mm de espesor de adhesivo. En esta configuración, también es el modelo de Ogden N=2 el que muestra una mayor correlación.

Al comparar la simulación de Ogden N=2 con los resultados experimentales SLJ-3mm, se observa que la curva obtenida con el modelo muestra una precisa correlación con los datos experimentales hasta deformaciones de 7 mm. Asimismo, se aprecia una disminución en la rigidez a partir de dicha deformación.

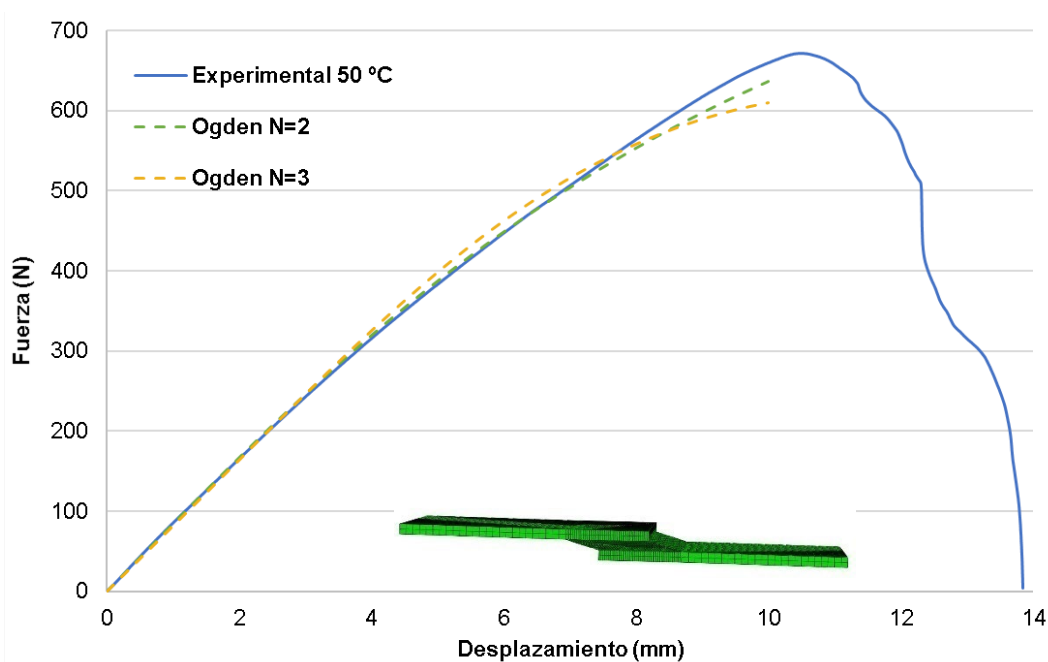


Figura 7.9. Resultado experimental y computacionales para SLJ-3 mm. Comparativa entre los diferentes modelos (SikaFlex 252-50 °C).

Como conclusión, el comportamiento del adhesivo SikaFlex 252 a temperatura ambiente se representa de manera bastante ajustada con el modelo de Mooney-Rivlin. No obstante, debido a la disminución de la linealidad con la temperatura, este estudio ha revelado que el modelo de Ogden N=2 es el más efectivo para replicar el comportamiento del adhesivo a 50 °C.

8. APLICACIÓN DE LOS MODELOS AJUSTADOS AL ANÁLISIS Y OPTIMIZACIÓN DE UNIONES REALES

Este capítulo, se aplican los modelos del material caracterizados utilizando el procedimiento descrito en los capítulos anteriores, al estudio de uniones reales similares a las empleadas en carrocerías de vehículos industriales. Cabe destacar que en la fabricación de carrocerías de vehículos industriales se está observando un creciente uso de materiales compuestos estructurales, como paneles sándwich y perfiles de pared delgada de Al, los cuales se ensamblan con adhesivos de alta flexibilidad, compatibles con las elevadas tolerancias en la fabricación y las grandes deformaciones que permiten durante su uso [99]–[102].

8.1. Aplicación a probetas sometidas a esfuerzos combinados (Al)

Hasta el momento, todos los estudios de esta tesis se han centrado en uniones sometidas a un solo tipo de esfuerzo, ya sea pelado o cortadura. Sin embargo, en la práctica las uniones suelen someterse a una combinación de diferentes esfuerzos, muchas veces debido a la propia deformación del sustrato. Por lo tanto, en este capítulo se va a realizar el estudio del comportamiento de una probeta SLJ fabricada con pletinas de pequeño espesor, cuya deformación dará lugar a la aparición de esfuerzos de pelado combinados con cizalladura. La comparación de los resultados del modelo y los experimentales para este tipo de probetas, permitirá validar el buen comportamiento del modelo de material caracterizado frente la actuación de esfuerzos combinados.

8.1.1. Metodología ensayos/simulación

El adhesivo empleado en este estudio es el Teroson MS 939. Las probetas consisten de dos sustratos de Al de 120 mm de longitud por 25 mm de ancho por 2 mm espesor, con longitud de solape de 25 mm y espesores de adhesivo 2 y 3 mm, tal y como se muestra

en la figura 8.1. Para la fabricación de las probetas y condiciones de ensayo, se ha seguido el procedimiento detallado en el punto 4.3.

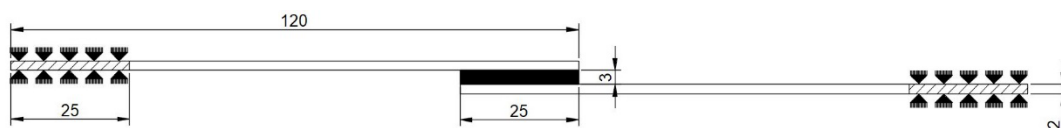


Figura 8.1. Geometría probeta SLJ-AI (dimensiones en mm).

Empleando una metodología similar a la utilizada para modelar las probetas SLJ de esta tesis, se ha desarrollado un modelo 3D de elementos finitos para validar ambas configuraciones de probetas. Utilizando el modelo de Mooney-Rivlin con las leyes de material ajustadas en el capítulo 6 para el adhesivo, se analiza la respuesta fuerza-desplazamiento hasta alcanzar un rango de desplazamiento de 7 mm tanto para la probeta modelada con 2 mm como para la de 3 mm de espesor de adhesivo.

8.1.2. Resultados/validación

En la figura 8.2 se presentan las curvas de fuerza-desplazamiento correspondientes a los ensayos SLJ para espesores de adhesivo 2-3 mm. Se puede apreciar que a medida que se reduce el espesor del adhesivo, la pendiente aumenta, lo que indica que la rigidez de la unión incrementa. Sin embargo, se puede apreciar una carga de rotura similar para ambos casos. En la misma figura se muestran los resultados de las simulaciones en comparación con el resultado del ensayo SLJ de ambos espesores de adhesivo. Los resultados obtenidos de la simulación muestran una correlación aceptable con los resultados experimentales en la zona lineal para ambos casos. Destacar que para la probeta de 2 mm de espesor de adhesivo la correlación es más precisa.

En la figura 8.3 podemos apreciar la desalineación en los adherentes, provocando esfuerzos de pelado en el adhesivo.

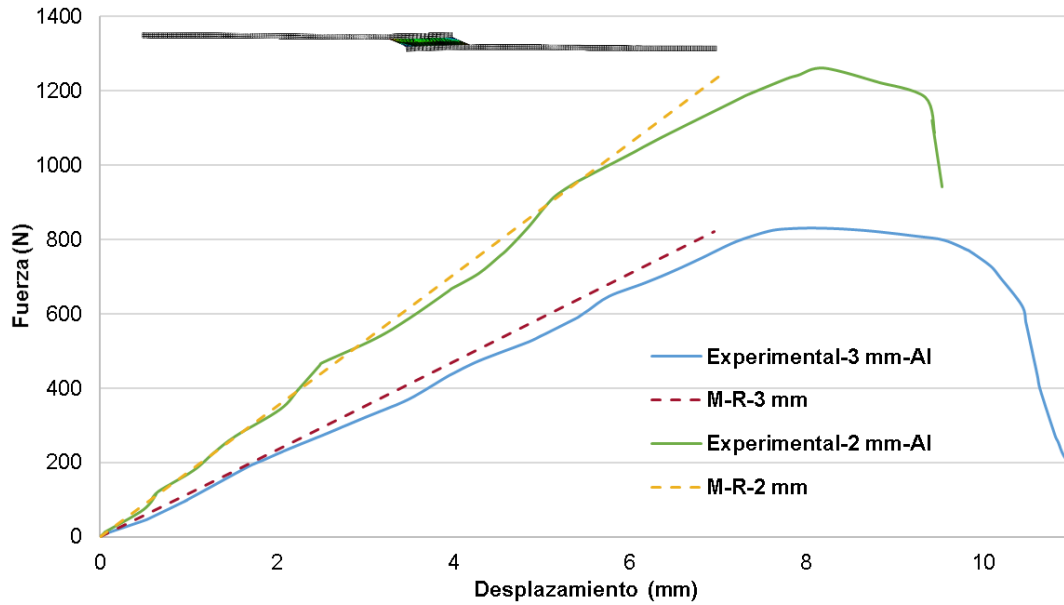


Figura 8.2. Resultados experimentales y computacionales para SLJ-2-3 mm (Al).

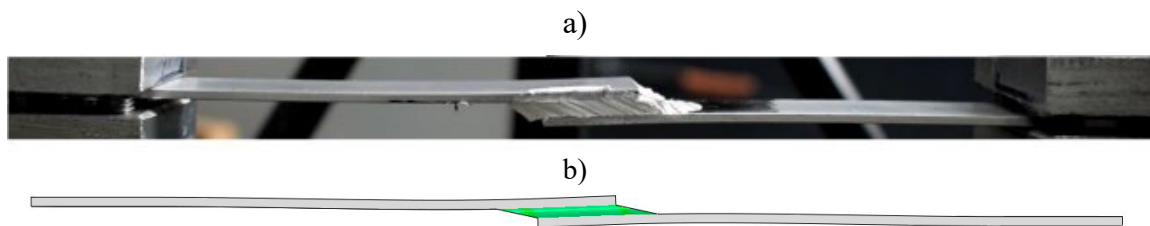


Figura 8.3. a) Ensayos SLJ-Al-2 mm; b) Simulación FEA.

8.2. Estudio de fijación de raíles de estiba a carrocerías de vehículos industriales

En las carrocerías de vehículos industriales, es habitual utilizar raíles metálicos fijados a los laterales interiores para asegurar la carga. Estos raíles, como los mostrados en la figura 8.4, permiten el anclaje de las cinchas y accesorios de estiba en diferentes puntos de anclaje dependiendo de las características de la carga. Tradicionalmente, la unión entre los raíles y los paneles laterales se lleva a cabo mediante remaches o tornillos de rosca chapa, de manera que los esfuerzos se transmiten en zonas puntuales, en las que se producen concentraciones de tensión importantes. Esto puede representar un problema mayor cuando los raíles se fijan sobre paneles sándwich.

A nivel europeo, se debe cumplir una serie de normativas que regulan el transporte de mercancías por carretera. La estructura del vehículo debe cumplir unos criterios de

resistencia según la norma EN 12640[103]. Los elementos de sujeción como correas, cables o cadenas deben satisfacer los requisitos de la familia de normas EN 12195 [104]. Además, la resistencia de los puntos de anclaje de los elementos de amarre debe cumplir los requisitos establecidos por la norma EN 12640, la cual especifica que tienes que soportar una fuerza cada anclaje de 6000 N.

En este trabajo se propone la unión de los raíles de sujeción de carga a los paneles sándwich mediante adhesivo. Esta técnica presenta dos ventajas principales: En primer lugar, al integrar los raíles en la carrocería mejora la rigidez de todo el conjunto. En segundo lugar, facilita una distribución más equitativa de los esfuerzos sobre el panel.

Para la fijación de los raíles sobre el panel, se propone analizar distintos métodos de unión haciendo uso de adhesivos flexibles, con el fin de evitar daños en la superficie del panel debido a los esfuerzos de tracción a los que están sometidos los raíles de carga. El objetivo es optimizar el método de unión adhesiva rail-panel empleando modelos de elementos finitos, con el modelo material caracterizado en los capítulos anteriores.

El desarrollo de este estudio se divide en tres etapas: En primer lugar, se realiza un estudio experimental del comportamiento de las distintas configuraciones de unión, utilizando los resultados de algunas configuraciones como validación del modelo numérico. Finalmente, validado el modelo, se optimiza la unión dando cumplimiento con la norma UNE-EN 12640.

8.2.1. Metodología de ensayo

Se realizaron ensayos de tres probetas de cada configuración:

- Tornillos rail-panel atornillados, tornillos rail-panel atornillado con placa de Al de 2 mm de espesor, remache rail-panel con placa de Al de 2 mm de espesor ver figura 8.4 c).
- Adhesivo en toda la longitud de la probeta, ver figura 8.4 b), y adhesivo con una longitud de 50 mm y 12 mm de ancho en la misma posición que los tornillo, ver figura 8.4 a). El espesor de la capa adhesiva es de 1 mm para ambas configuraciones. Los resultados de estas dos últimas configuraciones se utilizaron como validación del modelo numérico.

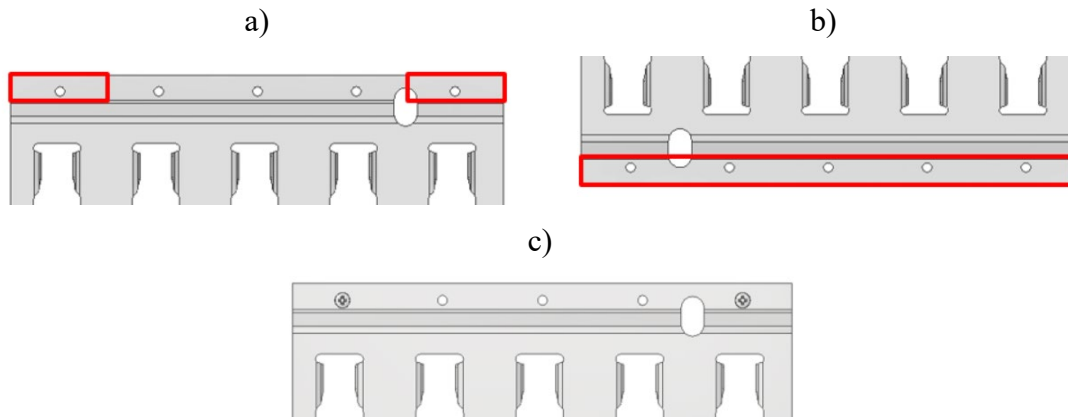


Figura 8.4. a) Probeta adhesivo discontinuo, b) Probeta adhesivo continuo, c) Probeta tornillos.

La longitud de muestra de rail es de 360 mm, el cual es unido al panel sandwich de dimensiones 400 x 200 mm. El panel sándwich seleccionado para realizar el presente estudio es del tipo habitual empleado en la fabricación de carrocerías. Ambas caras están formadas por láminas de PRFV, con un recubrimiento de gelcoat. El núcleo del panel, está formado por espuma de poliuretano de alta densidad, cuya principal función es aumentar el módulo de inercia del panel con un incremento muy bajo de su peso. El espesor del panel utilizado es de 17 mm. Por otro lado, el raíl de sujeción de carga es un elemento estándar, perfil de acero galvanizado formado a partir de chapa doblada de 3 mm de espesor, ver tabla 8.1. El adhesivo empleado es el SikaFlex 252 [105].

Materiales	Módulo Young	Coef.
	E(MPa)	Poisson (ν)
PRFV	4.927	0.28
Espuma Poliuretano	55	0.28
Raíl	210.000	0.33

Tabla 8.1. Propiedades adherentes.

Las probetas se prepararon en un ambiente limpio y estable (temperatura 23 ± 3 °C; humedad $50 \pm 5\%$). Para la fabricación se siguió el proceso de adhesión similar al descrito en los capítulos anteriores.

Las probetas fueron sometidas a un ensayo de desplazamiento controlado, donde el panel fue fijado a la máquina de ensayos y se aplicó la carga sobre el raíl en dirección perpendicular al panel, mediante una anilla, ver figura 8.5. Al tratarse de un raíl de

sujeción de carga, se podría considerar como un punto de amarre de carga cada alojamiento. Los ensayos fueron realizados a una velocidad constante de 10 mm/min.



Figura 8.5. Ensayo tracción con anilla de amarre.

8.2.2. Metodología de simulación

Se llevan a cabo simulaciones de las dos uniones adhesivas ensayadas antes con la configuración descrita en el anterior capítulo. Se creó un modelo 3D, utilizando elementos de tamaño 2 mm en la mayor parte de la probeta y una malla más fina de 1 mm cerca de la zona de unión. La zona del adhesivo se definió como un elemento cohesivo de 8 nodos y dos dimensiones (C3D8RH). Las condiciones de contorno se establecieron como se muestra en la figura 8.6, con un desplazamiento unidireccional sobre el rail y la capa de poliéster opuesta fija en todas las direcciones.

Para la validación del modelo se simuló el ensayo de tracción en dirección perpendicular al panel aumentando la fuerza aplicada sobre el rail progresivamente hasta que se alcanzan valores de tensión máxima en el adhesivo superiores a 3 MPa (tensión de rotura para el adhesivo SikaFlex 252 obtenidos en el ensayo con probetas de halterio). En valor de esfuerzo aplicado en el modelo en ese instante se compara con el valor de esfuerzo aplicado en el ensayo en el momento del fallo.

En relación con el criterio de rotura aplicado, cabe señalar que con esta configuración el adhesivo se ve sometido fundamentalmente a esfuerzos de tracción pura, por lo que se considera válido utilizar la máxima tensión de tracción como criterio de rotura. En estados de tensiones más complejos o con esfuerzos combinados será necesario recurrir a criterios

de fractura más complejos, posiblemente basados en la energía de deformación, cuyo estudio excede los objetivos de esta tesis, y podrán ser objeto de una futura línea de investigación.

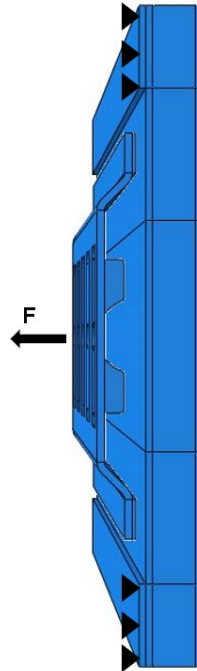


Figura 8.6. Condiciones de contorno FEA.

8.2.3. Resultados de los ensayos

En la tabla 8.2 se pueden observar las fuerzas máximas alcanzadas durante los ensayos con las 5 configuraciones de probetas diseñadas para este trabajo. En primer lugar, con la configuración tornillos sobre panel únicamente se obtuvo un esfuerzo de fallo de la unión de 900 N, a partir del cual se desgarraron los tornillos dañando la capa de poliéster, quedando el resto de componentes que forman la unión intactos. Las uniones ensayadas con remaches y tornillos con la placa de Al soportaron unos esfuerzos máximos de 5150 N y 4500 N respectivamente, produciéndose deformaciones permanentes en el raíl. Por otro lado, en la configuración con adhesivo en la longitud total de la probeta se alcanzó un esfuerzo de 8950 N [105]. En este caso el fallo se produjo en la unión entre panel y raíl, dando lugar a un fallo totalmente adhesivo (fallo deseado). En este ensayo aparecieron deformaciones permanentes en el raíl de estiba. Por último, la probeta con longitud de adhesivo discontinuo ha soportado un esfuerzo de 3541 N, apareciendo también deformaciones permanentes de menor grado en el raíl, y dándose también un fallo de tipo adhesivo.

Configuración	Fuerza Máxima (N)
Tornillos	900
Tornillo con Al	4500
Remache con Al	5150
Adhesivo continuo	8950
Adhesivo discontinuo	3541

Tabla 8.2. Carga máxima ensayos.

Con las distintas configuraciones estudiadas hasta el momento, el objetivo de conseguir niveles de esfuerzo superiores a 6000 N, el mínimo establecido por la norma UNE-EN 12640, solo se logra en la configuración de adhesivo continuo. En el siguiente punto, se profundizará en el análisis de varias uniones a través de adhesivo mediante simulación, con el propósito de optimizar la unión entre panel-raíl.

8.2.4. Validación de modelo y optimización de la unión

Según podemos ver los esfuerzos en la tabla 8.3, el modelo presenta resultados razonablemente cercanos a los experimentales, tanto en el modelo con el cordón continuo como en el modelo con cordón discontinuo de 50 mm de longitud y 12 mm de ancho en ambos casos. Cabe mencionar que el modelo numérico predice un menor desplazamiento que el registrado por el cilindro hidráulico en los resultados experimentales. Esto puede atribuirse a la incertidumbre en las propiedades mecánicas del raíl de amarre.

Configuración	Fuerza Max Ensayo (N)	Fuerza Max Modelo (N)	Error %
Adhesivo continuo	8950	8990	0.4
Adhesivo discontinuo	3541	3550	0.2

Tabla 8.3. Carga máxima ensayo y simulación

Validado el modelo numérico, se procede a optimizar la unión, variando la longitud del cordón de adhesivo con el objetivo de conseguir niveles de esfuerzo superiores a 6000 N, el mínimo establecido por la norma UNE-EN 12640, con el mínimo uso de adhesivo.

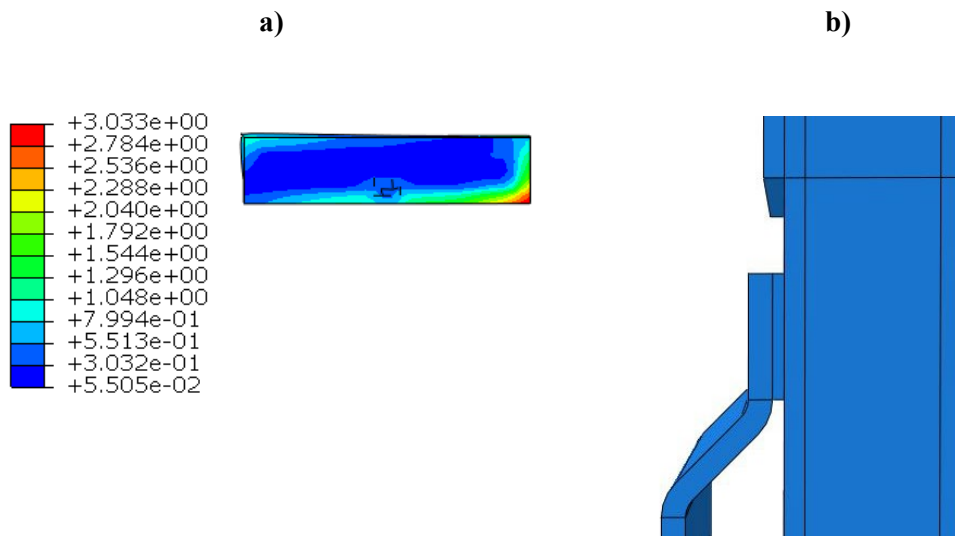


Figura 8.7. a) Tensiones máxima tracción configuración adhesivo discontinuo 12 mm; b) Unión 12 mm optimizada.

Como se muestra en la figura 8.7 a), las tensiones críticas se localizan en los extremos internos de los 4 cordones del adhesivo, esto se debe a la discontinuidad del cordón y a la deformación del rail al aplicar el esfuerzo en el punto de amarre. Se debe aumentar la longitud del cordón de adhesivo hasta los 100 mm para superar el esfuerzo de 6000 N, ver figura 8.8. Comparando esta longitud con la longitud del cordón continuo, el cual soporta más de 8950 N, parece que la discontinuidad del cordón y la concentración de tensiones en el borde afecta considerablemente a la resistencia de la unión, resultando una unión no optimizada [105].

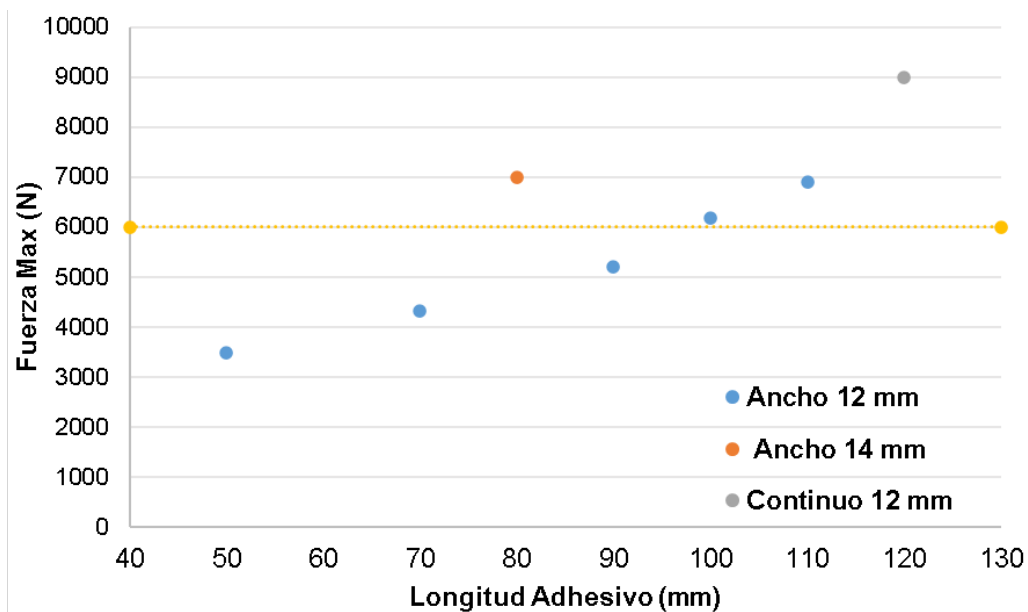


Figura 8.8. Resultados computacionales.

Se propone rediseñar el cordón de adhesivo aumentando el ancho hasta 14 mm y el espesor en las zonas críticas, ver figura 8.9. b). Con estas modificaciones se ha apreciado un alivio de tensiones en las zonas críticas comentadas, teniendo ahora que aumentar los cordones de adhesivo hasta 80 mm para cumplir con la normativa, ver figura 8.8.

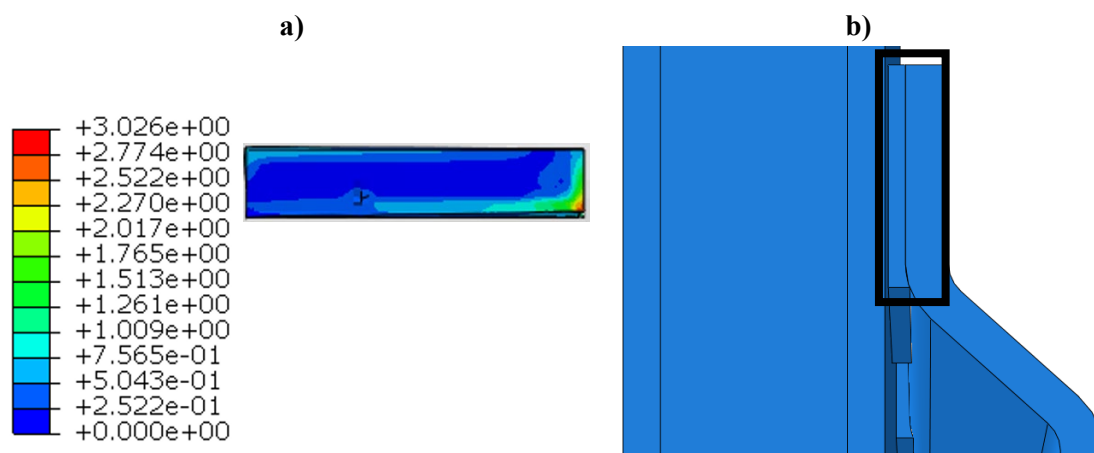


Figura 8.9. a) Tensiones máxima tracción configuración adhesivo discontinuo; b) Unión optimizada 14 mm.

9. CONCLUSIONES Y LÍNEAS FUTURAS

9.1. Conclusiones

El propósito inicial de esta tesis doctoral fue proponer métodos y herramientas para el estudio y la optimización de uniones adhesivas altamente flexibles. A la vista de las conclusiones extraídas de esta investigación que se detallan en los siguientes párrafos, se considera cumplido el objetivo marcado.

Las principales conclusiones son las siguientes:

Respecto al procedimiento para la caracterización del material.

- Se ha desarrollado un procedimiento para la caracterización mecánica de los adhesivos hiperelásticos, que permite el ajuste de modelos hiperelásticos a partir de dos ensayos simples de material (uniaxial-planar), más un ensayo de probeta SLJ para confirmar la selección final del modelo.
- Los modelos hiperelásticos ajustado siguiendo este procedimiento son válidos para representar el comportamiento ante la cizalladura de cordones de adhesivos de diferentes espesores. Esto se validó mediante ensayos con probetas SLJ, mostrando una correlación aceptable entre los resultados experimentales y los modelos.
- Los modelos hiperelásticos ajustado también son válidos para representar el comportamiento del adhesivo ante sollicitaciones multiaxiales, como es el pelado. Esto se validó mediante la realización de ensayos y simulaciones de probetas DCB de diferentes espesores.
- La validez del procedimiento de caracterización se ha demostrado con diferentes tipos de adhesivos, como el Teroson MS 939 y SikaFlex 252, y bajo diversas condiciones, caracterizando el adhesivo SikaFlex 252 a una temperatura de 50 °C.

Respecto a los modelos de material más apropiados para representar el comportamiento de los adhesivos hiperelásticos.

- El comportamiento de los adhesivos altamente flexibles a temperatura ambiente se representa de manera bastante ajustada con el modelo de Mooney-Rivlin.
- No obstante, en los casos en que el adhesivo presenta un comportamiento menos lineal (por las propias características del adhesivo o, por ejemplo, por el aumento de la temperatura de trabajo), el modelo de Ogden con $N=2$ puede ser más adecuado para representar el comportamiento del adhesivo.

Aplicabilidad al estudio de los adhesivos de alta flexibilidad de los métodos de ensayos habituales en adhesivos rígidos y materiales hiperelásticos.

- Los ensayos SLJ-DCB definidos inicialmente para estudiar adhesivos rígidos, se han mostrado de utilidad para estudiar el comportamiento de los adhesivos flexibles en cizalladura y en pelado. No obstante, debido a las grandes deformaciones del adhesivo, ha sido necesario adaptar las dimensiones de las probetas utilizadas.
- La probeta de halterio definida para la caracterización de elastómeros por la norma ISO-37, se ha podido utilizar directamente para la caracterización de los adhesivos hiperelásticos, como ya había sido sugerido por otros autores.
- La probeta planar que se utiliza en ensayos de cortadura pura no se encuentra normalizada, aunque es utilizada por diferentes autores para el estudio de elastómeros. Se ha adaptado el tipo de probeta en bibliografía para el estudio de los adhesivos hiperelásticos, definiendo las proporciones que debe tener para ser usada en el proceso de caracterización de estos materiales.

Respecto a la utilidad práctica del procedimiento desarrollado.

- Los modelos de materiales ajustados siguiendo el procedimiento anterior pueden utilizarse directamente en la modelización por elementos de uniones adhesivas flexibles reales, que serán de gran utilidad para el diseño y optimización de uniones.

- Esto se ha demostrado mediante ejemplos de aplicación a uniones adhesivas con configuraciones y modos de trabajo habituales en vehículos industriales.

9.2. Principales aportaciones

Las novedades introducidas por esta tesis se resumen en las aportaciones principales que se describen a continuación:

- El desarrollo de un método de caracterización a partir de solo dos ensayos simples, cuyos resultados son válidos para representar diferentes modos de trabajo y espesores de adhesivo, supone un importante avance respecto al estado del arte actual. En los trabajos publicados hasta ahora se llega a caracterizar modelos de comportamiento válidos únicamente para unas condiciones de trabajo y espesor de adhesivo determinadas.
- Se ha definido las dimensiones de la probeta planar, que no se encuentra normalizada, para obtener resultados válidos en un ensayo de cortadura pura.
- Se han conseguido buenos resultados usando modelos hiperelásticos de material con orden inferior a $N=2$, lo que implica que los requerimientos computacionales son reducidos, y aumenta sus posibilidades de utilización práctica.

9.3. Líneas futuras

Tras los logros alcanzados en esta tesis doctoral, se abren nuevas líneas de investigación que pueden ser desarrolladas por nuestro grupo de investigación.

- **Caracterización del adhesivo a fractura.**

Para asegurar la resistencia de las uniones adhesivas y permitir la aplicación de los coeficientes de seguridad apropiados durante su diseño, es necesario en primer lugar caracterizar el adhesivo a fractura en condiciones cuasiestáticas. Aunque en este estudio se han realizado ensayos de diferentes tipos de probetas llevándolos hasta la rotura, no se ha profundizado en el estudio de los criterios de fractura aplicables ni en su validación.

- **Análisis del comportamiento a fatiga.**

El siguiente paso para asegurar la resistencia de las uniones adhesivas debe ser la investigación de la durabilidad del adhesivo sometido a cargas cíclicas. En este caso, también será necesario en primer lugar estudiar experimentalmente el comportamiento de los adhesivos hiperelásticos en fatiga, las pérdidas de prestaciones asociadas a las cargas repetidas (como el efecto Mullins) y sus modos de fallo. Posteriormente, se deberán definir y validar los criterios de fallo aplicables.

- **Estudio del comportamiento de uniones sometidas a envejecimientos.**

Analizar cómo el envejecimiento afecta las propiedades de las uniones adhesivas, considerando factores como la temperatura, la humedad y la radiación ultravioleta (UV).

- **Mejora de la adherencia sobre diferentes superficies.**

Estudiar la adherencia del adhesivo sobre diferentes materiales, evaluando el efecto de diferentes tratamientos superficiales. El objetivo final será optimizar las técnicas de unión y mejorar la fiabilidad de las aplicaciones adhesivas sometidas a diferentes condiciones ambientales y trabajos. Teniendo en cuenta que los tratamientos deben ser compatibles con los procesos de fabricación industriales.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] P. et al. Borges, C.S.P., Akhavan-Safar, A., Tsokanas, “From fundamental concepts to recent developments in the adhesive bonding technology: a general view,” *Mech. Eng.*, vol. 2, no. 8, 2023, doi: <https://doi.org/10.1007/s44245-023-00014-7>.
- [2] J. Liu, T. Kan, J. Lou, L. Xiang, X. Zhu, and Y. Tang, “Localized damage response of carbon fiber reinforced polymer composite sandwich panel after thermal exposure,” *Polym. Test.*, vol. 50, 2015, doi: [10.1016/j.polymertesting.2015.12.006](https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2015.12.006).
- [3] S. Khalili, S. M. R. Khalili, R. E. Farsani, and P. Mahajan, “Flexural properties of sandwich composite panels with glass laminate aluminum reinforced epoxy facesheets strengthened by SMA wires,” *Polym. Test.*, vol. 89, 2020, doi: [10.1016/j.polymertesting.2020.106641](https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2020.106641).
- [4] T. T. T. Nguyen, T. A. Le, and Q. H. Tran, “Composite sandwich structures in the marine applications,” *Sandw. Compos. Fabr. Charact.*, pp. 277–291, Jan. 2022, doi: [10.1201/9781003143031-14](https://doi.org/10.1201/9781003143031-14).
- [5] R. A. Dickie and S. M. Ward, “Durability of automotive adhesive bonds: Test methods and failure mechanisms,” in *First International Congress on Adhesion Science and Technology Invited Papers: Festschrift in Honor of Dr. K.L. Mittal on the Occasion of his 50th Birthday*, CRC Press, 2023, pp. 641–653. doi: [10.1201/9780429087486-39](https://doi.org/10.1201/9780429087486-39).
- [6] A. Tiwary, R. Kumar, and J. S. Chohan, “A review on characteristics of composite and advanced materials used for aerospace applications,” *Mater. Today Proc.*, vol. 51, pp. 865–870, Jan. 2022, doi: [10.1016/J.MATPR.2021.06.276](https://doi.org/10.1016/J.MATPR.2021.06.276).
- [7] D. J. Hu, D. Bin Luo, D. H. Xia, and D. P. Zou, “Advances in Adhesively Bonded Joints: Testing, Analysis, Design and Application,” *Materials (Basel)*, 2024, Accessed: Jun. 08, 2024. [Online]. Available: https://www.mdpi.com/journal/materials/special_issues/6602RYSY98
- [8] D. A. Dillard, “Advances in structural adhesive bonding,” p. 638, 2010.

- [9] H. Chen, D. Wang, J. Na, and X. Chen, “Effect of sealing treatment on mechanical properties of CFRP-Aluminum alloy single lap joints,” *Int. J. Adhes. Adhes.*, vol. 119, p. 103236, Dec. 2022, doi: 10.1016/J.IJADHADH.2022.103236.
- [10] D. C. Moreira and L. C. Nunes, “Experimental analysis of bonded single lap joint with flexible adhesive,” *Appl. Adhes. Sci.*, 2014, doi: 10.1186/2196-4351-2-1.
- [11] S. Ebnesajjad and A. H. Landrock, *Adhesives Technology Handbook*. Elsevier, 2014. doi: 10.1016/B978-0-323-35595-7.00023-1.
- [12] A. Rudawska, “The influence of curing conditions on the strength of adhesive joints,” *J. Adhes.*, vol. 96, no. 1–4, pp. 402–422, Mar. 2020, doi: 10.1080/00218464.2019.1656615.
- [13] M. J. Davis, M. Eng, A. McGregor, and B. Eng, “Assessing Adhesive Bond Failures: Mixed-Mode Bond Failures Explained,” *Eng. Mater. Sci.*, 2010, Accessed: Jun. 08, 2024. [Online]. Available: www.adhesionassociates.com
- [14] E. Guillaume and L. Marechal, “Weight Reduction with Sandwich Material on Front End Carrier Application,” *SAE Tech. Pap.*, Apr. 2008, doi: 10.4271/2008-01-0368.
- [15] Xiacong He, “A review of finite element analysis of adhesively bonded joints,” *Int. J. Adhes. Adhes.*, vol. 31, 2011, doi: 10.1016/j.ijadhadh.2011.01.006.
- [16] A. L. Loureiro, L. F. M. Da Silva, C. Sato, and M. A. V. Figueiredo, “Comparison of the mechanical behaviour between stiff and flexible adhesive joints for the automotive industry,” *J. Adhes.*, vol. 86, no. 7, pp. 765–787, Jul. 2010, doi: 10.1080/00218464.2010.482440.
- [17] and P. J. R. Cr’eaac’hcadec, G. Jamin, J.Y. Cognard, “Experimental analysis of the mechanical behaviour of a thick flexible adhesive under tensile/compression-shear loads,” *Int. J. Adhes. Adhes.*, vol. 48, pp. 258–267, 2014, doi: 10.1016/j.ijadhadh.2013.09.040.
- [18] M. D. Banea and L. F. M. da Silva, “Mechanical characterization of flexible adhesives,” *J. Adhes.*, vol. 85, no. 4–5, pp. 261–285, 2009, doi: 10.1080/00218460902881808.
- [19] B. Burchardt, “Advances in polyurethane structural adhesives,” *Adv. Struct. Adhes. Bond.*, pp. 35–65, Jan. 2010, doi: 10.1533/9781845698058.1.35.
- [20] Y. Shirmohammadli, A. Pizzi, G. M. Raftery, and A. Hashemi, “One-component polyurethane adhesives in timber engineering applications: A review,” *Int. J. Adhes. Adhes.*, vol. 123, p. 103358, 2023, doi: 10.1016/j.ijadhadh.2023.103358.
- [21] K. Bichler and L. Zander, “Innovative hybrid polymers for high-strength adhesives,” *Adhes. Adhes. 2012 93*, vol. 9, no. 3, pp. 24–28, Sep. 2012, doi: 10.1365/S35784-012-

0062-4.

- [22] F. J. P. Chaves, M. F. S. F. de Moura, L. F. M. da Silva, and D. A. Dillard, “Numerical validation of a crack equivalent method for mixed-mode I+II fracture characterization of bonded joints,” *Eng. Fract. Mech.*, vol. 107, pp. 38–47, Jul. 2013, doi: 10.1016/J.ENGFRACMECH.2013.05.008.
- [23] F. J. P. Chaves, L. F. M. Da Silva, M. F. S. F. De Moura, D. A. Dillard, and V. H. C. Esteves, “Fracture Mechanics Tests in Adhesively Bonded Joints: A Literature Review,” *J. Adhes.*, vol. 90, no. 12, pp. 955–992, Nov. 2014, doi: 10.1080/00218464.2013.859075.
- [24] “ISO 11003-2:2019 Adhesives — Determination of shear behaviour of structural adhesives — Part 2: Tensile test method using thick adherends.” https://www.csagroup.org/store/product/iso_075590/ (accessed Jun. 09, 2024).
- [25] “NF T 76-142 Structural adhesives - Preparation method of structural adhesive plates for characterization test pieces - Adhésifs structuraux - Méthode de préparation de plaques d’adhésifs structuraux pour la réalisation d’éprouvettes d’essai de caractérisa.” <https://www.normadoc.com/spanish/nf-t-76-142-t76-142-07-2021.html> (accessed Jun. 09, 2024).
- [26] “D3433 Standard Test Method for Fracture Strength in Cleavage of Adhesives in Bonded Metal Joints.” <https://www.astm.org/d3433-99r20.html> (accessed Jun. 09, 2024).
- [27] “D2095 Standard Test Method for Tensile Strength of Adhesives by Means of Bar and Rod Specimens.” <https://www.astm.org/d2095-96r15.html> (accessed Jun. 09, 2024).
- [28] B. Duncan and G. Dean, “Measurements and models for design with modern adhesives,” in *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 2003, vol. 23, no. 2, pp. 141–149. doi: 10.1016/S0143-7496(03)00006-X.
- [29] C. Amstutz, M. Bürgi, and P. Jousset, “Characterisation and FE simulation of polyurethane elastic bonded joints under multiaxial loading conditions,” *Int. J. Adhes. Adhes.*, vol. 83, pp. 103–115, Jun. 2018, doi: 10.1016/J.IJADHADH.2018.02.029.
- [30] A. Chiminelli, C. Valero, M. Lizaranzu, C. I. López, and M. Canales, “Modelling of bonded joints with flexible adhesives,” *J. Adhes.*, vol. 95, no. 5–7, pp. 369–384, Jun. 2019, doi: 10.1080/00218464.2018.1562347.
- [31] Zhi-Jian Zhang, “Non-Linear Behavior and Design of Steel Structures: Review and Outlook,” *Buildings*, vol. 13, 2023, doi: 10.3390/buildings13082111.
- [32] L. R. G. Treloar, “Stress-Strain Data for Vulcanized Rubber under Various Types of

- Deformation,” *Rubber Chem. Technol.*, vol. 17, no. 4, pp. 813–825, Dec. 1944, doi: 10.5254/1.3546701.
- [33] G. Marckmann and E. Verron, “Comparison of hyperelastic models for rubber-like materials,” *Rubber Chem. Technol.*, vol. 79, no. 5, pp. 835–858, 2006, doi: 10.5254/1.3547969.
- [34] G. Chagnon, G. Marckmann, and E. Verron, “A comparison of the Hart-Smith model with Arruda-Boyce and Gent formulations for rubber elasticity,” *Rubber Chem. Technol.*, vol. 77, no. 4, pp. 724–735, Sep. 2004, doi: 10.5254/1.3547847.
- [35] H. Gründemann, “Ogden, R. W., Non-Linear Elastic Deformations. Ellis Horwood Ltd. 1984. Chichester, Distributors: John Wiley & Sons Ltd., XV, 532 S., £ 35.00. ISBN 0-85 312-273-3,” *ZAMM - J. Appl. Math. Mech. / Zeitschrift für Angew. Math. und Mech.*, vol. 65, no. 9, pp. 404–404, Jan. 1985, doi: 10.1002/ZAMM.19850650903.
- [36] G. A. Holzapfel, “Nonlinear solid mechanics : a continuum approach for engineering,” *Wiley*, p. 455, 2000.
- [37] J. Bergström, *Mechanics of Solid Polymers: Theory and Computational Modeling*. 2015. doi: 10.1016/C2013-0-15493-1.
- [38] I. M. Ward and J. Sweeney, “The Behaviour in the Rubber-Like State: Finite Strain Elasticity,” in *Mechanical Properties of Solid Polymers*, 2012, pp. 31–59. doi: 10.1002/9781119967125.ch3.
- [39] R. W. Ogden, G. Saccomandi, and I. Sgura, “Fitting hyperelastic models to experimental data,” *Comput. Mech.*, vol. 34, no. 6, pp. 484–502, Aug. 2004, doi: 10.1007/S00466-004-0593-Y/METRICS.
- [40] F. B. R. Afshar, “Stress concentration factors of periodic notches determined from the strain energy density,” *Theor. Appl. Fract. Mech.*, vol. 56, 2011, doi: //doi.org/10.1016/j.tafmec.2011.11.001.
- [41] A. Boulenuar, N. Benseddiq, and M. Mazari, “Strain energy density prediction of crack propagation for 2D linear elastic materials,” *Theor. Appl. Fract. Mech.*, vol. 67–68, pp. 29–37, Oct. 2013, doi: 10.1016/J.TAFMEC.2013.11.001.
- [42] S. Kawabata, M. Matsuda, K. Tei, and H. Kawai, “Experimental Survey of the Strain Energy Density Function of Isoprene Rubber Vulcanizate,” *Macromolecules*, vol. 14, no. 1, pp. 154–162, 1981, doi: 10.1021/MA50002A032.
- [43] R. S. Rivlin, “The Elasticity of Rubber,” *Rubber Chem. Technol.*, vol. 65, no. 3, pp. 51–

- 66, Jul. 1992, doi: 10.5254/1.3538628.
- [44] B. Kim *et al.*, “A comparison among Neo-Hookean model, Mooney-Rivlin model, and Ogden model for Chloroprene rubber,” *Int. J. Precis. Eng. Manuf.*, vol. 13, no. 5, pp. 759–764, 2012, doi: 10.1007/s12541-012-0099-y.
- [45] S. Anandan, C. Y. Lim, V. Anggraini, and M. E. Raghunandan, “Numerical and Experimental Investigation of Oil Palm Shell Reinforced Rubber Composites,” *Polymers (Basel)*, 2020, doi: 10.3390/polym12020314.
- [46] “ANSYS I. ANSYS 2020 R1 2020”.
- [47] M. Mooney, “A theory of large elastic deformation,” *J. Appl. Phys.*, vol. 11, no. 9, pp. 582–592, 1940, doi: 10.1063/1.1712836.
- [48] R. RS, “Large elastic deformations of isotropic materials IV. further developments of the general theory,” *Philos. Trans. R. Soc. London. Ser. A, Math. Phys. Sci.*, vol. 241, no. 835, pp. 379–397, Oct. 1948, doi: 10.1098/rsta.1948.0024.
- [49] Ali, “A Review of Constitutive Models for Rubber-Like Materials,” *Am. J. Eng. Appl. Sci.*, vol. 3, no. 1, pp. 232–239, 2010, doi: 10.3844/ajeassp.2010.232.239.
- [50] Yunfei Zhu, “Nonlinear deformations of a thick-walled hyperelastic tube under external pressure,” 2009.
- [51] O. H. Yeoh, “Characterization of elastic properties of carbon-black-filled rubber vulcanizates,” *Rubber Chem. Technol.*, vol. 63, no. 5, pp. 792–805, Nov. 1990, doi: 10.5254/1.3538289.
- [52] O. H. Yeoh, “Some forms of the strain energy function for rubber,” *Rubber Chem. Technol.*, vol. 66, no. 5, pp. 754–771, 1993, doi: 10.5254/1.3538343.
- [53] M. C. Boyce and E. M. Arruda, “Constitutive models of rubber elasticity: A review,” *Rubber Chemistry and Technology*, vol. 73, no. 3. Rubber Division of the American Chemical Society, pp. 504–523, 2000. doi: 10.5254/1.3547602.
- [54] T. Tsakalakos, “The bulge test: A comparison of the theory and experiment for isotropic and anisotropic films,” *Thin Solid Films*, vol. 75, no. 3, pp. 293–305, Jan. 1981, doi: 10.1016/0040-6090(81)90407-7.
- [55] M. Sasso, G. Palmieri, G. Chiappini, and D. Amodio, “Characterization of hyperelastic rubber-like materials by biaxial and uniaxial stretching tests based on optical methods,” *Polym. Test.*, vol. 27, no. 8, pp. 995–1004, 2008, doi: 10.1016/J.POLYMERTESTING.2008.09.001.

- [56] J. Zhaoa, J. Dongb, Z. Liua, and Huimin Xie, “Characterization method of mechanical properties of rubber materials based on in-situ stereo finite-element-model updating,” *Polym. Testing/ymr Test.*, vol. 79, 2019, doi: /doi.org/10.1016/j.polymertesting.2019.106015.
- [57] J. Dispersyn, S. Hertelé, W. De Waele, and J. Belis, “Assessment of hyperelastic material models for the application of adhesive point-fixings between glass and metal,” *Int. J. Adhes. Adhes.*, vol. 77, pp. 102–117, Sep. 2017, doi: 10.1016/J.IJADHADH.2017.03.017.
- [58] “BS ISO 1827:2011 Rubber, vulcanized or thermoplastic. Determination of shear modulus and adhesion to rigid plates. Quadruple-shear methods”.
- [59] “D429 Standard Test Methods for Rubber Property—Adhesion to Rigid Substrates.” <https://www.astm.org/d0429-14e01.html> (accessed Jun. 10, 2024).
- [60] L. C. S. Nunes and D. C. Moreira, “Simple shear under large deformation: Experimental and theoretical analyses,” *Eur. J. Mech. A/Solids*, vol. 42, pp. 315–322, 2013, doi: 10.1016/J.EUROMECHSOL.2013.07.002.
- [61] L. C. S. Nunes, “Mechanical characterization of hyperelastic polydimethylsiloxane by simple shear test,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 528, no. 3, pp. 1799–1804, Jan. 2011, doi: 10.1016/J.MSEA.2010.11.025.
- [62] S. Li, Y. Liang, and Y. Li, “Equi-biaxial tension tests on magneto-rheological elastomers You may also like Investigation of dynamic properties of isotropic and anisotropic magnetorheological elastomers with a hybrid magnet shear test rig,” 2016, doi: 10.1088/0964-1726/25/1/015015.
- [63] D. J. Charlton, “A Review of Methods to Characterize Rubber Elastic Behavior for Use in Finite Element Analysis.” *Rubber Chemistry and Technology*, 1994.
- [64] L. pu Meng *et al.*, “A Universal equipment for biaxial stretching of polymer films,” *Chinese J. Polym. Sci.*, vol. 33, no. 5, pp. 754–762, May 2015, doi: 10.1007/S10118-015-1623-1.
- [65] B. Kim *et al.*, “A comparison among Neo-Hookean model, Mooney-Rivlin model, and Ogden model for Chloroprene rubber,” *Int. J. Precis. Eng. Manuf.*, vol. 13, no. 5, pp. 759–764, May 2012, doi: 10.1007/s12541-012-0099-y.
- [66] C. Amstutz, M. Bürgi, and P. Jousset, “Characterisation and FE simulation of polyurethane elastic bonded joints under multiaxial loading conditions,” *Int. J. Adhes. Adhes.*, vol. 83, pp. 103–115, Jun. 2018, doi: 10.1016/J.IJADHADH.2018.02.029.

- [67] *ISO 37:2011 - Rubber, vulcanized or thermoplastic — Determination of tensile stress-strain properties.* 2011. Accessed: Jun. 15, 2021. [Online]. Available: <https://www.iso.org/standard/40200.html>
- [68] Walter Ukovich, “Digital Imaging Techniques In Experimental Stress Analysis.” Optical engineering, 2019.
- [69] H. Schreier, J. J. Orteu, and M. A. Sutton, “Image correlation for shape, motion and deformation measurements: Basic concepts, theory and applications,” *Image Correl. Shape, Motion Deform. Meas. Basic Concepts, Theory Appl.*, pp. 1–321, 2009, doi: 10.1007/978-0-387-78747-3.
- [70] “Tracker Video Analysis and Modeling Tool for Physics Education.” <https://physlets.org/tracker/> (accessed Jul. 26, 2023).
- [71] F. J. Simón-Portillo, D. Abellán-López, F. Arán, L. F. M. Da Silva, and M. Sánchez-Lozano, “Methodology for the mechanical characterisation of hyperelastic adhesives. Experimental validation on joints of different thicknesses,” *Polym. Test.*, vol. 129, p. 108286, 2023, doi: 10.1016/j.polymertesting.2023.108286.
- [72] R. K. Behera, S. K. Parida, and R. R. Das, “Effect of using fibre reinforced epoxy adhesive on the strength of the adhesively bonded Single Lap Joints,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 248, p. 110358, Jan. 2023, doi: 10.1016/J.COMPOSITESB.2022.110358.
- [73] P. Galvez, J. Abenojar, and M. A. Martinez, “Durability of steel-CFRP structural adhesive joints with polyurethane adhesives,” *Compos. Part B Eng.*, 2018, doi: 10.1016/j.compositesb.2018.11.097.
- [74] R. M. Guedes, A. Sá, and M. F. S. F. De Moura, “Test Method An experimental and numerical assessment of DCB tests on glass/polyester curved beams cut out from pipes,” *Polym. Test.*, vol. 27, pp. 985–994, doi: 10.1016/j.polymertesting.2008.08.011.
- [75] L. F. M. da Silva and R. D. S. G. Campilho, “Advances in numerical modelling of adhesive joints,” *SpringerBriefs Appl. Sci. Technol.*, no. 9783642236075, pp. 1–93, 2012, doi: 10.1007/978-3-642-23608-2_1/FIGURES/64.
- [76] Abaqus, “Abaqus User manual 6.14,” *Abaqus*, 2020.
- [77] F. J. S. Portillo, Ó. C. Sempere, E. A. S. Marques, M. S. Lozano, and L. F. M. da Silva, “Mechanical Characterisation and Comparison of Hyperelastic Adhesives: Modelling and Experimental Validation,” *J. Appl. Comput. Mech.*, vol. 8, no. 1, pp. 359–369, Jan. 2022, doi: 10.22055/jacm.2021.38119.3242.

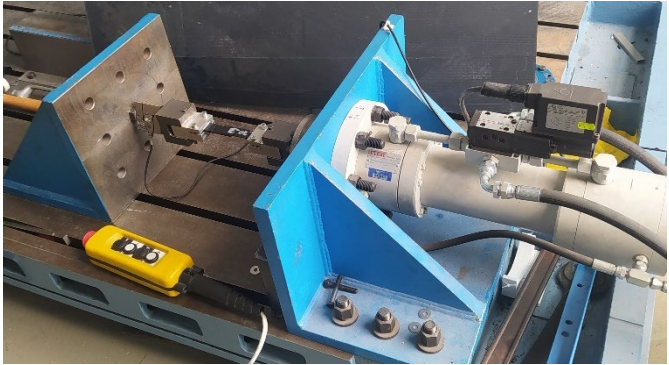
- [78] F. J. Simón-Portillo *et al.*, “Experimental Validation of the Characterisation of Highly Flexible Adhesives Using Multiple Specimen Configurations,” *Proc. Eng. Mech.*, pp. 15–24, 2024, doi: 10.1007/978-3-031-48363-9_2.
- [79] N. R. E. Domingues, R. D. S. G. Campilho, R. J. C. Carbas, and L. F. M. Da Silva, “Experimental and numerical failure analysis of aluminium/composite single-L joints,” 2015, doi: 10.1016/j.ijadhadh.2015.10.011.
- [80] P. Galvez *et al.*, “Study of the behaviour of adhesive joints of steel with CFRP for its application in bus structures,” 2017, doi: 10.1016/j.compositesb.2017.07.018.
- [81] M. D. Banea, L. F. M. Da Silva, and R. D. S. G. Campilho, “The Effect of Adhesive Thickness on the Mechanical Behavior of a Structural Polyurethane Adhesive,” <https://doi.org/10.1080/00218464.2014.903802>, vol. 91, no. 5, pp. 331–346, Jan. 2014, doi: 10.1080/00218464.2014.903802.
- [82] J. Korta, A. Mlyniec, and T. Uhl, “Experimental and numerical study on the effect of humidity-temperature cycling on structural multi-material adhesive joints,” *Compos. Part B Eng.*, 2015, doi: 10.1016/j.compositesb.2015.05.020.
- [83] L. Ke, C. Li, J. He, S. Dong, C. Chen, and Y. Jiao, “Effects of elevated temperatures on mechanical behavior of epoxy adhesives and CFRP-steel hybrid joints,” *Compos. Struct.*, 2019, doi: 10.1016/j.compstruct.2019.111789.
- [84] S. Salimi, T. S. Babra, G. S. Dines, S. W. Baskerville, W. Hayes, and B. W. Greenland, “Composite polyurethane adhesives that debond-on-demand by hysteresis heating in an oscillating magnetic field,” *Eur. Polym. J.*, 2019, doi: 10.1016/j.eurpolymj.2019.109264.
- [85] “ISO 6721-11:2012. Plastics. Determination of dynamic mechanical properties. Glass transition temperature”.
- [86] P. Cognard, “Adhesives and sealants : basic concepts and high tech bonding,” p. 492, 2005.
- [87] A. Roig, L. Molina, A. Serra, D. Santiago, and S. De la Flor, “Structural reversible adhesives based on thiol-epoxy vitrimers,” *Polym. Test.*, vol. 128, p. 108205, 2023, doi: 10.1016/j.polymertesting.2023.108205.
- [88] B. J. Anderson, “Thermal stability of high temperature epoxy adhesives by thermogravimetric and adhesive strength measurements,” *Polym. Degrad. Stab.*, 2011, doi: 10.1016/j.polymdegradstab.2011.07.010.
- [89] W. Tan, N. Jingxin, W. Guangbin, H. Chen, and H. Meng, “Effect of temperature on the


- fatigue performance and failure mechanism of a flexible adhesive butt joint,” *J. Adhes.*, vol. 98, no. 13, pp. 1998–2028, 2022, doi: 10.1080/00218464.2021.1950537.
- [90] W. Tan, J. Na, G. Wang, Q. Xu, H. Shen, and W. Mu, “The effects of service temperature on the fatigue behavior of a polyurethane adhesive joint,” *Int. J. Adhes. Adhes.*, vol. 107, p. 102819, 2021, doi: 10.1016/j.ijadhadh.2021.102819.
- [91] L. E. Crocker, B. C. Duncan, R. G. Hughes, and J. M. Urquhart, “Hyperelastic Modelling of Flexible Adhesives,” no. May, pp. 1–42, 1999.
- [92] D. Moreira, L. N.-P. Testing, and undefined 2013, “Comparison of simple and pure shear for an incompressible isotropic hyperelastic material under large deformation,” *Elsevier*, Accessed: Jul. 03, 2021. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142941812002218>
- [93] A. Dorfmann, K. N. G. Fuller, and R. W. Ogden, “Shear, compressive and dilatational response of rubberlike solids subject to cavitation damage,” *Int. J. Solids Struct.*, vol. 39, no. 7, pp. 1845–1861, Apr. 2002, doi: 10.1016/S0020-7683(02)00008-2.
- [94] B. Duncan and L. Crocker, “Characterisation of Flexible Adhesives for Design,” 2001. doi: 10.47120/npl.mgpg45.
- [95] C. Gehre, H. Gades, and P. Wernicke, “Objective rating of signals using test and simulation responses,” in *Processing of 21st International Technical Conference on the Enhanced Safety of Vehicles Conference (ESV)*, 2009, pp. 15–18.
- [96] S. Barbat, Y. Fu, Z. Zhan, and C. Gehre, “Objective rating metric for dynamic systems,” *Enhanc. Saf. Veh.*, pp. 1–10, 2013.
- [97] D. Abellán-López, M. Sánchez-Lozano, and L. Martínez-Sáez, “Frontal crashworthiness characterisation of a vehicle segment using curve comparison metrics,” 2018, doi: 10.1016/j.aap.2018.04.017.
- [98] D. C. Moreira and L. C. S. Nunes, “Comparison of simple and pure shear for an incompressible isotropic hyperelastic material under large deformation,” *Polym. Test.*, vol. 32, no. 2, pp. 240–248, Apr. 2013, doi: 10.1016/j.polymertesting.2012.11.005.
- [99] A. Elmarakbi, “Advanced Composite Materials for Automotive Applications: Structural,” *Advanced_Composite_Materials_for_Automot*, 2013.
- [100] E. Mangino, J. Carruthers, and G. Pitarresi, “The future use of structural composite materials in the automotive industry,” *Int. J. Veh. Des.*, vol. 44, no. 3–4, pp. 211–232, 2007, doi: 10.1504/IJVD.2007.013640.

- [101] S.-S. P. and T.-W. H. Chi-Hoon Choi, “Development of Composite Body Panels for a Lightweight Vehicle,” *J. Mater. Manuf.*, vol. 110, 2001, doi: www.jstor.org/stable/i40197106.
- [102] J. A. Muñoz, J. M. Cabrera, R. E. Bolmaro, L. Romero Reséndiz, T. Trzepieci Nski, and S. M. Najm, “Current Trends in Metallic Materials for Body Panels and Structural Members Used in the Automotive Industry,” *Mater. 2024, Vol. 17, Page 590*, vol. 17, no. 3, p. 590, Jan. 2024, doi: 10.3390/MA17030590.
- [103] “UNE-EN 12640:2020 Fijación de la carga en vehículos de carretera. Puntos de amarre en vehículos comerciales para transporte de mercancías. Requisitos mínimos y ensayos.”
- [104] “UNE-EN 12195-1:2011 Dispositivos para la sujeción de la carga en vehículos de carretera. Seguridad. Parte 1: Cálculo de las fuerzas de fijación.”
- [105] F. J. Simón-Portillo, D. Abellán-López, and M. Sánchez-Lozano, “Estudio de la fijación adhesiva de railes de estiba a las carrocerías de vehículos industriales,” *XV Congreso Iberoamericano de Ingeniería Mecánica*, 2022.

Anexo 1. Equipamiento utilizado

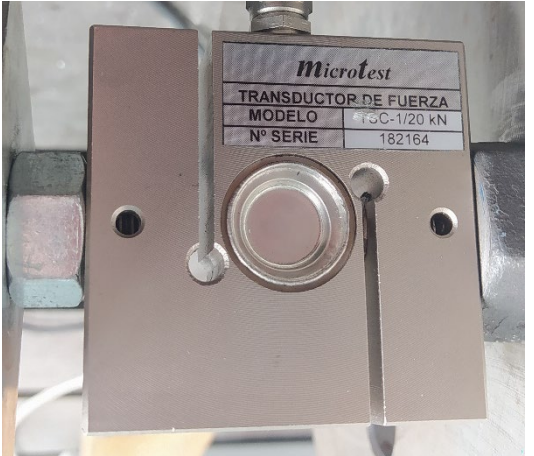
1.1. Máquina de ensayo

Equipo:		Banco de ensayos universal
Especificaciones técnicas		
Capacidad	80 kN	
Rango de trabajo	0-200 mm	
<p>Observaciones: Máquina hidráulica de mordazas mecánicas. Se ha utilizado para realizar todos los ensayos de temperatura ambiente.</p> <p>Ubicación: Laboratorio de ingeniería mecánica UMH.</p>		

Equipo:		Instron modelo 3367
Especificaciones técnicas		
Capacidad	30 kN	
Rango de trabajo	0-1193 mm	
<p>Observaciones: Máquina hidráulica de mordaza mecánicas, equipada con cámara climática Instron. Se ha utilizado para realizar los ensayos a altas temperatura.</p> <p>Ubicación: Laboratorio de ingeniería mecánica FEUP (Oporto).</p>		


1.2. Transductor de fuerza

Equipos	Célula de carga 20 kN Microtest	
Especificaciones técnicas		
Núm. De serie		
Capacidad	20 kN	
Modelo	TSC-1/20 kN	
Observaciones:		
Se ha utilizado para llevar a cabo los ensayos a temperatura ambiente.		

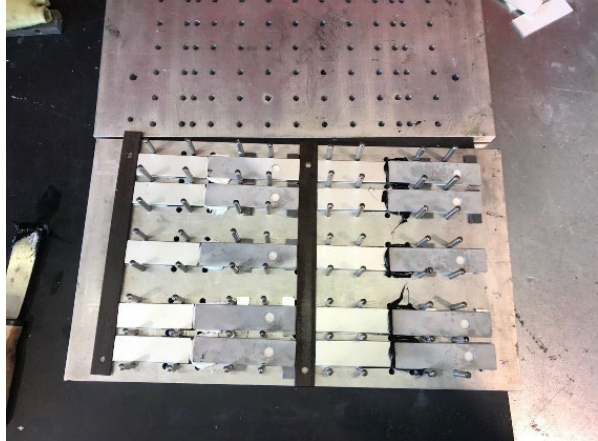
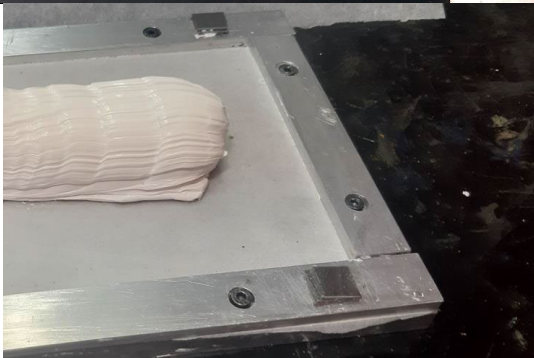
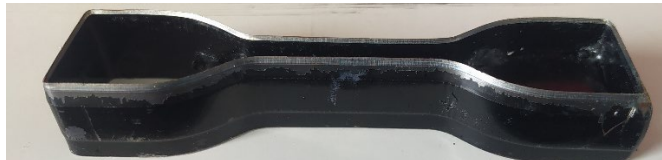


A photograph of a Microtest force transducer. The device is a rectangular metal box with a circular gauge in the center. A label on the top right of the device reads: "Microtest", "TRANSDUCTOR DE FUERZA", "MODELO TSC-1/20 kN", and "Nº SERIE 182164".


1.3. Utillaje específico


<p>Multiplicador de desplazamiento: Implemento en máquina de ensayos para multiplicar el desplazamiento hasta 400 mm.</p> <p>Se ha utilizado para realizar los ensayos de probetas planar y halterio.</p>	 <p>A photograph showing a displacement multiplier fixture mounted on a test machine. The fixture consists of a long metal bar with a hook at one end and a threaded rod with a nut at the other. Various tools like a wrench and a screwdriver are visible in the background.</p>
---	---


<p>Garras para montaje de probeta planar.</p>	 <p>A photograph showing two sets of clamps used for mounting planar specimens. Each set consists of a metal plate with four threaded rods and nuts, designed to hold a specimen in place during testing.</p>
---	---

<p>Útil para montaje de probetas DCB-SLJ.</p>	
<p>Molde para la fabricación de láminas de adhesivo, para obtener probetas planar y halterio.</p>	
<p>Troquel para obtener probetas de Halterio.</p>	

1.4. Instrumentos para verificación de probetas

<p>Equipo:</p>	<p>Pie de Rey</p>	
<p>Especificaciones técnicas</p>		
<p>Rango de medición</p>	<p>0-200 mm</p>	
<p>Resolución</p>	<p>0.05 mm</p>	
<p>Observaciones: Equipo utilizado para verificar las probetas.</p>		

Equipo:	Micrómetro Mitutoyo	
Especificaciones técnicas		
Rango de medición	0-25 mm	
Resolución	0.01 mm	
Observaciones:	Equipo utilizado para verificar las probetas.	

Equipo:	Durómetro	
Especificaciones técnicas		
Modelo	M202	
Escala de dureza	Shore A	
Observaciones:	Equipo utilizado para obtener información sobre el nivel de curado de las probetas de halterio y planar.	

Anexo 2. Publicaciones

Artículos:

- F. J. Simón-Portillo, D. Abellán-López, F. Arán, L. F. M. Da Silva, and M. Sánchez-Lozano. “Methodology for the mechanical characterisation of hyperelastic adhesives. Experimental validation on joints of different thicknesses,” *Polymer Testing*, vol. 129, p. 108286, 2023, doi: 10.1016/J.POLYMERTESTING.2023.108286
- Simon Portillo F.J., Cuadrado Sempere Ó., Marques E., Sánchez Lozano M., da Silva L.F.M. Mechanical Characterization and Comparison of Hyperelastic Adhesives: Modelling and Experimental Validation, *J. Appl. Comput. Mech.*, 8(1), 2022, 359–369. <https://doi.org/10.22055/JACM.2021.38119.3242>

Capítulo de libro:

- Simón-Portillo, F.J., Cuadrado, O., Marques, E.A.S., Sánchez-Lozano, M., da Silva, L.F.M. (2024). Experimental Validation of the Characterisation of Highly Flexible Adhesives Using Multiple Specimen Configurations. *Proceedings in Engineering Mechanics*. Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-031-48363-9_2



Methodology for the mechanical characterisation of hyperelastic adhesives. Experimental validation on joints of different thicknesses

F.J. Simón-Portillo^{a,*}, D. Abellán-López^a, F. Arán^b, L.F.M. da Silva^c, M. Sánchez-Lozano^a

^a Department of Mechanical and Energy Engineering, Miguel Hernandez University of Elche, 03202, Spain

^b Footwear Technological Institute INESCOP, Elda, 03600, Alicante, Spain

^c Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, University of Porto, Porto, 4200-465, Portugal

ARTICLE INFO

Keywords:

Finite element
Hyperelastic models
Characterisation
Flexible adhesives
Polyurethane

ABSTRACT

This work focuses on the mechanical characterisation of adhesives with hyperelastic behaviour and on the determination of the behavioural laws that best represent it, in order to introduce them in simulation models. First, a test plan is carried out on simple specimens: uniaxial and planar configuration. These are designed to measure the non-linear behaviour of adhesives in both tensile and pure shear. Unlike the uniaxial specimen, which is governed by a test standard (UNE-ISO 37) that defines its geometry, the planar specimen does not have a standard that defines its dimensions. Therefore, in this research it is proposed to carry out tests with specimens of different width-length sizes to evaluate how these dimensions affect the stress-strain curves.

For mechanical characterisation, finite element programs provide the tool to evaluate the predicted behaviour of a hyperelastic material from the experimental results, displaying in the same graph the degree of approximation obtained for the results of each test (Dumbbell and planar) with different hyperelastic models, allowing us to select the hyperelastic model that best fits the experimental data.

The Mooney-Rivlin model was found to be the best fitting model and therefore the most appropriate to describe the behaviour of hyperelastic adhesives used in this study. To conclude this study, the obtained law was validated by comparing the results of tests carried out on single lap joint (SLJ) specimens of different thickness.

1. Introduction

In recent years, the use of flexible adhesives for structural bonding applications has increased significantly. These adhesives are able to withstand large deformations without damage, making them ideal for applications where flexibility and strength are required. These bonding techniques are increasingly being used in the aerospace, automotive, marine and other industries [1–9].

In order to ensure the proper functioning of adhesive bonds, it is essential to study and optimise the bond. The use of Finite Element Models (FEM) can help [10–12]. For FEM modelling, it is essential to carry out a precise mechanical characterisation of the material. This entails defining and validating the behavioural laws of the adhesive used in these joints [9,13,14].

The adhesive considered for this research is a one-component polyurethane (PUR), the SikaFlex 252. It is used in the manufacture of car bodies, vehicles, as well as in the nautical industry, providing a strong

and flexible bond, presenting a low elastic modulus. It also has good resistance to moisture and weathering [15,16]. This type of adhesive cures by reaction with moisture to form high performance elastomers. It exhibits non-linear elastic behaviour that can be described by hyper-elastic material constitutive models [17]. These types of models can describe the large deformation levels that these adhesives reach before failure. The constitutive models of hyperelastic materials are based on complex mathematical expressions based on the theory of large deformations [18,19]. In order to define the input requirements of the models, various tests may be required to identify the constitutive parameters of the material [20–26].

To improve the model fit of a hyperelastic material, it is advisable to follow a number of guidelines [27]. For example, obtaining test data for the deformation modes that are likely to occur in the final joint simulation. It is also important to include data from the planar test, which measures shear behaviour, and to provide more data on the strain magnitudes to which you expect the material to be subjected during the

* Corresponding author.

E-mail addresses: f.simon@umh.es (F.J. Simón-Portillo), dabellan@umh.es (D. Abellán-López), aran@inescop.es (F. Arán), lucas@fe.up.pt (L.F.M. da Silva), msanchez@umh.es (M. Sánchez-Lozano).

<https://doi.org/10.1016/j.polymeresting.2023.108286>

Received 10 August 2023; Received in revised form 17 October 2023; Accepted 23 November 2023

Available online 29 November 2023

0142-9418/© 2023 The Authors. Published by Elsevier Ltd. This is an open access article under the CC BY-NC-ND license (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

simulation.

This research focuses on the characterisation of a flexible polyurethane adhesive and the adjustment of the model, based on test data from dumbbell-shaped (traction) and planar specimens (shear). Since there is no standard that establishes the test dimensions for the characterisation of planar specimens, in a first phase, tests of different dimensions have been carried out to study the influence of these dimensions on the behaviour curves.

The stress-strain curves for different hyperelastic models were then obtained from the tests of the different planar and dumbbell specimen geometries. The models that gave a better fit were selected by comparing the stress-strain curves obtained with those of the tests. Once the hyperelastic models were selected, the geometry of the planar specimen was chosen to best fit the behavioural laws of the adhesive. For this purpose, simulations of the SLJ specimen with 3 mm of adhesive thickness were carried out with the different models considered.

Once the hyperelastic model has been fitted as described in this article, it should be possible to use it to simulate the behaviour of different joint configurations. To confirm and validate the chosen material model, SLJ joints with different adhesive thicknesses were modelled computationally and the results compared with those obtained experimentally.

2. Methodology

2.1. Tests with planar specimen

To obtain the constants of the 1st and 2nd order hyperelastic models, stress-strain curves in two different loading configurations are required [28,29]. Uniaxial tensile test with dumbbell specimens and planar test, also known as "pure shear", were chosen. It is highly recommended to include the latter test in the characterisation of hyperelastic materials in order to take into account the shear behaviour of the material.

The planar specimens used in this study consist of thin sheets of adhesive subjected to tensile stress. As mentioned above, there are no standard dimensions for the planar specimen, and for this reason specimens of different dimensions will be tested, in order to compare the results obtained and choose the one that leads to the best fit. The specimens were fabricated from 200 × 130 mm adhesive sheets of the appropriate thickness and then cut to the dimensions given in Table 1 (Fig. 1). All specimens were cured in a controlled room at $23 \pm 3^\circ\text{C}$ and $50 \pm 5\%$ humidity, following the specifications of adhesive manufacturer. However, in order to ensure that the adhesive was fully cured, periodic hardness measurements of the adhesive sheets were taken (Durotech, Model M202). It was observed that from day 15 onwards these measurements remained constant, indicating full curing. Before die-cutting the specimens, a visual inspection was carried out to detect any internal defects in the adhesive sheets. The inspection method consisted of exposing the sheet to an intense beam of light, as described in Fig. 2 a), and photographing it to detect air bubbles trapped inside the adhesive and samples rejected if necessary (Fig. 2 b). It should be noted that no cavitation effects were observed, neither during these material

Table 1
Planar shear test dimensions (mm).

Nº	Width	Total Length	Effective length	Thickness
1	50	60	30	3
2	50	90	50	3
3	100	60	30	3
4	100	90	50	3
5	100	120	80	3
6	150	60	30	3
7	150	90	50	3
8	150	120	80	3
9	150	90	45	2
10	200	90	55	3

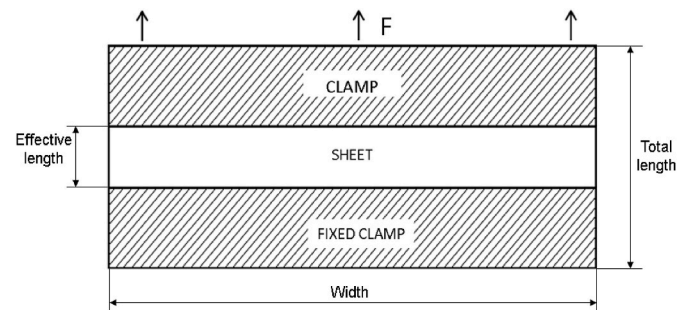


Fig. 1. Planar shear test geometry.

characterisation tests, nor in the joint specimen tests described below. In any case, the working range of interest for characterization is far from the fracture limits, where such an effect could be of greater importance [30].

Fig. 3 b) shows the clamps used for the test, which are made of 17mm thick birch plywood. Two steel plates help to distribute the pressure of the connecting bolts. The wood used has a stiffness 18 times greater than the adhesive to be tested, and it is verified that the tooling does not undergo any appreciable deformation during the test that could influence the result. In addition, double-sided tape is placed between the wood and the adhesive sheet to ensure that the adhesive does not slip during the test.

Tests on the planar specimens were performed using a universal testing machine equipped with a 20 kN load cell (Microtest) at a controlled displacement rate of 150 mm/min. This speed is somewhat lower than that established in ISO 37:2005 for the uniaxial tensile test (200 mm/min). However, tests were previously carried out at different speeds between 150 and 200 mm/min, and it was concluded that the speed variation within this range has no influence on the measured stiffness. Deformation was obtained by Digital Image Correlation (DIC) [31,32] from images taken with a Nikon D5300 camera. The images were processed using Tracker software [33]. This technique also allows the detection of debonding or slippage of the adhesive relative to the clamps. Fig. 3 a) shows the experimental setup with the planar specimen, the clamps and the camera lens.

The stress-strain curves obtained in the different planar tests with specimens of different dimensions were analysed, and those showing the highest and lowest stiffness were selected for the study.

2.2. Traction uniaxial test

Uniaxial tensile tests were carried out on dumbbell specimens. Specimen dimensions are defined in ISO 37:2005. The dumbbell specimens were obtained using a die-cutting machine from a 3 mm thick adhesive sheet, previously cured and tested by the method described above. The halter specimens were tested using the same equipment previously used for the planar specimens, except for the grips, which were adapted to the dimensions of the new specimens. A test speed of 200 mm/min was set for the dumbbell specimen, also according to standard ISO 37:2005. Strain data were also obtained using the DIC technique.

2.3. Adjustment of hyperelastic models

For the comparison between the different applicable models and the estimation of the corresponding hyperelastic constants, the Abaqus software [27] has been used. The input data to the program are the nominal stress-nominal strain curves, from which the program estimates the constants of the different possible models by means of least squares.

The material models considered were Neo-Hookean, Mooney-Rivlin (polynomial $N = 1$) and Ogden ($N = 1$ and $N = 2$) [28,34,35]. It should be noted that in this case, the compressibility constants are zero for each

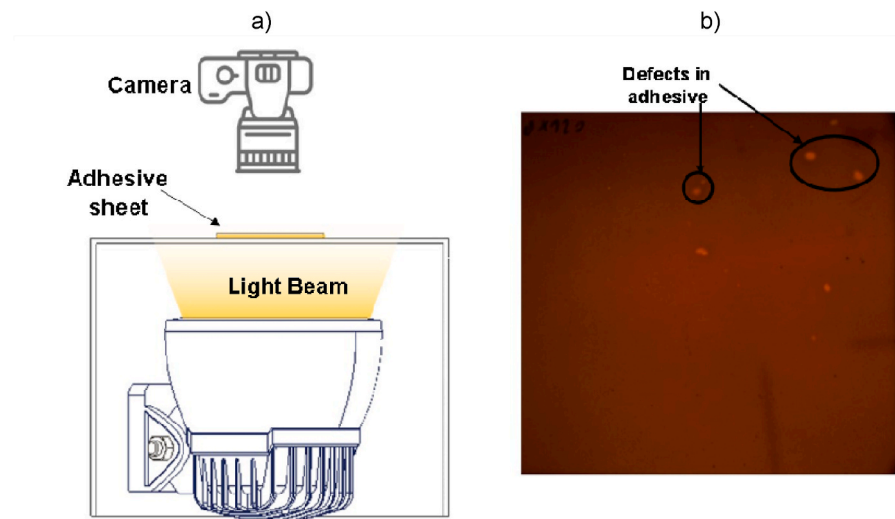


Fig. 2. a) Equipment for visual inspection by non-destructive testing; b) Adhesive film with defects.

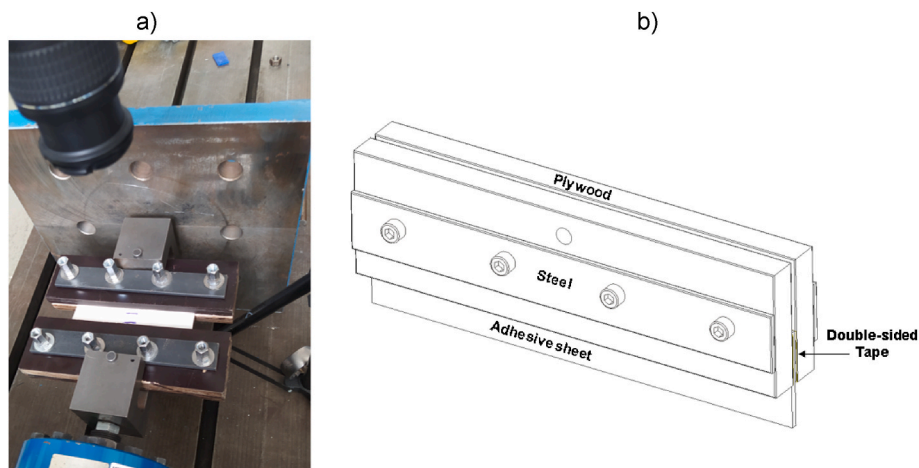


Fig. 3. a) Planar shear test equipment and specimen; b) Planar mounting clamps.

of the models, as the material is assumed to be incompressible.

In order to select the hyperelastic model that best reproduces the mechanical behaviour of the planar test and to determine the most appropriate specimen dimensions to obtain the hyperelastic constants, the curves obtained by simulation were compared with the stress-strain curves obtained in tests using CORA. The Correlation and Correlation Analysis (CORA) method is used in the validation of FEM models. Gehre et al. [36] first proposed the CORA method as an objective comparison technique to assess the level of agreement between two curves. The CORA method consists of four independent procedures to separately assess the size, phase, shape and corridor agreement of the two curves. Each procedure provides a score (ratio) between zero and one, where zero indicates no agreement between the signals and one indicates perfect agreement. This method of curve comparison has been used in many fields, particularly for the validation of non-linear numerical models [37,38].

2.4. Application and validation of hyperelastic models with SLJ specimens

The most common standards describing the production of SLJ specimens are ASTM D1002 and ISO 9664 [39]. This type of test generates only shear stresses and avoids uncontrolled deformation of the adhesive, thus preventing the occurrence of peel stress components. The specimens consist of two 100 mm long x 25 mm wide x 12 mm thick steel

plates bonded together with SikaFlex 252 adhesive, with an overlap length of 25 mm and an adhesive thickness of 3 mm, as shown in Fig. 4 a). All specimens were prepared in a clean and stable environment (temperature 23 ± 3 °C; humidity 50 ± 5 %). The complete bonding process consists of three steps. First, the surfaces of the adhesives were degreased with acetone. Secondly, following the adhesive manufacturer's instructions, a primer was applied to the substrates, being from the same manufacturer as the adhesive, SikaPrimer 206. Finally, 1 h after applying the primer, the adhesive was applied to the substrate. The thickness of the adhesive was precisely adjusted using specific tooling, with a tolerance of 0.1 mm.

The specimens were cured in a controlled room at 23 ± 3 °C and 50 ± 5 % humidity for 15 days. The time of curing was previously established through a series of test on different curing-time SLJ specimens, finding that the stiffness obtained remained stable for periods longer than 15 days. It should be noted that as the adhesive thickness increases the curing time also should be increased. Therefore, following a similar process, the curing time was established in 35 days for the 6 mm thick specimens.

The steel plates are placed in the clamps of the testing machine, fixed by means of bolts and adjusting plates (Fig. 4 b). This rigid embedding ensures that the adhesive works in shear, and peeling stresses are negligible, despite the fact that the specimen is a single overlap specimen. Displacement is applied to the moving clamp at a speed of 10 mm/

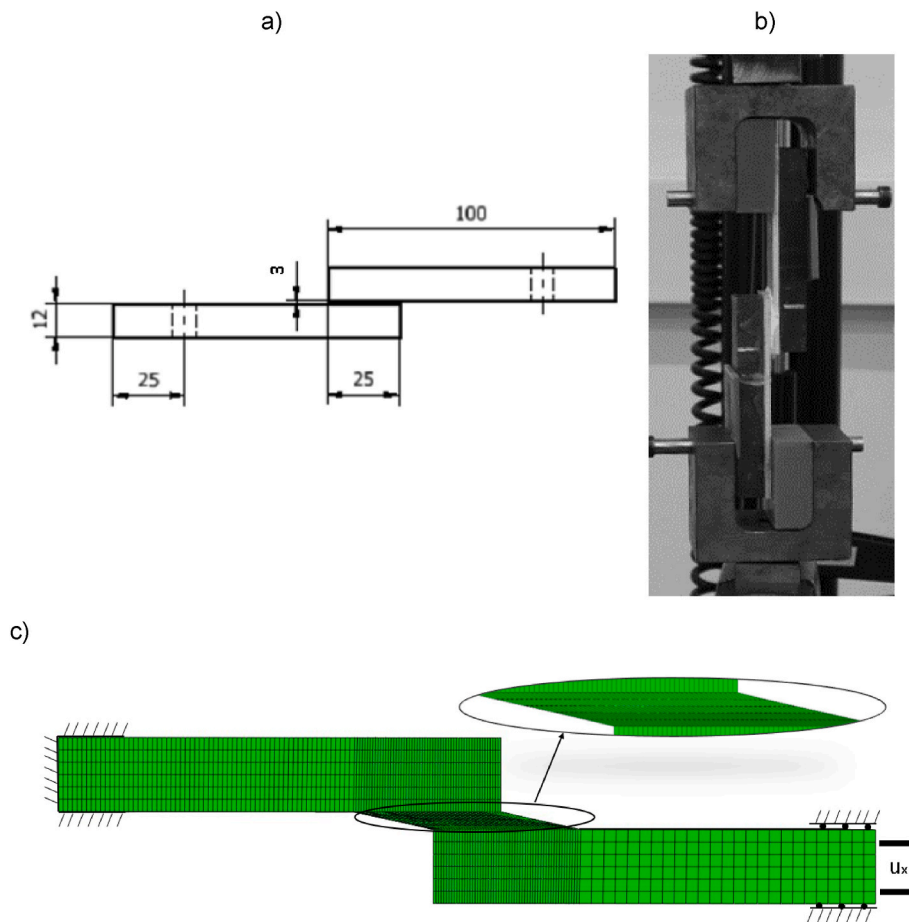


Fig. 4. a) SLJ specimen geometry (dimensions in mm); b) SLJ setup test; c) FE simulation SLJ.

min, according to others works in literature [40]. During the test, the clamp displacement and the force measured by the load cell are recorded, while temperature and humidity are maintained at controlled values ($23 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$; $50 \pm 5 \%$).

In order to select, on the one hand, the optimum width of the planar specimen and, on the other hand, the grade of material that best fits the experimental results, the SLJ specimen with a thickness of 3 mm is modelled. The FEM model of the SLJ test is created in Abaqus. In this model, the results of the different hyperelastic models are compared using the constants obtained in the previous section from the combination of the dumbbell and planar specimens that showed the highest and lowest stiffness. Following a mesh convergence study, the element sizes for the SLJ specimen models were set at 2 mm for the steel plates and 0.6 mm for the adhesive. The element types used were hexahedral quadratic with reduced integration (C3D8RH). The boundary conditions were defined as shown in Fig. 4 c). The left end of the specimen is embedded, while a displacement (u_x) is applied at the right end to reproduce the test conditions.

As part of the validation of the adhesive characterisation, SLJ specimens are tested with three different adhesive thicknesses: 2, 4 and 6 mm, using the same configuration as for the 3 mm specimen. The aim is to evaluate the ability of the fitted model to predict the behaviour of the adhesive from one thickness to reproduce the behaviour of the material for bonds with other adhesive thicknesses.

3. Results and discussion

3.1. Tests with planar specimen

As can be seen from the stress-strain curves shown in Fig. 5, the

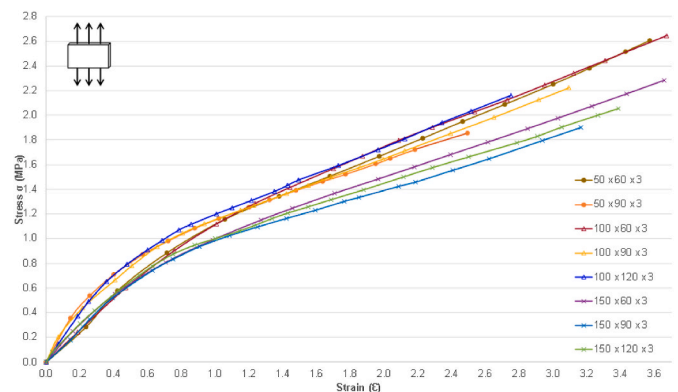


Fig. 5. Pure shear test results for the different dimensions of planar specimens.

stiffness is not significantly affected by the effective length of the specimen for the three widths considered. Nor is the stiffness affected by varying the specimen with a width between 50 and 100 mm. However, at a specimen width of 150 mm, a decrease in stiffness is observed. This is most clearly seen in Fig. 6, in which specimens of length 90 mm and widths 50, 100 and 150 mm are compared. In view of these results, tests were carried out by increasing the width of the specimen above 150 mm, maintaining a total length of 90 mm, obtaining a very similar stiffness to that obtained for the 150 mm specimen (the result for a 200 mm specimen is included in Fig. 6). It therefore appears that for widths greater than 150 mm, the stiffness value obtained is maintained. The same Fig. 6 also shows the results of a specimen of dimensions 150×90 mm and

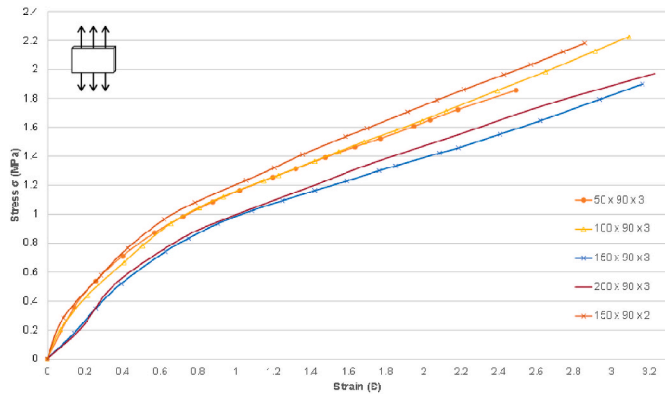


Fig. 6. Pure shear test results for total length 90 mm.

thickness 2 mm. This specimen shows a stress-strain curve of higher stiffness than its 3 mm equivalent.

In conclusion, there is a distinction between two groups of specimens. Specimens with a width of less than 150 mm have a higher stiffness. This may be due to the effect of the free edge of the adhesive film on the stresses, which has a greater weight on the narrow specimens. But once a sufficient width limit has been exceeded to eliminate this influence, increasing the width beyond 150 mm does not lead to a further decrease in stiffness.

On the other hand, the thickness of the adhesive film also influences the stiffness, even more than the width of the specimen. If the film thickness is too thin, the film will be too stiff and may be preventing the deformation in that direction necessary to assume a pure shear case.

After this analysis, it has been deduced that the planar specimen used for the characterisation of the hyperelastic material should be sufficiently wide and thick, and a priori the specimen with dimensions 150 × 90 × 3 mm could be the one selected for the fitting of the models.

However, in order to compare the results obtained in the characterisation and adjustment of the behavioural laws, the experimental data corresponding to the 100 × 120 × 3 mm specimen will also be used in the following section, as a representative of the group of planar specimens with the highest stiffness.

3.2. Model definition and estimation of hyperelastic constants

The curves obtained with the Neo-Hookean, Mooney-Rivlin and Ogden models are shown together with the validation curve in Figs. 7 and 8. At the beginning of the research, other models were also considered but rejected due to inaccurate fit. The analysis of these figures shows that the Ogden model with N = 2 and the Mooney-Rivlin model give the best fit to the experimental results, both for the dumbbell specimen and for the 150 × 90 mm planar configuration (the least

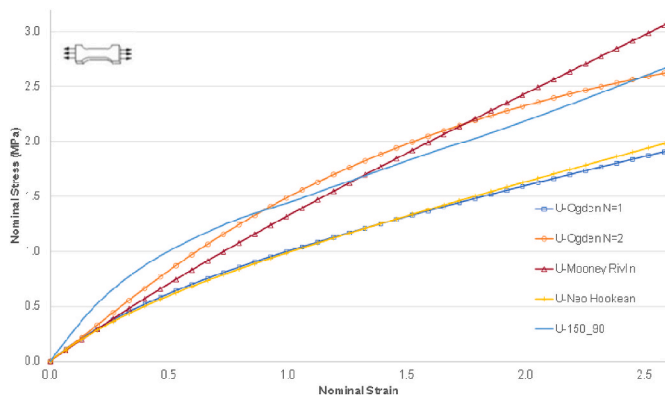


Fig. 7. Uniaxial test results for the considered models (150 × 90 × 3 mm).

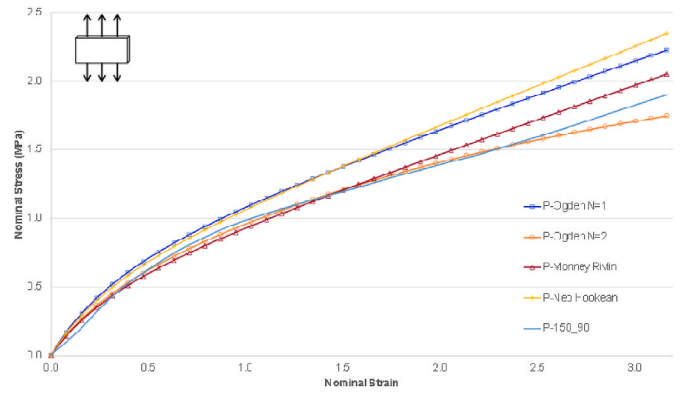


Fig. 8. Planar shear test results for the considered models (150 × 90 × 3 mm).

rigid). As can be seen in Table 2, the comparison of the curves with CORA shows that the hyperelastic model that best reproduces the experimental test is Ogden 2 (ratio = 0.908 for the uniaxial test, ratio = 0.962 for the planar test), followed by Mooney-Rivlin (ratio = 0.844 for the uniaxial test, ratio = 0.914 for the planar test). The hyperelastic constants for both models estimated from the 150 × 90 × 3 mm specimen are given in Table 3 and Table 4. The Ogden N = 1 and Neo-Hookean models deviate the most from the experimental curve, overestimating the stiffness in the uniaxial test and underestimating it in the planar test.

On the other hand, evaluating the curves obtained with the 100 × 120 × 3 mm (the most rigid) planar specimen configuration, the curves shown in Figs. 9 and 10 were obtained. The hyperelastic material model that most accurately matches the test curves is Ogden 2 (ratio = 0.899 for the uniaxial test, ratio = 0.933 for the planar test), followed again by the Mooney-Rivlin model (ratio = 0.811 for the uniaxial test, ratio = 0.836 for the planar test), see Table 5.

Estimated hyperelastic constants for the models from the 100 × 120 × 3 mm planar specimen are given in Tables 6 and 7.

It is worth mentioning that, as a general rule, a value of 0 has been obtained during the fitting process for the parameter related to the compressibility of the material (D₁). That indicates that the estimated material law corresponds to an incompressible material, which would be in line with the literature [41].

3.3. Planar probe selection

Fig. 11 shows the results of simulations for an adhesive thickness of 3 mm, using different material models, compared to the results of the SLJ test (four tests were carried out and showed high repeatability, only one representative test is shown in the graph for clarity). It can be clearly seen that the simulation using as material law the constants obtained for the Ogden model with N = 2 and Mooney-Rivlin from the planar specimen with a width of 100 mm lead to higher stiffness results than the experimental ones.

On the contrary, simulations of the SLJ-3 mm specimen with the laws obtained from the 150 mm wide planar specimen lead to stiffness values much closer to the experimental ones. By using the Ogden N = 2 model as the law of material, an acceptable correlation between the numerical

Table 2

CORA rating for different hyperelastic models fitted with 150 × 90 × 3 mm specimen planar test and uniaxial test with dumbbell specimen.

Model	R-Planar	R-Uniaxial
Ogden N = 1	0.771	0.637
Ogden N = 2	0.962	0.908
Mooney-Rivlin	0.914	0.844
Neo-Hookean	0.758	0.642

Table 3
Ogden N = 2 hyperelastic constants calculated with planar probe of dimensions 150 × 90 × 3 mm.

N	μ	α	D ₁
1	26.1395538	0.333618395	0
2	-25.6260766	0.16447488	0

Table 4
Mooney-Rivlin hyperelastic constants calculated with planar probe of dimensions 150 × 90 × 3 mm.

N	C ₁₀	C ₀₁	D ₁
1	0.508815827	-0.261630636	0

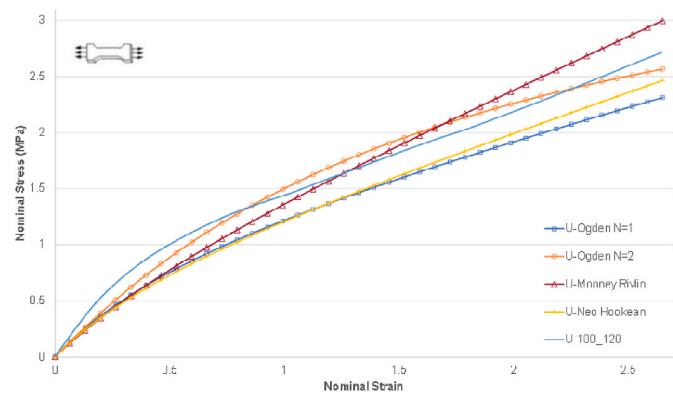


Fig. 9. Uniaxial test results for the considered models (100 × 120 × 3 mm).

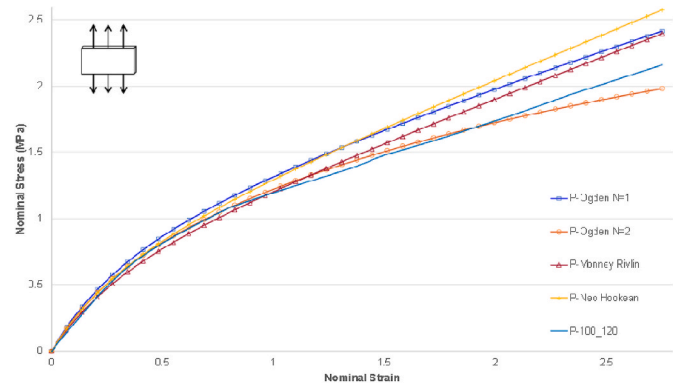


Fig. 10. Planar shear test results for the considered models (100 × 120 × 3 mm).

Table 5
CORA rating for different hyperelastic models fitted with 100 × 120 × 3 mm specimen planar test and uniaxial test with dumbbell specimen.

Model	R-Planar	R-Uniaxial
Ogden N = 1	0.747	0.686
Ogden N = 2	0.933	0.889
Mooney-Rivlin	0.836	0.811
Neo-Hookean	0.732	0.721

and experimental curve can be observed up to deformations of less than 10 mm. However, from this deformation onwards, a decrease in stiffness is observed in the simulation. However, the curves obtained using Mooney-Rivlin as the law of material showed an acceptable correlation with the test.

Table 6
Ogden N = 2 hyperelastic constants calculated with planar probe of dimensions 100 × 120 × 3 mm.

N	μ	α	D ₁
1	4.32821536	0.736498262	0
2	-3.63425316	-0.06451675388	0

Table 7
Mooney-Rivlin hyperelastic constants calculated with planar probe of dimensions 100 × 120 × 3 mm.

N	C ₁₀	C ₀₁	D ₁
1	0.456360914	0.135402423	0

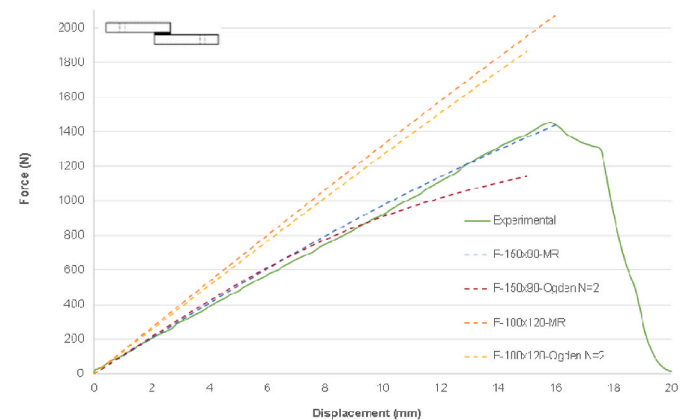


Fig. 11. Experimental and computational results for SLJ-3 mm. Comparison between the different models.

With these results, it can be said that the best material characterisation is obtained using the Mooney-Rivlin model, with the constants adjusted from the planar specimen of dimensions 150 × 90 × 3 mm.

However, the characterisation of the material could not be considered as completed, since the model has only been validated with 3 mm thick adhesive specimens. In the following section, these preliminary conclusions are validated by simulating tests on SLJ specimens of other thicknesses.

3.4. SLJ model validation

The Mooney-Rivlin hyperelastic model fitted from the 150 mm wide planar specimen was then used in FEM models of SLJ specimens with adhesive thicknesses of 2, 4 and 6 mm. The results obtained from the simulation show an acceptable correlation with the experimental results for all three specimen cases.

Looking in more detail at each of the test configurations, it can be seen in Fig. 12 that the slopes of the experimental and numerical curves are very similar in each of them. It can also be seen that the largest differences are close to half of the deformation for the 2 mm and 4 mm thick adhesive specimens.

In order to quantify the differences between the experimental and numerical curves, the relative error between the experimental and numerical curves was integrated over the deformation range in which the failure was not detected in the tests. The error with respect to the test results is shown in Table 8, which shows the average value of the relative error calculated with the different test curves available for each thickness. The largest error observed is 6 % for an adhesive thickness of 2 mm.

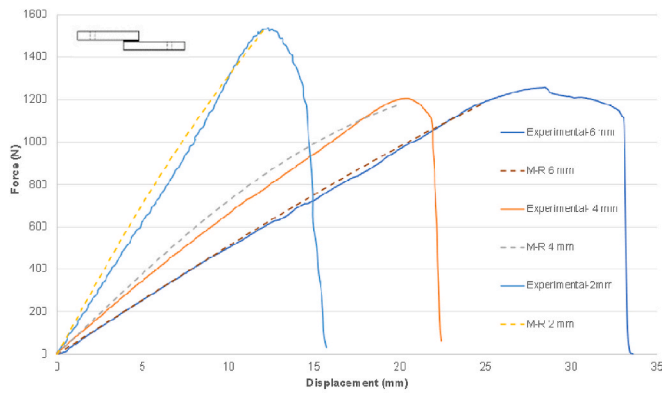


Fig. 12. Experimental results for SLJ-2-4-6 mm and computational result using Mooney-Rivlin (Model M-R).

Table 8
Relative error SLJ specimens.

SLJ	Relative error
2 mm	6 %
3 mm	2.4 %
4 mm	4.8 %
6 mm	2.1 %

4. Conclusions

In view of the results obtained, the objective of selecting and fitting a single hyperelastic model capable of reproducing the mechanical behaviour of a flexible adhesive with acceptable accuracy is considered to have been achieved. Starting from the results of two simple mechanical characterisation tests, uniaxial test and planar test, different hyperelastic models of the adhesive have been adjusted and then used in finite element modes to reproduce other types of tests, the results obtained by each of them have been compared, finally selecting the one that offers a sufficient level of accuracy.

The dimensions of the planar specimen from which the hyperelastic models are fitted have been found to influence the results. The width and thickness of the planar specimen were found to have a decisive influence on the results. And the minimum specimen width from which the data obtained from the pure shear test are considered valid for a good characterisation of the adhesive behaviour law has been determined.

Regarding the different hyperelastic models tested, the Ogden order 2 model and the Mooney-Rivlin model give very close results to the experimental ones when simulating the same specimens and test conditions used to fit the material models. However, when using these hyperelastic models to simulate the SLJ test, only the models fitted from testing planar specimens of sufficient width give acceptable results. The Mooney-Rivlin model is the one that has finally achieved the best fit, which seems to indicate that it is the most suitable to represent the behaviour of these adhesives.

It should be borne in mind, however, that the study was carried out on a single type of flexible polyurethane-based adhesive. In order to generalise the conclusions obtained, it will be necessary to validate the methodology defined in its application to other types of hyperelastic adhesives.

The results of this work will contribute to a better understanding of the behaviour of adhesives in different scenarios and working modes, and to the optimisation of simulation tools that allow the design of joints and the development of more efficient solutions adapted to different conditions of use.

Author statement

F.J. Simón-Portillo: Conceptualization, Methodology, Validation, Investigation, Writing - Original Draft, Writing - Review & Editing.

D. Abellán-López: Validation, Writing - Review & Editing, Methodology.

F. Arán-Ais: Resources, Investigation.

L.F.M. da Silva: Methodology, Supervision.

M. Sánchez-Lozano: Writing - Review & Editing, Supervision, Resources.

Declaration of competing interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Data availability

Data will be made available on request.

References

- [1] J. Liu, T. Kan, J. Lou, L. Xiang, X. Zhu, Y. Tang, Localized damage response of carbon fiber reinforced polymer composite sandwich panel after thermal exposure, *Polym. Test.* 50 (2015), <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2015.12.006>.
- [2] S. Khalili, S.M.R. Khalili, R.E. Farsani, P. Mahajan, Flexural properties of sandwich composite panels with glass laminate aluminum reinforced epoxy facesheets strengthened by SMA wires, *Polym. Test.* 89 (2020), <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2020.106641>.
- [3] T.T.T. Nguyen, T.A. Le, Q.H. Tran, Composite sandwich structures in the marine applications, *Sandw. Compos. Fabr. Charact.* (Jan. 2022) 277–291, <https://doi.org/10.1201/9781003143031-14>.
- [4] D. Gay, *COMPOSITE MATERIALS: Design and Applications*, THIRD EDITION, 2014, <https://doi.org/10.1201/b17106>.
- [5] M.M. Sahib, G. Kovács, S. Szávai, Weight optimization of all-composite sandwich structures for automotive applications, *Lect. Notes Mech. Eng.* (2023) 720–733, https://doi.org/10.1007/978-3-031-15211-5_60.
- [6] A. Tiwary, R. Kumar, J.S. Chohan, A Review on Characteristics of Composite and Advanced Materials Used for Aerospace Applications, 2021, <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.06.276>.
- [7] H. Chen, D. Wang, J. Na, X. Chen, Effect of sealing treatment on mechanical properties of CFRP-Aluminum alloy single lap joints, *Int. J. Adhesion Adhes.* 119 (Dec. 2022), 103236, <https://doi.org/10.1016/J.IJADHADH.2022.103236>.
- [8] X. Xiong, et al., The effect of inclusions embedded in the adhesive on the stress distribution and strength of single-lap adhesive joints: analytical and numerical analysis, *Int. J. Adhesion Adhes.* 118 (Oct. 2022), 103235, <https://doi.org/10.1016/J.IJADHADH.2022.103235>.
- [9] X. Shang, E.A.S. Marques, J.J.M. Machado, R.J.C. Carbas, D. Jiang, L.F.M. da Silva, Review on techniques to improve the strength of adhesive joints with composite adherends, *Composites, Part B* 177 (Nov. 2019), 107363, <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESB.2019.107363>.
- [10] A. Chiminelli, C. Valero, M. Lizaranzu, C.I. López, M. Canales, Modelling of bonded joints with flexible adhesives, *J. Adhes.* 95 (5–7) (Jun. 2019) 369–384, <https://doi.org/10.1080/00218464.2018.1562347>.
- [11] R. M. Guedes, A. Sá, and M. F. S. F. De Moura, “Test Method an experimental and numerical assessment of DCB tests on glass/polyester curved beams cut out from pipes,” *Polym. Test.*, vol. 27, pp. 985–994, doi: 10.1016/j.polymertesting.2008.08.011.
- [12] L.F.M. da Silva, R.D.S.G. Campilho, *Advances in numerical modelling of adhesive joints*, SpringerBriefs Appl. Sci. Technol. (2012) 1–93, https://doi.org/10.1007/978-3-642-23608-2_1/FIGURES/64, 9783642236075.
- [13] C. Amstutz, M. Bürgi, P. Jousset, Characterisation and FE simulation of polyurethane elastic bonded joints under multiaxial loading conditions, *Int. J. Adhesion Adhes.* 83 (Jun. 2018) 103–115, <https://doi.org/10.1016/J.IJADHADH.2018.02.029>.
- [14] B. Schaaf, M. Feldmann, Approach for the simulation of the load-deformation behaviour of hyperelastic bonded joints using strain and strain rate dependent tangent moduli, *Int. J. Adhesion Adhes.* 124 (May 2023), 103395, <https://doi.org/10.1016/J.IJADHADH.2023.103395>.
- [15] M.D. Banea, L.F.M. da Silva, Mechanical characterization of flexible adhesives, *J. Adhes.* 85 (4–5) (2009) 261–285, <https://doi.org/10.1080/00218460902881808>.
- [16] B. Burchardt, *Advances in polyurethane structural adhesives*, *Adv. Struct. Adhes. Bond.* (2010) 35–65, <https://doi.org/10.1533/9781845698058.1.35>.
- [17] G.A. Holzapfel, *Nonlinear Solid Mechanics : a Continuum Approach for Engineering*, Wiley, 2000, p. 455.
- [18] A.F. Bower, *Applied Mechanics of Solids* - Allan F. Bower - Google Libros, CRC press, 2009.

- [19] M. Mooney, A theory of large elastic deformation, *J. Appl. Phys.* 11 (9) (1940) 582–592, <https://doi.org/10.1063/1.1712836>.
- [20] K.K. Dwivedi, P. Lakhani, S. Kumar, N. Kumar, A hyperelastic model to capture the mechanical behaviour and histological aspects of the soft tissues, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 126 (Feb. 2022), 105013, <https://doi.org/10.1016/J.JMBBM.2021.105013>.
- [21] R.W. Ogden, G. Saccomandi, I. Sgura, Fitting hyperelastic models to experimental data, *Comput. Mech.* 34 (6) (Aug. 2004) 484–502, <https://doi.org/10.1007/S00466-004-0593-Y>.
- [22] A.F. Müller, et al., Evaluation of hyperelastic constitutive models applied to airway stents made by a 3D printer, *IFMBE Proc* 83 (2022) 881–889, https://doi.org/10.1007/978-3-030-70601-2_132.
- [23] M.E. Çetin, Fabrication, Characterization and Mechanical Testing of Carbon Fiber Sandwich Composites with Nanoparticle Included Polyurethane Adhesives, vol. 56, Dec. 2021, pp. 589–603, <https://doi.org/10.1177/00219983211058801>, 4.
- [24] H. Gründemann, R.W. Ogden, Non-linear elastic deformations. Ellis horwood ltd. 1984. Chichester, distributors: john wiley & sons ltd., XV, 532 S., £ 35.00. ISBN 0-85 312-273-3, *ZAMM - J. Appl. Math. Mech./Z. Angew. Math. Mech.* 65 (9) (Jan. 1985), <https://doi.org/10.1002/ZAMM.19850650903>, 404–404.
- [25] V. Dias, C. Odenbreit, O. Hechler, F. Scholzen, T. Ben Zineb, Development of a Constitutive Hyperelastic Material Law for Numerical Simulations of Adhesive Steel-Glass Connections Using Structural Silicone, 2013, <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2013.09.043>.
- [26] J. Dispersyn, S. Hertelé, W. De Waele, J. Belis, Assessment of Hyperelastic Material Models for the Application of Adhesive Point-Fixings between Glass and Metal, 2017, <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2017.03.017>.
- [27] Abaqus, Abaqus User Manual 6.14, Abaqus, 2020.
- [28] L.E. Crocker, B.C. Duncan, R.G. Hughes, J.M. Urquhart, Hyperelastic Modelling of Flexible Adhesives, 1999, pp. 1–42. May. (Accessed 15 June 2021).
- [29] D.C. Moreira, L.C.S. Nunes, Comparison of simple and pure shear for an incompressible isotropic hyperelastic material under large deformation, *Polym. Test.* 32 (2) (Apr. 2013) 240–248, [10.1016](https://doi.org/10.1016).
- [30] M. Drass, J. Schneider, S. Kolling, Novel volumetric HELMHOLTZ free energy function accounting for isotropic cavitation at finite strains, *Mater. Des.* 138 (2018) 71–89, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.10.059>.
- [31] Ukovich Walter, Digital Imaging Techniques in Experimental Stress Analysis, Optical engineering, 2019.
- [32] H. Schreier, J.J. Orteu, M.A. Sutton, Image correlation for shape, motion and deformation measurements: basic concepts, theory and applications, *Image Correl. Shape, Motion Deform. Meas. Basic Concepts, Theory Appl.* (2009) 1–321, [10.1007/978-0-387-78747-3](https://doi.org/10.1007/978-0-387-78747-3).
- [33] Tracker video analysis and modeling tool for physics education. <https://physlets.org/tracker/>. (Accessed 26 July 2023).
- [34] A. Dorfmann, K.N.G. Fuller, R.W. Ogden, Shear, compressive and dilatational response of rubberlike solids subject to cavitation damage, *Int. J. Solid Struct.* 39 (7) (Apr. 2002) 1845–1861, [https://doi.org/10.1016/S0020-7683\(02\)00008-2](https://doi.org/10.1016/S0020-7683(02)00008-2).
- [35] B Duncan, L. Crocker, “Characterisation of Flexible Adhesives for Design”, doi: 10.47120/npl.mgpg45..
- [36] C. Gehre, H. Gades, P. Wernicke, Objective rating of signals using test and simulation responses, in: *Processing of 21st International Technical Conference on the Enhanced Safety of Vehicles Conference (ESV)*, 2009, pp. 15–18.
- [37] S. Barbat, Y. Fu, Z. Zhan, C. Gehre, Objective rating metric for dynamic systems, *Enhanc. Saf. Veh.* (2013) 1–10.
- [38] D. Abellán-López, M. Sánchez-Lozano, L. Martínez-Sáez, Frontal Crashworthiness Characterisation of a Vehicle Segment Using Curve Comparison Metrics, 2018, <https://doi.org/10.1016/j.aap.2018.04.017>.
- [39] R.K. Behera, S.K. Parida, R.R. Das, Effect of using fibre reinforced epoxy adhesive on the strength of the adhesively bonded Single Lap Joints, *Composites, Part B* 248 (Jan. 2023), 110358, <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESB.2022.110358>.
- [40] P. Galvez, J. Abenojar, M.A. Martinez, Durability of Steel-CFRP Structural Adhesive Joints with Polyurethane Adhesives, 2018, <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.11.097>.
- [41] Ali, A Review of constitutive models for rubber-like materials, *Am. J. Eng. Appl. Sci.* 3 (1) (Jan. 2010) 232–239, <https://doi.org/10.3844/AJEASSP.2010.232.239>.



Shahid Chamran
University of Ahvaz

Journal of Applied and Computational Mechanics



Research Paper

Mechanical Characterisation and Comparison of Hyperelastic Adhesives: Modelling and Experimental Validation

Francisco J. Simon Portillo¹, Óscar Cuadrado Sempere², Eduardo A.S. Marques³,
Miguel Sánchez Lozano⁴, Lucas F.M. da Silva⁵

¹ Department of Mechanical and Energy Engineering, Universidad Miguel Hernández, Elche, 03202, Spain, Email: f.simon@umh.es

² Department of Mechanical and Energy Engineering, Universidad Miguel Hernández, Elche, 03202, Spain, Email: ocuadrado@umh.es

³ Department of Mechanical and Energy Engineering, Universidad Miguel Hernández, Elche, 03202, Spain, Email: msanchez@umh.es

⁴ Institute of Science and Innovation in Mechanical and Industrial Engineering (INEGI), Porto, 4200-465, Portugal, Email: emarques@inegi.up.pt

⁵ Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, University of Porto, Porto, 4200-465, Portugal, Email: lucas@fe.up.pt

Received September 07 2021; Revised November 04 2021; Accepted for publication November 20 2021.

Corresponding author: M. Sánchez Lozano (msanchez@umh.es)

© 2022 Published by Shahid Chamran University of Ahvaz

Abstract. This work focuses on the mechanical characterisation of adhesives with hyperelastic behaviour, and on the determination of the behavioural laws that best represent them, in order to be able to introduce them into simulation models. There are virtually no references to the characterisation of these materials in the literature, so it has been decided to use the methodologies commonly employed with other hyperelastic materials, such as rubber, whose behaviour is similar to that of highly flexible adhesives. Firstly, a test plan is carried out on simple specimens, uniaxial and planar configurations, designed to measure the non-linear behaviour of the adhesives in both tension and shear. Subsequently, using finite element models of the tested specimens, different behavioural laws from those usually used for the representation of hyperelastic materials are tested. Based on the experimental results, the parameters of the different laws proposed are adjusted, and the results are compared. In conclusion, it has been determined that the Mooney-Rivlin model is the one that allows the best fit, and therefore may be the most suitable to represent the behaviour of hyperelastic adhesives. For the adhesive used in this work, the obtained law has been validated by comparing the results of tests on single lap adhesive joint (SLJ) specimens with the results predicted by the simulation.

Keywords: Flexible adhesive, Hyperelastic models, Mechanical characterisation, Finite element analysis.

1. Introduction

In recent years, the use of composite materials has become widespread in a wide range of applications, with a particularly marked increase in the aerospace and automotive industries. This is due to the excellent stiffness-to-weight and strength-to-weight ratios of these materials. Highly flexible structural adhesives in particular are increasingly being used in engineering [1]. They are predominantly used where considerable expansion and contraction are expected at the joint, in the case of materials with different coefficients of thermal expansion (CTE), in joints between different metals, fibre-reinforced plastics, or glass panels, or where a highly flexible bond is required [2]. Hyperelastic adhesives also offer good sealing properties when tolerances and gaps are high. They also have advantages such as the ability to withstand impact, high vibration, and safety, which are critical values in the automotive industry. Finally, a safety advantage of hyperelastic adhesives over rigid adhesives is that they prevent sudden failure, as they have a high resistance to tear propagation, allowing damaged joints to be identified and repaired before complete rupture.

The adhesives used in this research behave in a similar way to rubber and other elastomers, they show elastic behaviour in the large deformation range, showing a non-linear relationship between load and deformation [3], but maintaining their capacity for a total recovery of the deformation when the stress ceases. It is for this reason that its modelling as a hyperelastic material is proposed, which we will see in detail in the following sections.

The extended area of use of these adhesives requires an extensive and detailed testing methodology to certify the behaviour and reliability of the joints. Different appropriate methodologies have been proposed to experimentally analyse the hyperelastic behaviour of flexible adhesives [4-7]. However, there are very few studies dedicated to the analytical modelling of flexible bonds [8-9]. Almost all existing bond models have been developed for rigid adhesives [10].



The Finite Element Method (FEM) is currently the usual calculation procedure in structural mechanics and solid mechanics in general. The aim is always to reduce the time required for the project or for placing the product on the market. When this tool was not available, it was necessary to manufacture prototypes, test them and make improvements iteratively, which entailed a high cost, both financially and in terms of development time. Most of the analyses carried out are still based on the solution of static linear problems, where the value of the load does not vary as a function of time and there is a linear relationship between force and deformation (Hooke's Law) [11], which require the determination of few properties to characterise the behaviour of the material. Nevertheless, there is a growing development of numerical tools that allow an accurate prediction of the different behaviours and failure scenarios that can occur in complex composite materials. However, the modelling of non-linear or time- and strain rate-dependent behaviour, which is now possible thanks to the advance of these calculation capabilities, requires a much more complex characterisation, using the most appropriate techniques for each material. This is the case for flexible adhesives, which tend to have a viscous hyperelastic behaviour, which, in many cases, has not been sufficiently studied.

The first objective of this research is to analyse the behaviour and performance of different hyperelastic adhesives currently used on the industrial level, using the manufacture and testing of Halterio and Single Lap Shear (SLJ) specimens [7]. Based on the results obtained in the tests, the adhesive with the best performance is selected, and its hyperelastic behaviour is characterised, to subsequently undertake its numerical modelling. For this modelling, different hyperelastic constitutive models were first studied, which a priori could be valid to reproduce the mechanical behaviour of the flexible adhesive. Characterisation tests have been carried out on different specimens, subjected to uniaxial tension and pure shear, using specific test geometries taken from standards and previous works [12-13]. From the data of these tests and with the help of finite element programmes, the parameters of the different hyperelastic models have been adjusted, finally selecting those with which a better adjustment has been achieved by simulation of the stress-strain relationships extracted in the tests. Once the hyperelastic model has been adjusted, it should be possible to use it to simulate the behaviour of different joint configurations. To corroborate this, and to validate the selected material model, SLJ joints with different adhesive thicknesses have been computationally modelled, comparing the results with those obtained experimentally by testing specimens with the same configurations.

2. Hyperelastic Models and Methodology for Adjustment and Selection

The behaviour of hyperelastic materials is usually characterised using the strain energy density function [14]. This function acts as a potential of the stresses, unlike an elastic material, where there is a function that can directly relate the stresses to the strains in a linear fashion.

Elastic:

$$\sigma = F(\epsilon) \quad (1)$$

Hyperelastic:

$$\sigma = \frac{\partial W}{\partial \epsilon} \quad (2)$$

where ϵ is a dimensional strain of a solid and W (sometimes written as U) is the strain energy density or stored energy function defined per unit volume.

In order to characterise the mechanical behaviour of materials with hyperelastic behaviour, many theoretical models have been developed (Mooney-Rivlin, Ogden, Yeoh, etc.), obtained from the study of simple geometries and stresses (uniaxial compression, uniaxial tension, shear, etc.) [15].

The implementation of such models would be very complex without the help of finite element programmes, which have become a fundamental tool to determine in each case the most appropriate material model to reproduce the behaviour, and to help in the identification of the parameters. Among the large number of models proposed, this work focuses on those most commonly implemented by commercial finite element programs.

2.1 Common hyperelastic models

There is a considerable amount of literature on the modelling of materials with hyperelastic behaviour. The choice of model depends on the application, the relevant variables, and the data available to determine the material parameters. In order to achieve good results, the validity of the possible models should be studied, and the simplest model that can provide sufficient accuracy should be selected.

An efficient hyperelastic model can be explained by four main qualities [16]:

- It must be able to reproduce the full S-shaped response of the rubber exactly.
- The change of deformation modes should not be problematic, i.e. if the model works in uniaxial tension, it should also be accurate in shear or equibiaxial tension.
- The number of fit material parameters should be small, in order to reduce the number of experimental tests for their determination.
- The mathematical formulation must be simple so that the numerical performance of the model is feasible.

Rivlin proposed [17], that the strain energy density function (W) could be expressed as a polynomial of:

The main elongations

$$W = W(\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3) \quad (3)$$

Deformation invariants

$$W = W(I_1, I_2, I_3) \quad (4)$$

where:



$$\lambda = \frac{L}{L_0} \quad (5)$$

where λ is principal elongation (the ratio of the length of the deformed element (L) to the initial length (L_0) for each of the principal directions)[18].

Deformation invariants:

$$I_1 = (\lambda_1)^2 + (\lambda_2)^2 + (\lambda_3)^2 \quad (6)$$

$$I_2 = (\lambda_1 \cdot \lambda_2)^2 + (\lambda_2 \cdot \lambda_3)^2 + (\lambda_3 \cdot \lambda_1)^2 \quad (7)$$

$$I_3 = (\lambda_1 \cdot \lambda_2 \cdot \lambda_3)^2 \quad (8)$$

For incompressible materials [19]: $I_3 = 1$.

If the material can be assumed to be incompressible, as is often the case with rubbers, the volumetric terms are neglected. However, this requires that the Poisson's ratio is close to 0.5 at low stresses, which is the property of the adhesives used in this research.

Starting from the proposition made by Rivlin, the deformation energy density function shown below was arrived at [17]:

$$W = \sum_{i+j=1}^N c_{ij} \cdot (I_1 - 3)^i \cdot (I_2 - 3)^j + \sum_{i=1}^N \frac{1}{D_i} \cdot (J^c - 1 - R)^{2i} \quad (9)$$

where:

W : Strain energy density function.

N : A positive determining the number of terms in the strain energy function ($N = 1,2,3$).

c_{ij} : Are empirically determined material constants.

I_1, I_2 : First and second deformation invariants.

J : Elastic volume ratio.

D_i : Coefficient defining the compressibility of the material.

R : Coefficient defining the volumetric expansion with temperature change.

The Rivlin expression given above is somewhat complex to apply, and successive researchers have developed particular cases of this expression, which have subsequently been implemented in the various finite element programmes.

Two types of models of hyperelastic materials are available in the Abaqus programme (one of the most widely used in this field of application) and each model defines the strain energy function in a different way [20-21]. One is phenomenological models that treat the problem from the perspective of continuum mechanics and characterise the stress-strain behaviour without reference to the microscopic structure. Another is physically motivated models that consider the material response from the perspective of microstructure. A brief review of the phenomenological hyperelastic models available in Abaqus, and used during this study, is given below.

Mooney-Rivlin model

It is a phenomenological model based on the deformation invariants and has as its general expression [22]:

$$W = \sum_{i+j=1}^N c_{ij} \cdot (I_1 - 3)^i \cdot (I_2 - 3)^j \quad (10)$$

Other models have been derived from this model, such as Neo-Hookean, James-Green-Simpson, Signorini, Yeoh, Peng, Peng-Landel.

Neo-Hookean model

This model is a special case of the Mooney-Rivlin form with $c_{01} = 0$ and can be used when material data is insufficient. It is easy to use and can make a good approximation at relatively small deformations.

$$W = c_{10}(I_1 - 3) \quad (11)$$

where c_{10} is a material constant and I_1 first deformation invariant.

Polynomial model

This strain energy function model is commonly used in modelling the stress-strain behaviour of elastomers, with four or five terms. The polynomial model represented in equation is in the compressible form, based on the invariants $I_1 - I_2$ of the Cauchy-Green deviatoric tensor [14], making W become:

$$W = \sum_{i=1}^N c_{ij} \cdot (I_1 - 3)^i \cdot (I_2 - 3)^j + \sum_{i=1}^N \frac{1}{D_i} \cdot (J_{el} - 3)^{2i} \quad (13)$$

J_{el} : Elastic volume Ratio.

I_1, I_2 : First and second deformation invariant.



c_{ij} : Describes the shearing behaviour of the material.

D_i : Determines compressibility, zero for totally incompressible materials.

N : Determines the number of terms in the strain energy function ($N = 1,2,3$).

Yeoh model

Yeoh [23] developed a new phenomenological model based on cubic invariants and proposed the following form as the deformation energy density equation:

$$W = c_{10}(I_1 - 3) + c_{20}(I_1 - 3)^2 + c_{30}(I_1 - 3)^3 \quad (13)$$

where c_{10} , c_{20} and c_{30} are material constant and I_1 first deformation invariant.

This model has the characteristic that the shear modulus varies with deformation and only depends on the first deformation invariant. Yeoh established the cubic equation to predict the stress-strain behaviour in different deformation modes, but especially in parts with high shear influence such as a tyre.

Ogden model

It is a model [24] based on the principal deformations, its general expression being:

$$W = \sum_{n=1}^N \frac{\mu_n}{\alpha_n} \cdot (\lambda_1^{\alpha_n} + \lambda_2^{\alpha_n} + \lambda_3^{\alpha_n} - 3) \quad (14)$$

where α_n and μ_n are empirically determined material constants and the second term represents volumetric changes.

These models make the following assumptions: the material behaviour is elastic, the material behaviour is isotropic, the material is incompressible, the simulation will include non-linear geometrical effects[25].

Research carried out by various authors yields the following conclusions [16]:

- The Ogden model requires more computational time as it is an exponential function.
- The determination of the values of the Mooney-Rivlin constants from experimental tests is easier than the Ogden constants.
- The potential strain energy equation of the Mooney-Rivlin model is considered the most widely used constitutive law in the stress analysis of elastomers.

2.2 Model fitting based on tests

Equation (9) shows the typical equation for hyperelastic models according to which the behaviour is determined, on the one hand by the principal invariants, and, on the other hand, by the volumetric properties. The deviatoric properties are determined from experimental test data under various stress states. To define the input requirements of the models, several tests are required. Before defining the types of tests that will allow the most accurate model fitting, different sources of information have been consulted. On many occasions, these were publications related to the characterisation of rubbers [26], as we have already mentioned, the adhesives used in this research behave in a similar way to rubber. The manuals of the finite element programmes normally suggest that the most accurate way to determine the hyperelastic coefficients is to estimate them from a combination of two or three of the following tests: uniaxial tension, planar tension and equibiaxial tension tests. In this study, we decided to use the combination of the planar and uniaxial test for the adjustment.

Uniaxial stress

A very common experiment on materials with hyperelastic behaviour. The most important requirement is that the length of the sample must be greater than the width and thickness. The aim is to create an experiment where there are no lateral restrictions for sample thinning [26].

Principal deformations:

$$\lambda_1 = \frac{L}{L_0}; \lambda_2 = \lambda_3 = \frac{1}{\sqrt{\lambda}} \quad (15)$$

where λ_j ($j = 1,2,3$) is the principal stretch ratio. Also A and L , respectively, mean the cross-sectional area and length of a specimen.

Principal stresses:

$$\sigma_1 = \sigma = \frac{P}{A_0}; \sigma_3 = \sigma_2 = 0 \quad (16)$$

where P is the load and σ_j ($j = 1,2,3$) is the axial stress.

The most common specimen geometry for this type of test and material with hyperelastic behaviour is the shape of a dumbbell or dog bone, defined in the standard ISO 37:2005 [27] (Fig. 1).

In this study, adhesive sheets of dimensions 200 x 130 with a thickness of 3 mm were created to produce the specimens. After 7 days of curing, dog bone shaped specimens were made from the sheet with suitable punching tools.

As very low forces were expected, due to the cross-section of the specimen and the low adhesive strength compared to other materials, a load cell with 1000 N full scale was used, using a universal testing machine (Fig. 2), with a test speed of 500 mm/min. Strain data were extracted using the DIC technique, according to the standard.



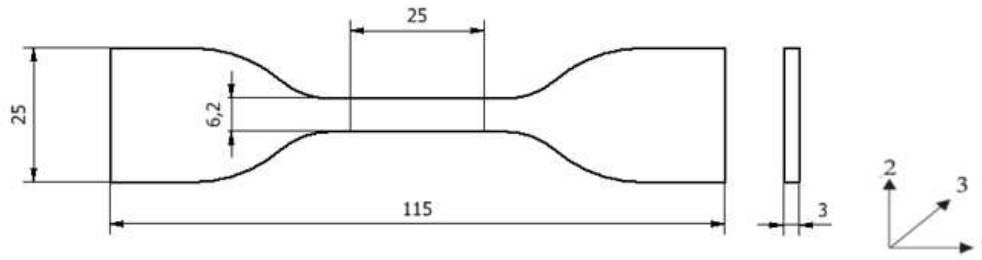


Fig. 1. Uniaxial tension specimen.

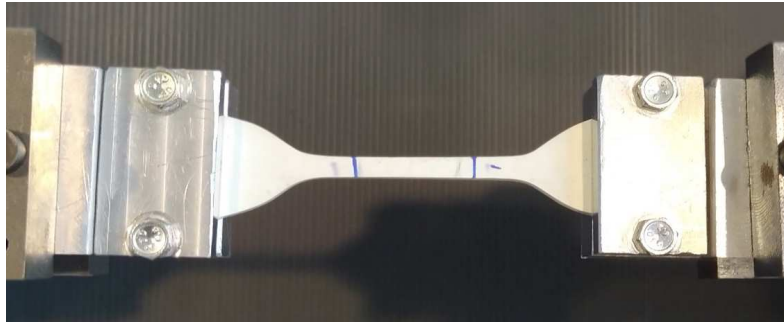


Fig. 2. Uniaxial tensile test.

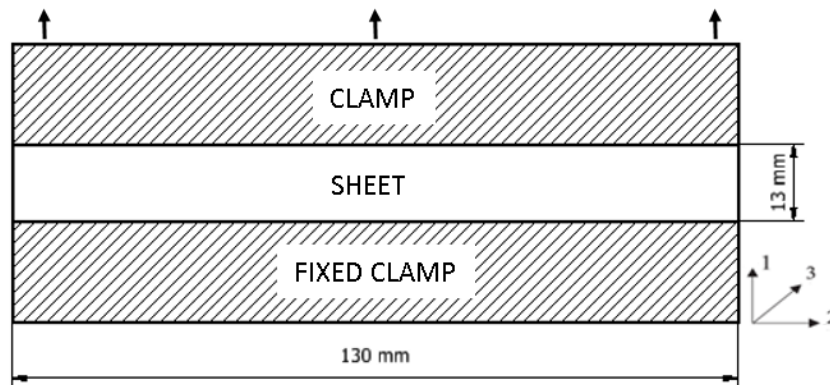


Fig. 3. Planar specimen.

Planar tension

The pure shear test is applied on several occasions to characterise the stress-strain, strength and fatigue properties of soft materials. It consists of a thin rectangular sheet that is clamped along its long edges to prevent lateral shrinkage (in direction 2) while stretched in the direction of its short edges (direction 1). The sheet can shrink freely in its thickness dimension (direction 3), to achieve homogeneity, and the width of the specimen should be greater than the height. The test piece is shown schematically in Fig. 2, and some examples can be found in the literature [25], [28]. The important feature of the pure shear test is that, unlike the uniaxial test described above (dog bone), no lateral deformations are induced, providing pure shear.

The states of deformation and stress are determined as follows:

Principal deformations:

$$\lambda_1 = \lambda; \lambda_2 = 1; \lambda_3 = \frac{1}{\lambda} \quad (17)$$

Principal stresses:

$$\sigma_1 = \sigma; \sigma_2 = 0; \sigma_3 = 0 \quad (18)$$

The dimensions of the effective tested area of the specimen in the planar test were 130 x 13 x 3 mm (Fig. 3). The specimens were obtained by cutting a previously cured sheet, in the same way as the dog bone specimens. In this case, the experiments were carried out at a deformation rate of 100 mm/min. Deformation data were also extracted using DIC [29], in addition to being able to detect possible debonding, or slippage, at the adhesive-metal interfaces (Fig. 4).



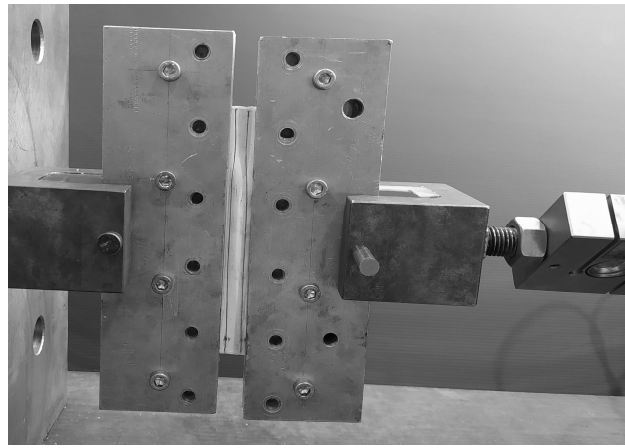


Fig. 4. Machine mounted planar tensile test.

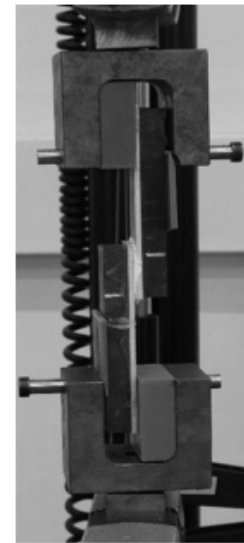
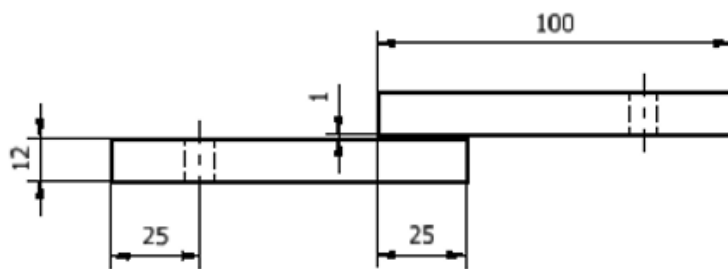


Fig. 5. SLJ specimen geometry (dimensions in mm).

2.3 Fitting of the material models. Estimation of hyperelastic constants

For the comparison between the different applicable models, and the estimation of the corresponding hyperelastic constants, the adjustment utility for these materials offered by the Abaqus software has been used. This material curve fitting utility allows the user to compare different hyperelastic material models, using data from uniaxial and planar tests. The input data to the programme are the nominal stress-nominal strain curves, from which the programme estimates the constants of the different possible models.

Of the various hyperelastic material models available, which can reproduce material behaviour at various levels of complexity, the material models initially considered were: Mooney-Rivlin, Neo-Hookean, Ogden ($N = 1$ and $N = 2$), Polynomial ($N = 2$). It should be noted that, in this case, the compressibility constants D_{ij} are zero for any of the models, as it is assumed to be an incompressible material.

The stress-strain curves obtained from simulation using each model are compared with the experimental ones. And the best fitting models are selected.

2.4 Validation and material model selection

The models of the hyperelastic material obtained, and the set of parameters adjusted experimentally with the help of Abaqus, have to be validated. To this end, it is proposed to test their performance in the simulation of standardised joint configurations. The simulation of tests of SLJ specimens with adhesive thicknesses of 1 and 3 mm is considered, comparing these with the experimental results obtained in the specimen tests using the same configuration and boundary conditions, as shown in Fig. 5. In this way, the best fitting model can be finally selected and, if necessary, fine tuning of the hyperelastic constants can be considered.

Despite recent developments, shear testing of materials using SLJ specimens is still the most widely used method, due to the performance and simplicity of fabrication. For the fabrication of these specimens, two key points must be taken into account: the alignment of the substrates and the control of the uniform thickness over the entire overlap surface. In order to carry out and guarantee a correct fabrication of these specimens, the use of forming tools is used. The most common standards describing the method are: ASTM D1002[30] and ISO 9664 [31]. In this research, it is intended that only shear stresses are produced, which are distributed evenly along with the adhesive layer. To achieve this, the joints have been manufactured in steel with dimensions of 100 x 25 x 10 mm, with an overlap length of 25 mm and adhesive thickness of 1 mm, as shown in Fig.5. With this geometry and material, no uncontrolled deformations occur in the adhesives during the test, avoiding the appearance of unwanted peeling stress components in the adhesive.



For the quasi-static simulation, as well as in the previous section, the commercial finite element software Abaqus has again been used. Quadratic hexahedral elements with reduced integration were used, in order to reduce the mesh density without affecting the accuracy of the solution (Fig. 6). A mesh convergence study was performed, comparing the results obtained with progressively finer mesh densities in the bonding area, until no significant differences were found in the final results using a higher mesh density than the one selected.

The force-displacement response was analysed up to a displacement range of 6 mm for the 1 mm thick specimen, and up to 12 mm for the 3 mm thick specimen. Non-linearities due to material law and large displacements were taken into account, but considering only the moments prior to the onset of failure. As fracture is not studied at this stage of the work, mesh refinement in the stress concentration zones was not considered necessary. For the non-linear calculation, the displacement range was divided into 900 steps. The convergence tolerances of the solver for the residuals were maintained at the default values offered by Abaqus, calculated respectively as 0.5% of the average forces and 1% of the displacement increment.

3. Experimental Development and Results

3.1 Adhesive selection

Four adhesives from different manufacturers are available, from which the one with the best performance will be selected to develop the following phases of this research work. The desired performance of these adhesives, in joints applied in the automotive field, is as follows:

- High elasticity.
- Low viscosity, thus avoiding heating of the adhesive in cyclic loading situations.
- Cohesive failure

The adhesives considered for the first part of this research are three one-component polyurethanes (PUR): SikaFlex 252, Korapur 140 and Bostik PU 2639 and another one based on silane-modified polymers (SMP) Teroson MS 939 (manufactured by Henkel), all designed to manufacture highly flexible seals. These products cure on reaction with moisture, forming high-performance elastomers. Depending on the adhesive, and according to the manufacturer's specifications, an adhesion promoter, in most cases, primer, is applied as part of the formulation.

To assess each adhesive with respect to these three points, two types of tests were performed: dog bone shaped specimens, based on ISO 37:2005[21] (Fig. 2), and SLJ joints (Fig. 5). The results are shown in Table 1 and Fig. 7.

In this first part of the research, 5 samples of each adhesive were tested using an Instron universal testing machine. The tests were carried out at constant speed, controlling the displacement at a rate of 5 mm/min for the SLJ specimen and 500 mm/min for the dog bone specimen.

Different types of failure (cohesive and adhesive) were observed, depending on the adhesive. The joints made with Bostick PU 2639 and Teroson MS 939 adhesive showed adhesive failure. Both have been discarded for this reason for the subsequent fitting of the hyperelastic model, as the model could not be validated until the elastic limit of the material was reached, due to the fact that the adhesive failure was reached earlier. Furthermore, it should be noted that Bostick PU 2639 adhesive has a high viscosity, which is also why it could not be considered a suitable material for cyclic loading resistance.

On the contrary, both SikaFlex 252 and Korapur 140 adhesive showed the desired type of cohesive bonding failure. Although Korapur 140 adhesive has a higher breaking strength, it has a significantly higher stiffness than SikaFlex 252. For this reason, SikaFlex 252 adhesive was finally selected for the next phases of the study, as the elasticity of the material is a key point in the selection of the adhesive, as mentioned above.

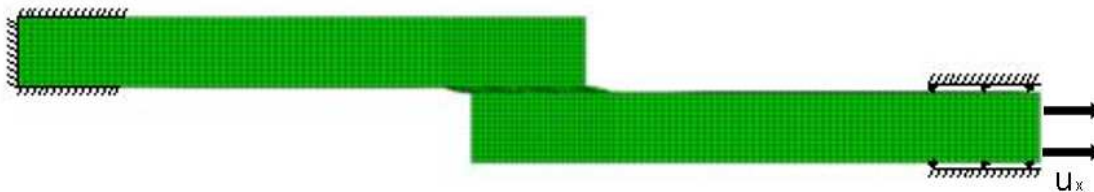


Fig. 6. FE simulation of SLJ specimen using Abaqus.

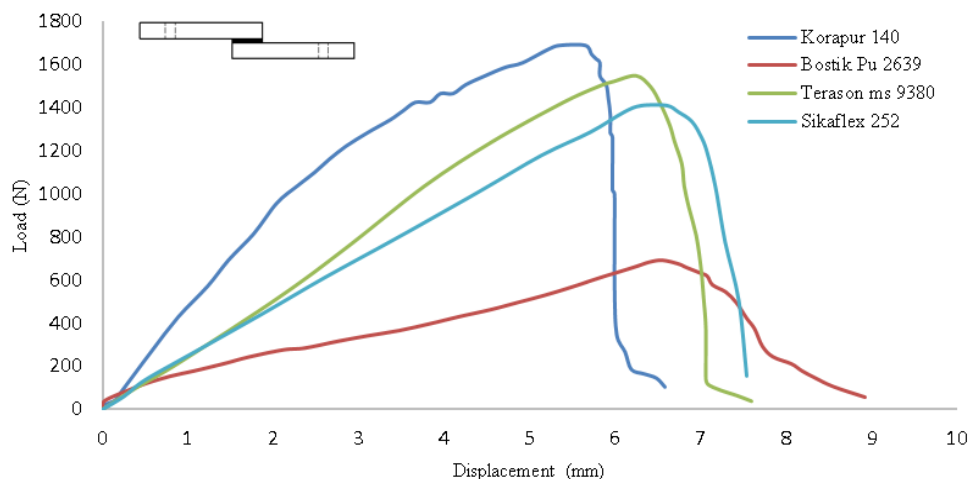


Fig. 7. Experimental result from SLJ tests using different adhesives.



Table 1. Mechanical properties obtained for different adhesives.

Adhesive	Tensile strength (ISO 37) MPa	Shear strength (SLJ) MPa	Elongation at tear (ISO 37)%	100 % Young module (ISO 37) MPa
Sika Flex 252	3.13 (±0.23)	2.46(±0.3)	480(±47.96)	1.17(±0.047)
Korapur 140	3.18(±0.08)	2.7(±0.09)	381(±23.29)	1.81(±0.02)
Bostik Pu 2639	1.07(±0.03)	1.06(±0.12)	975(±27.1)	0.4(±0.01)
Terason ms 939	2.36(±0.23)	2.42(±0.24)	350(±8.6)	1.22(±0.13)

3.2 Model definition and estimation of hyperelastic constants

Figs. 8 and 9 show the stress-strain curves obtained respectively in the uniaxial tensile and planar tests, and compare them with those obtained for the same tests using the different material models automatically adjusted by the programme. The aim is to find a hyperelastic model that gives a good correlation between model and test for both types of test simultaneously.

Analysing the curves obtained in the low deformation zone, several of the models considered could be considered as a good option for predicting the experimental behaviour of the adhesive, both in the uniaxial tension and the planar test. On the other hand, for large deformations, a large dispersion is observed between the results obtained with the different models. The models with the best acceptable correlation over the whole deformation range are the following:

- The material model that appears to offer the most balanced fit for both test types, and over the entire strain range, is the Ogden model of order 2.
- The proposed Mooney-Rivlin model shows a much better correlation with the uniaxial tensile test results in the large strain range. Nevertheless, it shows an excessively high stiffness in the planar test simulation.

These material models will be the ones selected a priori to validate, in the following section, their behaviour in shear.

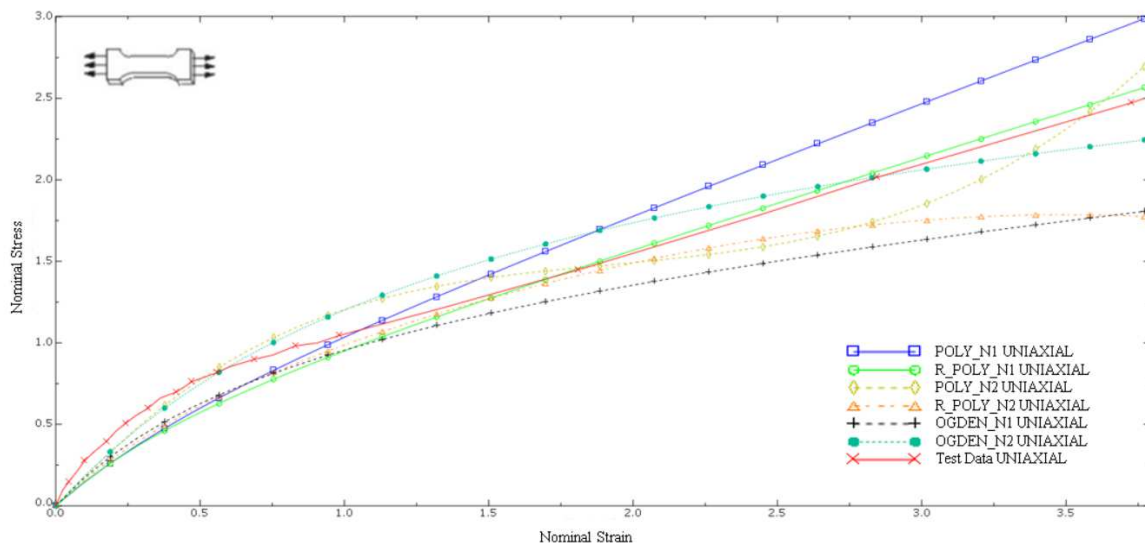


Fig. 8. Uniaxial test curves obtained for SikaFlex 252, using different behaviour laws.

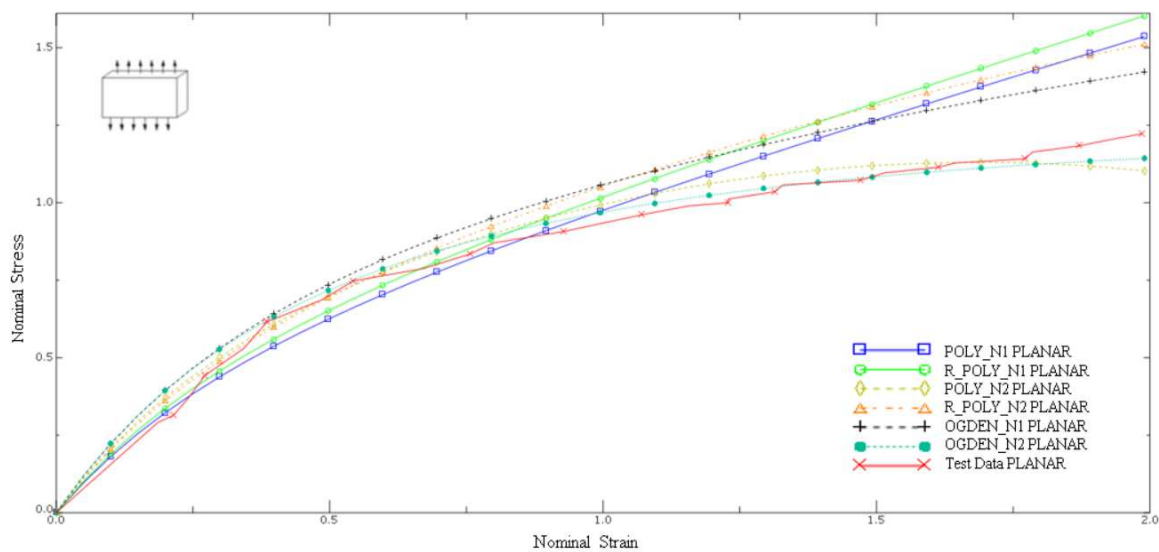


Fig. 9. Planar test curves obtained for SikaFlex 252, using different behaviour laws.



3.3 Validation through SLJ tests and final model selection

Next, the validation of the models of the a priori selected hyperelastic materials is addressed, following the methodology detailed in section 2.

Firstly, the Ogden $N=2$ model is used, with the adjusted constants shown in Table 2. Fig. 10 shows an acceptable correlation of results between simulation and test for the case of the specimen with 3 mm thick adhesive. But the model does not give good results in the simulation of the SLJ specimen with 1 mm thick adhesive (Fig. 11). Better results are obtained for the 1 mm thick when simulating the Ogden $N=1$ model, with the parameters adjusted for it in the previous section and shown in Table 3. However, the results obtained for the 3 mm thickness are vastly different from the experimental ones.

In view of these results, the objective of selecting and fitting a single hyperelastic model capable of reproducing the behaviour of end-joints with different configurations and thicknesses with acceptable accuracy, could not be considered to have been achieved. On the contrary, the results obtained with the Ogden model of orders 1 and 2 would corroborate the opinions of several authors regarding the need to perform characterisation tests with the same thickness of adhesive to be used in the final joints, as the only way to obtain a reliable adjustment of the material model, whose validity is thus restricted to the simulation of a very narrow range of possible joints.

An attempt was then made to validate the Mooney-Rivlin model fitted in the previous section, which offered a good correlation only in the simulation of the uniaxial tensile test. The first results showed that the model offered curves with shapes close to the experimental ones for both adhesive thicknesses, although not sufficiently accurate. After a slight iterative modification, the Mooney-Rivlin constants were set to the values shown in Table 4, with which a very good correlation was finally obtained for both SLJ tests, as shown in Figs. 10 and 11.

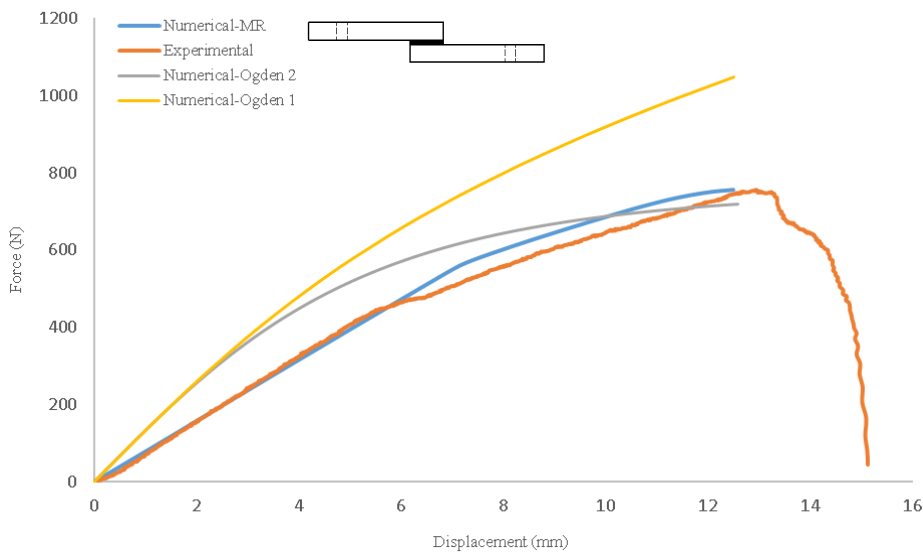


Fig. 10. Experimental and computational results for SLJ-3 mm of SikaFlex 252. Comparison between Ogden $N=2$, Ogden $N=1$ and Mooney Rivlin models.

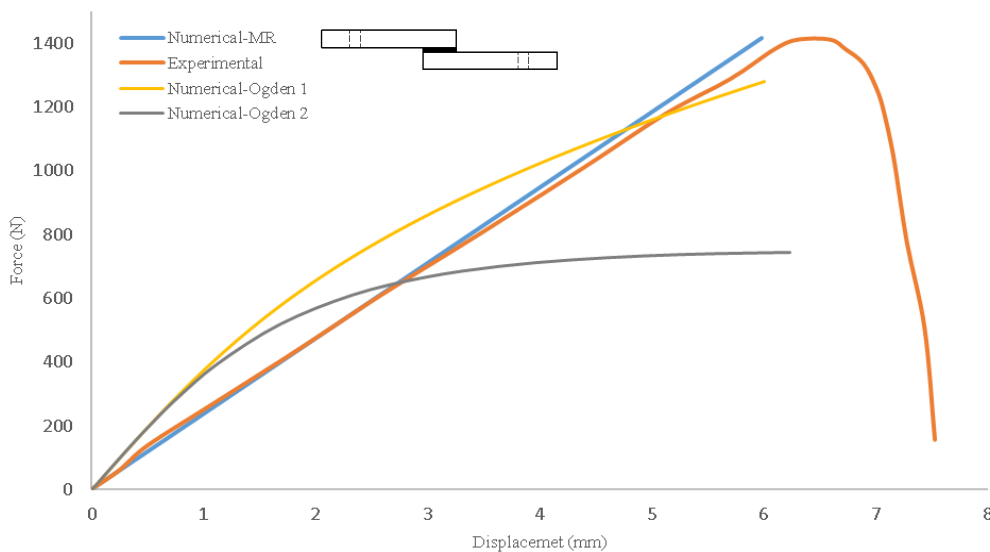


Fig. 11. Experimental and computational results for SLJ-1 mm of SikaFlex 252. Comparison between Ogden $N=2$, Ogden $N=1$ and Mooney Rivlin models.



Table 2. Ogden $N=2$ hyperelastic constants for SikaFlex 252.

N	μ	α	D_1
1	1.32493862	1.19452984	0
2	-0.677801657	-1.35713429	0

Table 3. Ogden $N=1$ hyperelastic constants for SikaFlex 252.

N	μ	α	D_1
1	0.641945321	1.49567371	0

Table 4. Mooney-Rivlin hyperelastic constants for SikaFlex 252.

N	c_{10}	c_{01}	D_1
1	0.24159316	-0.05185012	0

Table 5. Relative error obtained with the different models for the SikaFlex 252 SLJ joints.

Model	Relative error (SLJ 1mm)	Relative error (SLJ 3mm)
Ogden $N=2$	75 %	18 %
Ogden $N=1$	13 %	43 %
Mooney Rivlin	2.6 %	4.2 %

Finally, in order to quantify the differences between the performances observed for the different material models, the relative error between the experimental curve and the one obtained with each model, has been integrated over the whole measurement range. The results are shown in Table 5.

4. Conclusions

In this study, a methodology has been defined to characterise high flexibility adhesives. After a preliminary experimental study of different adhesives, the best performing one was selected as representative for further characterisation. Uniaxial tensile and pure shear tests (planar test) were then used to characterise the material. From there, simulation was used to fit the constants of different theoretical models of hyperelastic material, in order to select those that offered the best fit. Subsequently, to validate the performance offered by these models, specimens working in shear (SLJ) were simulated, and the following conclusions were reached:

- The Ogden model of order 2, which was selected a priori as the best, has given a good correlation in SLJ tests with adhesive thicknesses of 3 mm (the same thickness used in the characterisation tests in the previous phase). However, it does not provide valid results at lower thicknesses.
- The best results have been obtained with a Mooney-Rivlin model, starting from the one that had given good results in the characterisation of the uniaxial tensile test, after a small iterative modification of the parameters.
- These results show that it is possible to obtain a single hyperelastic material behaviour law, valid to represent the behaviour of different configurations and thicknesses of highly flexible adhesive. However, in the process of selecting and fitting the material model and its constants, the validity of the adhesive material characterisation tests used in this study, and in particular the planar test as defined here, is called into question.

As future lines of research, it is proposed precisely to define the appropriate characterisation tests, specifically defined for this type of hyperelastic adhesives, which will allow a more precise adjustment of the behavioural law.

Author Contributions

F.J. Simón: Methodology, Software, Writing - Original Draft; O. Cuadrado: Validation, Resources; E.A.S. Marques: Methodology, Software; M. Sánchez: Formal analysis, Writing - Review and Editing, Methodology; L.F.M da Silva: Supervision and Methodology. All authors discussed the results, reviewed, and approved the final version of the manuscript.

Acknowledgement

Not applicable.

Conflict of Interest

The authors declared no potential conflicts of interest concerning the research, authorship, and publication of this article.

Funding

The authors received no financial support for the research, authorship, and publication of this article.

Data Availability Statements

The datasets generated and/or analyzed during the current study are available from the corresponding author on reasonable request.

References


- [1] P. J. Winkler, *Materials for transportation technology*, Wiley, p. 372, 2000.
- [2] B. Burchardt, *Advances in polyurethane structural adhesives*, in: *Adv. Struct. Adhes. Bond.*, Woodhead Publishing, pp. 35–65, 2010.





- [3] R. P. Campion, *Engineering with Rubber: How to Design Rubber Components*, Hanser, p. 434, 2001.
- [4] A. L. Loureiro, L. F. M. Da Silva, C. Sato, and M. A. V. Figueiredo, Comparison of the mechanical behaviour between stiff and flexible adhesive joints for the automotive industry, *J. Adhes.*, 86(7), 2010, 765–787.
- [5] M. D. Banea and L. F. M. Da Silva, Adhesively bonded joints in composite materials: An overview, *Proc. Inst. Mech. Eng. Pt. L J. Mat. Des. Appl.*, 223(1), 2009, 1–18.
- [6] J. Mauricea, J. Y. Cognard, R. Creac'Hcade, P. Davies, L. Sohier, and S. Mahdi, Characterization and modelling of the 3D elastic-plastic behaviour of an adhesively bonded joint under monotonic tension/compression-shear loads: Influence of three cure cycles, *J. Adhes. Sci. Technol.*, 27(2), 2013, 165–181.
- [7] I. Lubowiecka, M. Rodríguez, E. Rodríguez, and D. Martínez, Experimentation, material modelling and simulation of bonded joints with a flexible adhesive, *Int. J. Adhes. Adhes.*, 37, 2012, 56–64.
- [8] O. Hesebeck and A. Wulf, Hyperelastic constitutive modeling with exponential decay and application to a viscoelastic adhesive, *Int. J. Solids Struct.*, 141–142, 2018, 60–72.
- [9] V. Dias, C. Odenbreit, O. Hechler, F. Scholzen, and T. Ben Zineb, Development of a constitutive hyperelastic material law for numerical simulations of adhesive steel-glass connections using structural silicone, *Int. J. Adhes. Adhes.*, 48, 2014, 194–209.
- [10] R. D. S. G. Campilho, M. D. Banea, J. A. B. P. Neto, and L. F. M. Da Silva, Modelling adhesive joints with cohesive zone models: Effect of the cohesive law shape of the adhesive layer, *Int. J. Adhes. Adhes.*, 44, 2013, 48–56.
- [11] P. Boulanger and M. Hayes, *Finite-Amplitude Waves in Mooney-Rivlin and Hadamard Materials*, in *Topics in Finite Elasticity*, Springer, Vienna, 2001.
- [12] M. Sasso, G. Palmieri, G. Chiappini, and D. Amodio, Characterization of hyperelastic rubber-like materials by biaxial and uniaxial stretching tests based on optical methods, *Polym. Test.*, 27(8), 2008, 995–1004.
- [13] Y. Xia, Y. Dong, Y. Xia, and W. Li, A novel planar tension test of rubber for evaluating the prediction ability of the modified eight-chain model under moderate finite deformation, *Rubber Chem. Technol.*, 78(5), 2005, 879–892.
- [14] A. Aidy, M. Hosseini, and B. B. Sahari, A Review of Constitutive Models for Rubber-Like Materials, *Am. J. Eng. Appl. Sci.*, 3(1), 2010, 232–239.
- [15] A. K. Bazkiaei, K. H. Shirazi, and M. Shishesaz, A framework for model base hyper-elastic material simulation, *J. Rubber Res.*, 23(4), 2020, 287–299.
- [16] G. Chagnon, G. Marckmann, and E. Verron, A comparison of the Hart-Smith model with Arruda-Boyce and Gent formulations for rubber elasticity, *Rubber Chem. Technol.*, 77(4), 2004, 724–735.
- [17] R. S. Rivlin, Large elastic deformations of isotropic materials IV. further developments of the general theory, *Philos. Trans. R. Soc. London. Ser. A, Math. Phys. Sci.*, 241(835), 1948, 379–397.
- [18] M. C. Boyce and E. M. Arruda, Constitutive models of rubber elasticity: A review, *Rubber Chem. Technol.*, 73(3), 2000, 504–523.
- [19] İ. D. Külçü, A hyperelastic constitutive model for rubber-like materials, *Arch. Appl. Mech.*, 90(3), 2020, 615–622.
- [20] *Abaqus Analysis User's Manual*, Abaqus 6.12.
- [21] D. J. Charlton, J. Yang, and K. K. Teh, Review of methods to characterize rubber elastic behavior for use in finite element analysis, *Rubber Chem. Technol.*, 67(3), 1994, 481–503.
- [22] M. Mooney, A theory of large elastic deformation, *J. Appl. Phys.*, 11(9), 1940, 582–592.
- [23] O. H. Yeoh, Some forms of the strain energy function for rubber, *Rubber Chem. Technol.*, 66(5), 1993, 754–771.
- [24] R. W. Ogden, Large deformation isotropic elasticity – on the correlation of theory and experiment for incompressible rubberlike solids, *Proc. R. Soc. London. A. Math. Phys. Sci.*, 326(1567), 1972, 565–584.
- [25] L. E. Crocker, B. C. Duncan, R. G. Hughes, and J. M. Urquhart, *Hyperelastic Modelling of Flexible Adhesives*, 1999, 1–42.
- [26] B. Kim et al., A comparison among Neo-Hookean model, Mooney-Rivlin model, and Ogden model for Chloroprene rubber, *Int. J. Precis. Eng. Manuf.*, 13(5), 2012, 759–764.
- [27] ISO 37:2011 - *Rubber, vulcanized or thermoplastic — Determination of tensile stress-strain properties*, 2011.
- [28] D. Moreira, L. N.-P. Testing, *Comparison of simple and pure shear for an incompressible isotropic hyperelastic material under large deformation*, Elsevier, 2013.
- [29] M. Shahzad, A. Kamran, M. Z. Siddiqui, and M. Farhan, Mechanical characterization and FE modelling of a hyperelastic material, *Mater. Res.*, 18(5), 2015, 918–924.
- [30] ASTM D1002-01., Standard Test Method for Apparent Shear Strength of Single-Lap-Joint Adhesively Bonded Metal Specimens by Tension Loading (Metal-to-Metal).
- [31] UNE EN ISO 9664:1996 ADHESIVES. TEST METHODS FOR FATIGUE PROPERTIES OF STRUCTURAL ADHESIVES IN TENSILE SHEAR.


ORCID iD

Francisco J. Simon Portillo  <https://orcid.org/0000-0003-1954-6743>

Óscar Cuadrado Sempere  <https://orcid.org/0000-0002-4376-5033>

Eduardo A.S. Marques  <https://orcid.org/0000-0002-2750-8184>

Miguel Sánchez Lozano  <https://orcid.org/0000-0002-7520-8522>

Lucas F.M. da Silva  <https://orcid.org/0000-0003-3272-4591>



© 2022 Shahid Chamran University of Ahvaz, Ahvaz, Iran. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International (CC BY-NC 4.0 license) (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/>).

How to cite this article: Simon Portillo F.J., Cuadrado Sempere Ó., Marques E., Sánchez Lozano M., da Silva L.F.M. Mechanical Characterization and Comparison of Hyperelastic Adhesives: Modelling and Experimental Validation, *J. Appl. Comput. Mech.*, 8(1), 2022, 359–369. <https://doi.org/10.22055/JACM.2021.38119.3242>

Publisher's Note Shahid Chamran University of Ahvaz remains neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.



Experimental Validation of the Characterisation of Highly Flexible Adhesives Using Multiple Specimen Configurations

**F. J. Simón-Portillo, O. Cuadrado, E. A. S. Marques, M. Sánchez-Lozano,
and Lucas F. M. da Silva**

Abstract The mechanical characterisation of adhesives with hyperelastic behaviour is complex task and the accuracy of these material modes should be validated in joints subjected to different types of stress. In a previous work by the authors, the hyperelastic behaviour laws of the adhesive were determined and validated by means of the Single Lap Joint (SLJ) test. As a result, it was determined that the Mooney Rivlin model provides the best fit for the adhesive behaviour. The current work expands upon this by first carrying out an experimental analysis of the behaviour of the adhesive under cleavage loads, using the Double Cantilever Beam (DCB) specimen configuration and then assessing the behaviour of the adhesive under tension using a T specimen configuration. In both cases, the response of the adhesive two different adhesive thickness values are analysed. The second part focuses on the validation of the Mooney Rivling behavioural law that has been previously proposed, assessing its effectiveness under tensile and tearing stresses. Finite element models are then developed and compared with the experimental results obtained in the first part.

F. J. Simón-Portillo (✉) · O. Cuadrado · M. Sánchez-Lozano
Department of Mechanical and Energy Engineering, Miguel Hernandez University, 03202 Elche,
Spain
e-mail: f.simon@umh.es

O. Cuadrado
e-mail: o.cuadrado@umh.es

M. Sánchez-Lozano
e-mail: msanchez@umh.es

E. A. S. Marques
Institute of Science and Innovation in Mechanical and Industrial Engineering (INEGI), Rua Dr.
Roberto Frias, 4200-465 Porto, Portugal
e-mail: emarques@inegi.up.pt

L. F. M. da Silva
Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, University of Porto, 4200-465
Porto, Portugal
e-mail: lucas@fe.up.pt

Keywords Finite Element · Hyperelastic Models · Traction · Peel · Polyurethane

1 Introduction

The use of adhesives has grown substantially in various industrial fields, especially in the marine, aerospace and automotive sectors (Cavezza et al. 2020; Amstutz et al. 2018; Lu et al. 2014). The increasing need for lightweight structures has led industries to adopt larger amounts of composite materials, seeking to develop more efficient products through the exploitation of their optimal specific mechanical properties of composites (Mazlan et al. 2022; Pathak and Dhakate 2022). Although composites have many important advantages, traditional joining techniques, such as bolted joints, often involve operations such as drilling that may cause damage to these materials. Thus, the use of adhesives is preferred for composite structures (da Silva and Campilho 2015). Adhesive bonding also allows for a more uniform stress distribution in the bondline and, may also prevent corrosion of substrates due to its inherent sealing properties. In recent years, highly flexible structural adhesives have reached the market and have also gained importance. These adhesives behave similarly to rubber and other elastomers and are able to undergo large changes in shape without any permanent deformation or damage, making them ideal for applications requiring flexibility and strength (Loureiro et al. 2010; Banea and Da Silva 2009; Lubowiecka et al. 2012). The characterization of the mechanical properties of highly flexible adhesives is still relatively unexplored, especially under different types of stresses (Domingues et al. 2015; Galvez et al. 2017).

Although adhesives are primarily designed to resist shear forces, mechanical components often face different conditions and loading modes during their lifetime. Therefore, it is essential to carry out studies of the performance of adhesive bonds under different conditions (Da Silva et al. 2012; Banea and Da Silva 2009). In this work, joints subjected to tearing and tensile stresses are analysed in order to understand their behaviour under these stresses.

In order to ensure that adhesive joints can perform satisfactorily in structural applications, it is essential to model and optimise the joint performance. The use of finite element modelling (FEM) is a powerful tool at the disposal of the bonded joint designer. However, even highly advanced models are unable to accurate and reliable results without precise material characterisation data (Narayana Naik 2019; Campilho 2013). This is especially true for highly flexible adhesives, with non-linear elastic behaviour in the large strain range that can only be successfully described through hyperelastic material constitutive models (Hesebeck and Wulf 2018; Holzapfel 2000; Kim et al. 2012; Chiminelli et al. 2019). Such models account for the large deformation levels reached by these adhesives before failure. The fitting of the hyperelastic model and the validation of the model using SLJ specimens of different adhesive thicknesses was carried out by the authors in a previous work, pending publication. In this work, the Mooney Rivlin model was found to be the best fit for determining the behavioural law of this type of adhesive, fitted only using

the results of two simple mechanical characterisation tests of the adhesive. With the adjusted constants, the simulation of the behaviour of the adhesive under different loading conditions should also be achieved, being this the main objective that drives this work.

The first part of this research consists of an experimental study on the mechanical behaviour of the adhesive, with an analysis of how the adhesive thickness influences the cleavage and tensile behaviour (Banea et al. 2014). Firstly, specimens with adhesive thicknesses of 2, 3, 4 and 6 mm were tested using the double cantilever beam (DCB) configuration, providing a cleavage type of loading. Subsequently, tensile tests were carried out using T-shaped specimens with 4 and 6 mm thick adhesive layers.

Finally, in order to validate the material model under generic tensile and cleavage loads, finite element models of the joints were developed, using the behavioural law fitted in the aforementioned previous investigations and then validated against experimental data.

2 Materials and Methods

The adhesive considered for this research is a single-component polyurethane (PUR) adhesive, Sikaflex 252, designed for use in highly flexible joints. This type of adhesive cures by reacting with moisture, forming a high performance elastomer (Kordová et al. 2022).

As mentioned in the previous section, two types of specimens are used in this research. These are described in the following paragraphs.

- Traction

The joints were manufactured with an adhesive surface measuring 50×50 mm. To ensure a precise alignment between the two adhesives and to be able to properly control the thickness of the adhesive, a special 3D printed tooling has been designed, as shown in Fig. 1. Aluminium is used as an adherend, with a modulus of elasticity of 70 GPa.

- Cleavage

The specimen used for the cleavage test was manufactured using the DCB configuration, with a width of 25 mm and a length of 100 mm. The details of this configuration are shown in Fig. 2. These joints were manufactured following some of the guidelines set out in ASTM D3433. The adherends were made of steel, with a Young's modulus of 200 GPa.

In this study, the aim is to ensure that almost all of the deformation takes place within the adhesive layer. Therefore, adhesives that are sufficiently rigid to avoid their deformation have been designed in both configurations.

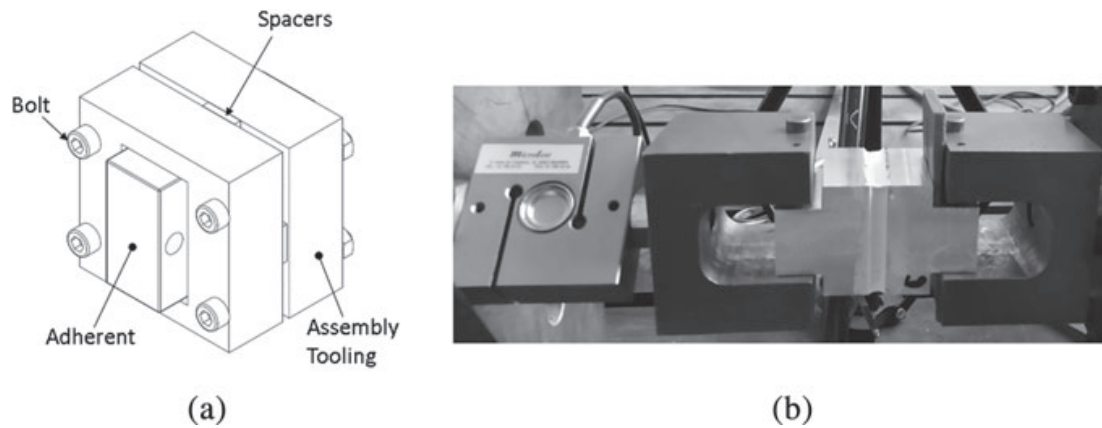


Fig. 1 Tensile joint fabrication tooling (a), test equipment (b)

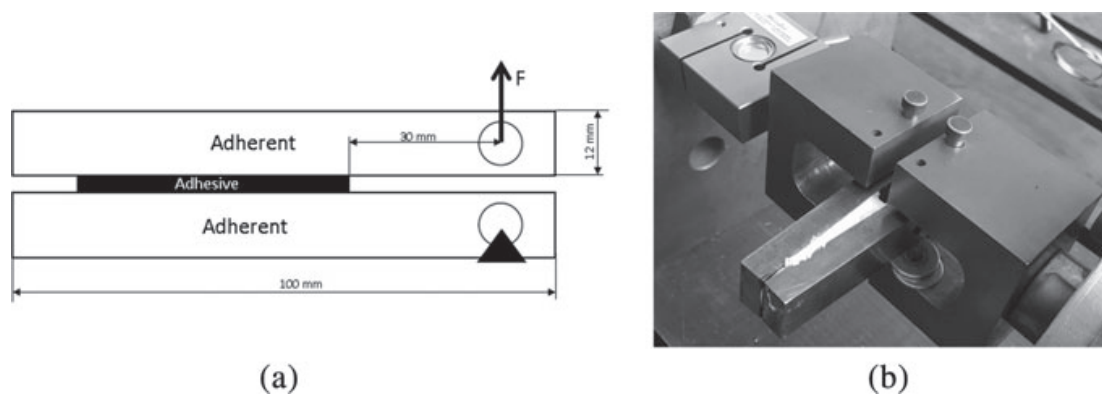


Fig. 2 Tear test tube (DCB) (a), test equipment (b)

To control the thickness of the adhesive, calibrated spacers coated with a release agent were used. To ensure a good level of adhesion and following the adhesive manufacturer's specifications, an adhesion promoter, in this case Sika Primer 206, was applied to both the steel and aluminium specimens. All tests were carried out under laboratory conditions (temperature of 23 °C and relative humidity 70%) using a testing machine equipped with a 20 kN load cell, with a controlled displacement rate of 10 mm/min.

3 Results and Experimental Discussion

In this section, the results of the quasi-static tests carried out are presented and analysed. Cleavage tests were carried out using double cantilever beam (DCB) specimens with adhesive layer thicknesses of 2, 3, 4 and 6 mm. Tensile tests were also carried out using the T-probe configuration, with adhesive thicknesses of 4 and 6 mm. Following the conclusion of the tests, cohesive failure was observed in all cases, indicating the successful selection of the surface treatment.

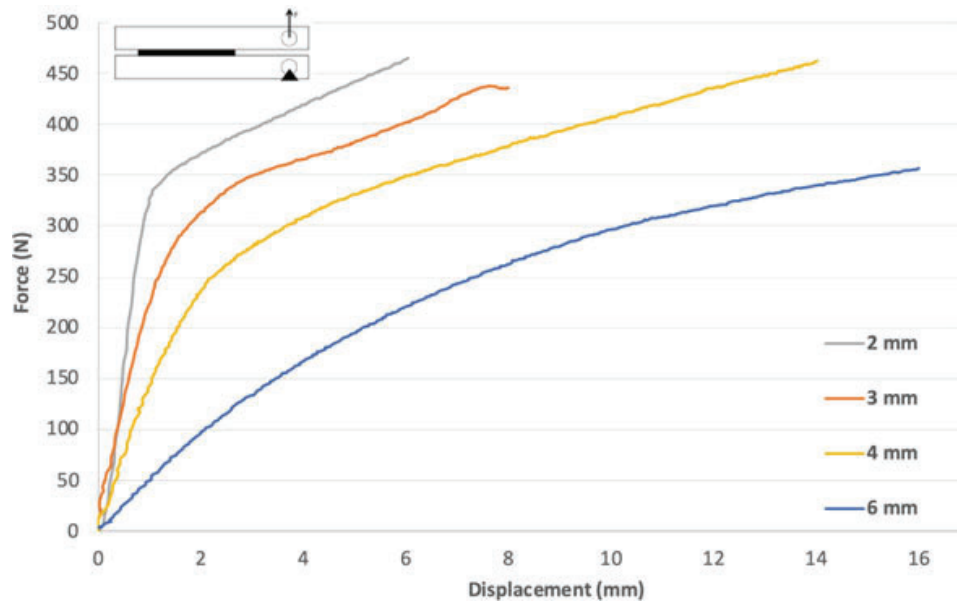


Fig. 3 Experimental results for DCB specimens with bondline thicknesses of 2, 3, 4 and 6 mm of SikaFlex 252

Figure 3 shows the force–displacement curves for the DCB tests, as function of the adhesive thickness. It can be seen that as the adhesive thickness decreases, the slope of the curves increases, indicating that the bond stiffness increases progressively. For the DCB specimen configuration and adhesive thicknesses of 2.3 and 4 mm, it can be seen that the load increased almost linearly with displacement in the initial phase, before reaching its strength limit and leading to failure of the adhesive layer.

Figure 4 shows the force–displacement curves corresponding to the tensile tests conducted with 4 and 6 mm adhesive thicknesses. In this case, it is also observed that as the adhesive thickness decreases, the slope of the curves slightly increases. In this type of joint, the level of stress required to initiate adhesive fracture is similar for both thicknesses. However, there is a difference since, for the 6 mm thick adhesive layer, fracture occurs with at a larger displacement, compared to the thinner adhesive.

In summary, the results obtained from the tear tests are shown in Table 1, and the results from the tensile tests in Table 2. This table gives the values of the maximum loads and displacements at the instants before fracture occurred in the adhesive, thus providing an overview of the experimental results obtained in the tests.

4 Comparison Between Experimental and Numerical Results

To obtain the constants of the hyperelastic models of order 1 and 2, stress–strain curves in two different loading configurations are first required (Crocker et al. 1999; Moreira and Nunes 2013). A uniaxial tensile test with halter specimens and a planar test, also known as “pure shear”, have been chosen. It is highly recommended to

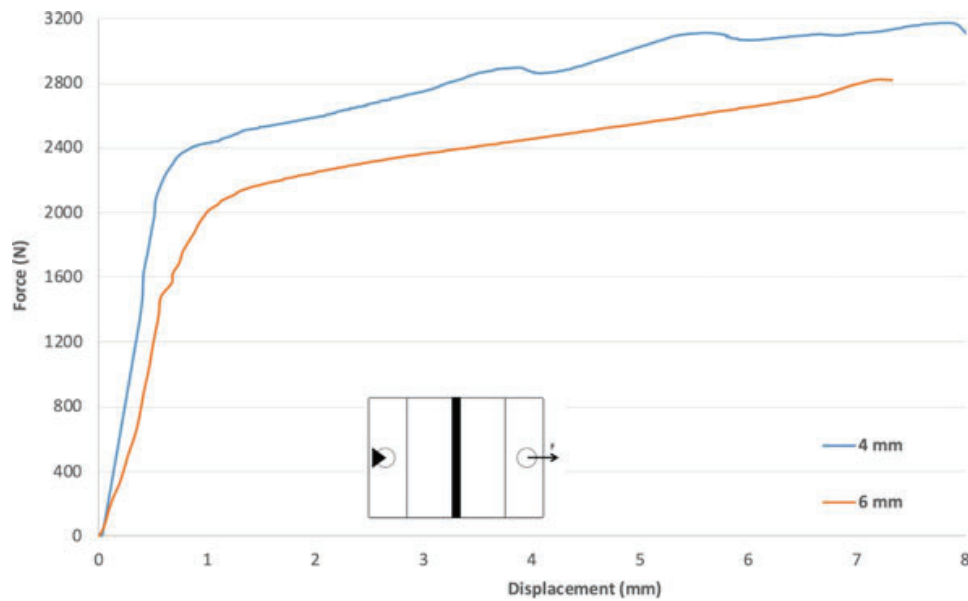


Fig. 4 Experimental results for tensile joints with thicknesses of 4 and 6 mm of SikaFlex 252

Table 1 Results for experimental DCB tests

DCB	Force max (N)	Displacement (mm)
2 mm	330	0.46
3 mm	275	1.8
4 mm	250	2.1
6 mm	150	3.5

Table 2 Results for experimental T-tensile tests

T	Force max (N)	Displacement (mm)
4 mm	2380	0.8
6 mm	2015	1

include the latter test in the characterisation of hyperelastic materials so that the shear behaviour of the material can be taken into account. The material models considered were: Neo-Hookean, Mooney-Rivlin (polynomial $N = 1$) and Ogden ($N = 1$ and $N = 2$) (Crocker et al. 1999; Duncan and Crocker 2001). It should be noted that, in this case, the compressibility constants are zero for any of the models, since it is assumed that this is an incompressible material. As mentioned above, the hyperelastic model has been adjusted and validated in previous investigations, pending publication.

As an example, Fig. 5 shows the validation results using the SLJ specimen with an adhesive thickness of 3 mm. This initial validation provides evidence of the model's ability to accurately represent adhesive behaviour in this bond configuration.

As part of the validation of the adhesive characterisation, modelling of DCB specimens with the geometries described in point 2 was carried out, using adhesive thicknesses of 4 and 6 mm. This modelling process aims to evaluate the accuracy

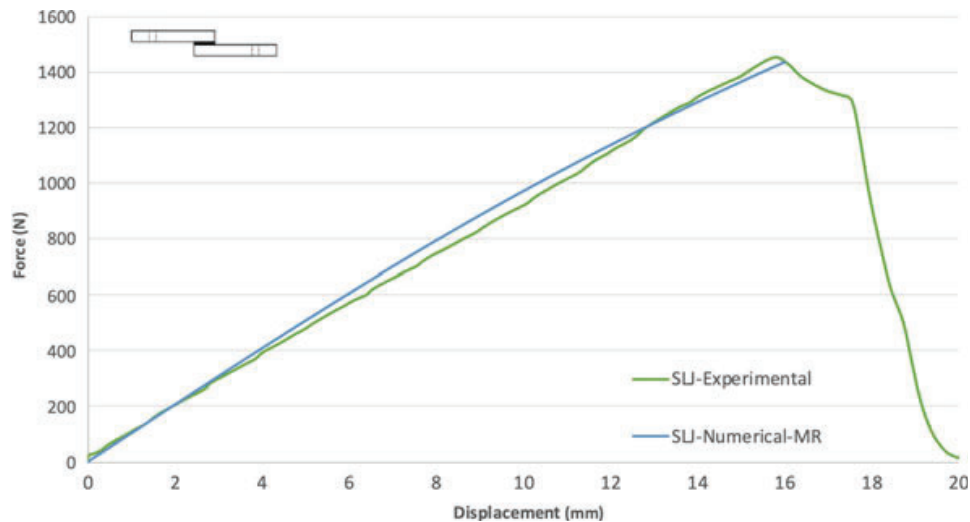


Fig. 5 Experimental results for SLJ-3 mm SikaFlex 252

and validity of the adhesive characterisation process, verifying whether the model is able to accurately predict the behaviour of the adhesive in the joints under different loads.

Following a similar methodology as that used to create a model of the SLJ specimen, a 3D finite element model was developed to validate both specimen configurations. Quasi-static analysis was carried out using Abaqus software. The steel for the DCB specimen is considered as a linear material. The mechanical properties of the adhesive are assumed according to the previously fitted hyperelastic model; using the Mooney-Rivlin model to define the constitutive law. Quadratic hexahedral elements with reduced integration were used in order to reduce the mesh density without affecting the accuracy of the solution. Additionally, a mesh convergence study was performed to determine the optimal element size in each case.

The boundary conditions were defined as shown in Fig. 6. One end is embedded, allowing rotation, while a displacement is applied at the other end, also allowing rotation. The force-displacement response was analysed up to a displacement range of 2 mm for the specimen with an adhesive thickness of 4 mm and 3 mm for the specimen with an adhesive thickness of 6 mm.

The results obtained from the simulation show an acceptable correlation with the experimental results for both specimen configurations, up to moments prior to adhesive failure. This indicates that the Mooney-Rivlin model used is adequate for defining the behaviour of the adhesive under tearing loads. Going into more detail in each of the configurations, as can be seen in Fig. 7, the slopes of the experimental and numerical curves are very similar in each of them.

In the simulations, the adhesive deformation (δ) in the direction of adhesive thickness was assessed (Fig. 6). In the case of the specimen with an adhesive thickness of 4 mm, an adhesive deformation of 1.2 mm was observed with no evidence of damage. For the 6 mm specimen, a deformation of 3 mm was achieved. These results indicate the ability of the adhesive to deform and absorb loads before reaching a critical point of damage.

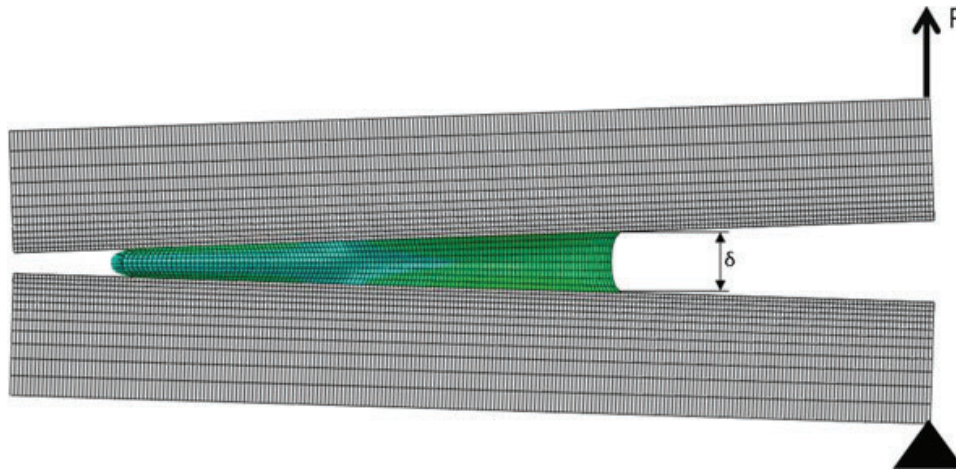


Fig. 6 FE simulation DCB

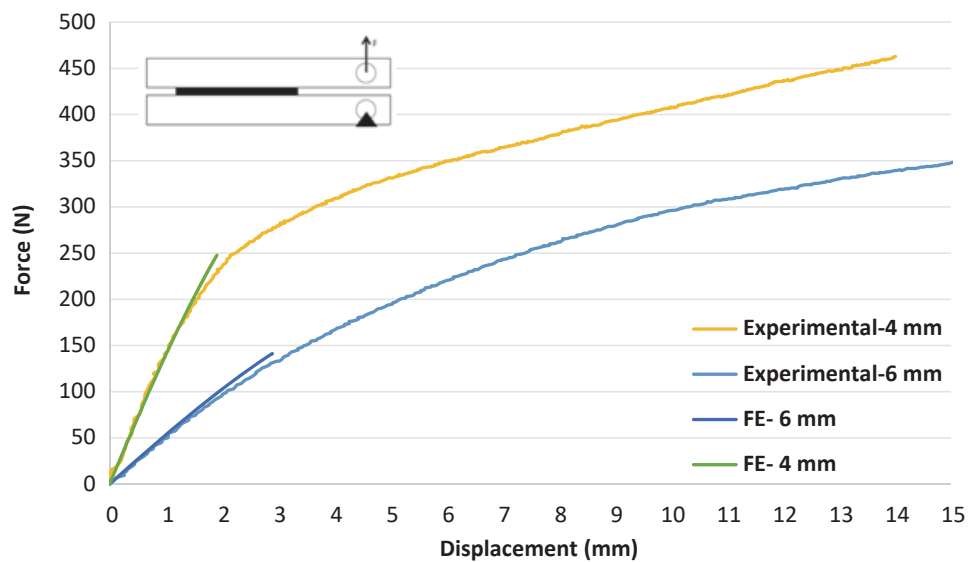


Fig. 7 Experimental results for DCB 4–6 mm bonding of SikaFlex 252

5 Conclusions

In view of the results obtained, the Mooney Rivlin hyperelastic model has been found to be able to reproduce the behaviour of joints subjected to tearing load with a fair degree of accuracy. These results support the validity of the model and demonstrate its ability to predict adhesive performance in similar situations.

In light of these results, the mechanical characterisation process of the flexible adhesive has been satisfactorily completed. The results obtained provide a solid

understanding of the behaviour of the adhesive under different loading conditions and adhesive thicknesses.

The mechanical characterisation of the adhesive at high temperatures and the fracture characterisation of the highly flexible adhesive are proposed as future lines of work. These lines of work will contribute to improve the understanding of adhesives in different scenarios and to develop more efficient solutions adapted to different conditions of use.

References

- Amstutz, C., Bürgi, M., Jousset, P.: Characterisation and FE simulation of polyurethane elastic bonded joints under multiaxial loading conditions. *Int. J. Adhes. Adhes.* **83**, 103–115 (2018). <https://doi.org/10.1016/J.IJADHADH.2018.02.029>
- Banea, M.D., Da Silva, L.F.M.: Adhesively bonded joints in composite materials: an overview. *Proc. Inst. Mech. Eng. Part L: J. Mater. Des. Appl.* **223**(1), 1–18 (2009). <https://doi.org/10.1243/14644207JMDA219>
- Banea, M.D., Da Silva, L.F.M., Campilho, R. D.S.G.: The effect of adhesive thickness on the mechanical behavior of a structural polyurethane adhesive. *J. Adhes.* **91**(5), 331–346 (2014). <https://doi.org/10.1080/00218464.2014.903802>
- Campilho, R.D.S.G., Banea, M.D., Neto, J.A.B.P., Da Silva, L.F.M.: Modelling adhesive joints with cohesive zone models: effect of the cohesive law shape of the adhesive layer. *Int. J. Adhes. Adhes.* **44**, 48–56 (2013). <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2013.02.006>
- Cavezza, F., Boehm, M., Terry, H., Hauffman, T.: A review on adhesively bonded aluminium joints in the automotive industry. *Metals* (2020). <https://doi.org/10.3390/met10060730>
- Chiminelli, A., Valero, C., Lizaranzu, M., López, C.I., Canales, M.: Modelling of bonded joints with flexible adhesives. *J. Adhes.* **95**(5–7), 369–384 (2019). <https://doi.org/10.1080/00218464.2018.1562347>
- Crocker, L.E., Duncan, B.C., Hughes, R.G., Urquhart, J.M.: Hyperelastic modelling of flexible adhesives (1999). https://www.researchgate.net/publication/281283309_HYPERELASTIC_MODELING_OF_FLEXIBLE_ADHESIVES
- Domingues, N.R.E., Campilho, R.D.S.G., Carbas, R.J.C., Da Silva, L.F.M.: Experimental and numerical failure analysis of aluminium/composite single-L joints (2015). <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2015.10.011>
- Duncan, B., Crocker, L.: Characterisation of Flexible Adhesives for Design. The National Physical Laboratory (NPL) (2001). <https://doi.org/10.47120/npl.mgpg45>
- Galvez, P., Quesada, A., Martinez, M.A., Abenojar, J., Jesus, M., Boada, L., Diaz, V.: Study of the behaviour of adhesive joints of steel with CFRP for its application in bus structures (2017). <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.07.018>
- Hesebeck, O., Wulf, A.: Hyperelastic constitutive modeling with exponential decay and application to a viscoelastic adhesive. *Int. J. Solids Struct.* **141–142**, 60–72 (2018). <https://doi.org/10.1016/J.IJSOLSTR.2018.02.011>
- Holzappel, G.A.: *Nonlinear Solid Mechanics : A Continuum Approach for Engineering*, p. 455. Wiley (2000)
- Kim, B., Lee, S.B., Lee, J., Cho, S., Park, H., Yeom, S., Park, S.H.: A comparison among Neo-Hookean model, Mooney-Rivlin model, and Ogden model for chloroprene rubber. *Int. J. Precis. Eng. Manuf.* **13**(5), 759–764 (2012). <https://doi.org/10.1007/s12541-012-0099-y>
- Kordová, T., Mareška, A., Míka, M.H.: Experimental analysis on the curing and adhesive behaviour of standard moisture-cured and fast-cured polyurethanes used in automotive industry. *Manuf. Technol.* **22**(2), 168–179 (2022). <https://doi.org/10.21062/MFT.2022.029>

- Loureiro, A.L., Da Silva, L.F.M., Sato, C., Figueiredo, M.A.V.: Comparison of the mechanical behaviour between stiff and flexible adhesive joints for the automotive industry. *J. Adhes.* **86**(7), 765–787 (2010). <https://doi.org/10.1080/00218464.2010.482440>
- Lu, Y., Broughton, J., Winfield, P.: A review of innovations in disbonding techniques for repair and recycling of automotive vehicles. *Int. J. Adhes. Adhes.* (2014). <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2014.01.021>
- Lubowiecka, I., Rodríguez, M., Rodríguez, E., Martínez, D.: Experimentation, material modelling and simulation of bonded joints with a flexible adhesive. *Int. J. Adhes. Adhes.* **37**, 56–64 (2012). <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2012.01.010>
- Mazlan, N., Chai Hua, T, Sapuan, S.M., Ilyas, R.A.: Evolution of aerospace composite materials. *Adv. Compos. Aeros. Eng. Appl.* 367–385 (2022). https://doi.org/10.1007/978-3-030-88192-4_18/FIGURES/4
- Moreira, D.C., Nunes, L.C.S.: Comparison of simple and pure shear for an incompressible isotropic hyperelastic material under large deformation. *Polymer Testing*. Accessed July 3, 2021. <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142941812002218>
- Narayana Naik, G.: Single and dual adhesive bond strength analysis of single lap joint between dissimilar adherends (2019). <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2019.04.016>
- Pathak, A.K., Dhakate, S.R.: Carbon nanomaterial-carbon fiber hybrid composite for lightweight structural composites in the aerospace industry: synthesis, processing, and properties. *Adv. Compos. Aeros. Eng. Appl.* 445–470 (2022). https://doi.org/10.1007/978-3-030-88192-4_23/TABLES/3
- da Silva, L.F.M., Campilho, R.D.S.G.: Design of adhesively-bonded composite joints. *Fatigue Fract. Adhes.-Bonded Compos. Joints* 43–71 (2015). <https://doi.org/10.1016/B978-0-85709-806-1.00002-1>
- da Silva, L.F.M., Dillard, D.A., Blackman, B., Adams, R.D.: Testing adhesive joints: best practices (2012)

Agradecimientos:

Quisiera agradecer sinceramente el apoyo recibido durante la elaboración de esta Tesis Doctoral:

En primer lugar, a Miguel Sánchez Lozano, como director de esta tesis, por ayudarme en los momentos de dificultad, por su guía y por recomendarme el mejor modo de alcanzar los objetivos propuestos. Gracias, Miguel.

También agradecer a mis padres y hermana por el apoyo constante en mi vida. Igualmente, agradezco al resto de mi familia que me ha acompañado en este proceso, en especial a mi abuelo por guiarme siempre en mi vida, acompañándome y enseñándome experiencias vitales que me hicieron ser quién soy hoy. También, a Cristina, mi pareja, por su apoyo y comprensión en los momentos difíciles.

No puede faltar mi compañero Miguel Fabra, quien entregó su Tesis el año pasado, pudiendo compartir esta experiencia conmigo, prestándome siempre su ayuda y haciendo los días más amenos y llevaderos.

Tampoco puedo olvidarme de mis compañeros de departamento: David, Héctor y Óscar, con quiénes comparto horas de reflexión, cafés y muchos dolores de cabeza, pero que son fieles hombros en los que confiar.

Además, quiero agradecer a los estudiantes que han realizado sus trabajos finales de grado, así como al equipo de INESCOP y VALLOR que han colaborada en el desarrollo de esta tesis.

Por último, quiero agradecer también a Lucas F. M. da Silva y al grupo de adhesivos de la universidad de Oporto (FEUP), por su incondicional generosidad. Donde he realizado dos estancias, desarrollando algunos de los ensayos incluidos en esta Tesis.

GRACIAS