



Adhesion strength of adhesive bonded NiTi thin metal sheets

Resistenza all'adesione di lamine incollate in lega Nichel-Titanio

A. Santoro, M. Alfano, C. Maletta, L. Bruno, F. Furgiuele

Dipartimento di Ingegneria Meccanica, Energetica e Gestionale, Università della Calabria, Ponte P. Bucci 46 C, 87036, Rende (CS)

S. Candamano

Dipartimento di Ingegneria per l'Ambiente e il Territorio e Ingegneria Chimica, Università della Calabria, Ponte P. Bucci 45, 87036, Rende (CS)

ABSTRACT. The present work is focused on the analysis of adhesive bonded shape memory NiTi thin metal sheets. To this aim different surface preparation techniques have been employed, i.e. degreasing, grit blasting and chemical etching, and their influence has been assessed by analyzing the variation of surface roughness and surface energy. After that, adhesive bonded single lap NiTi/epoxy joints have been prepared and tested and the mechanism of failure has been monitored *in situ* by using a CCD camera.

SOMMARIO. Il presente lavoro è focalizzato sullo studio dell'incollaggio di lamine sottili in lega NiTi a memoria di forma. A tale scopo sono state studiate diverse tecniche di preparazione superficiale, cioè sgrassaggio, sabbatura e attacco chimico, e la loro influenza è stata valutata analizzando la variazione di rugosità superficiale e di energia libera di superficie. Successivamente sono state eseguite delle prove di trazione su giunti a singola sovrapposizione NiTi –resina epossidica ed il meccanismo di cedimento è stata monitorato *in situ* utilizzando una telecamera CCD.

KEYWORDS. Lega a memoria di forma; Trattamento superficiale; Incollaggio strutturale.

INTRODUZIONE

Le leghe binarie a base di Nichel e Titanio (NiTi) circa equiatomiche presentano elevate capacità di recupero delle deformazioni, grazie ad una trasformazione di fase reversibile allo stato solido, tra le strutture martensitica e austenitica, che può essere attivata termicamente (SME – Shape Memory Effect) o meccanicamente (PE – Pseudoelastic Effect). Per via delle loro interessanti proprietà funzionali, le leghe Ni-Ti vantano un buon numero di applicazioni, ad esempio sensori e attuatori, sistemi di smorzamento, dispositivi biomedicali etc.. Tuttavia molti aspetti legati al comportamento meccanico e funzionale delle leghe NiTi, oltre che alle tecnologie di produzione e lavorazione, non sono stati ad oggi completamente esplorati, e pertanto la loro tecnologia è da considerarsi ancora in fase di sviluppo. Uno degli aspetti più interessanti riguarda i processi di giunzione delle leghe NiTi. Finora, le tecniche studiate ed applicate sulle leghe Ni-Ti sono la saldatura ad arco, la saldatura laser, la brasatura, la saldatura per attrito e la saldatura ad esplosione [1-6]. Tra queste, solo la saldatura laser garantisce giunzioni di buona qualità e permette di preservare le caratteristiche funzionali delle leghe. In particolare, è stato dimostrato che l'utilizzo di sorgenti Nd:YAG, permette di



ottenere giunzioni caratterizzate da una ridotta zona termicamente alterata, ovvero da variazioni microstrutturali poco rilevanti e deformazioni post-processo trascurabili. Tuttavia, la resistenza del materiale diminuisce rispetto a quella caratteristica del metallo base e il comportamento a memoria di forma appare sensibilmente alterato [2-5]. Con le altre tecniche di saldatura, invece, si ottengono giunti con resistenze meccaniche nettamente inferiori e le caratteristiche fisiche e funzionali della lega subiscono un elevato degrado. Inoltre, la saldatura laser può risultare difficoltosa e poco economica: sono richieste geometrie particolari (che impongono molte restrizioni in fase progettuale) e, molto spesso, è necessario lavorare in atmosfera controllata, per proteggere il metallo fuso da possibili reazioni con ossigeno, azoto e idrogeno [1,6]. Infine, le tecniche di saldatura non permettono di fatto la giunzione delle leghe NiTi ad altre leghe metalliche, per via della formazione di composti intermetallici che comportano una elevata riduzione delle caratteristiche di resistenza meccanica.

Una tecnica di giunzione alternativa a quelle sopra citate consiste nell'incollaggio strutturale [7-13]. I vantaggi potenzialmente ottenibili dall'impiego di questa tecnica sono molteplici, e.g. (i) possibilità di unire facilmente la lega anche con altri materiali senza introdurre alterazioni della microstruttura (la lega, infatti, non è più sottoposta a cicli termici particolarmente dannosi e le sue proprietà meccaniche e funzionali non sono alterate), (ii) garantire un buon isolamento termico ed elettrico tra le parti (aspetto molto importante considerato che nei dispositivi che sfruttano la memoria di forma si utilizza spesso la corrente elettrica per far variare la temperatura della lega), (iii) ridurre i costi di processo.

Tuttavia, i contributi inerenti l'applicazione delle tecniche di incollaggio alle leghe a memoria di forma sono pochi e frammentari [9-11], e sono per lo più orientati allo studio dei meccanismi di adesione tra fili in lega Ni-Ti e matrici polimeriche [9,10]. In particolare, gli studi di Sadrnezhaad et al. [9] o Antico et al. [10] sono incentrati sulla fabbricazione di compositi contenenti fili in Ni-Ti e la resistenza adesiva NiTi-matrice è stata valutata mediante prove di pull-out. Nel lavoro di Zhao et al. [11] è stata effettuata una prima analisi della resistenza di giunti NiTi/resina epossidica analizzando giunti a singola sovrapposizione (single lap shear), realizzati mediante lamine in lega NiTi di spessore pari a 3 mm. In questi lavori è stata rivolta particolare attenzione all'influenza che hanno i trattamenti superficiali sulle caratteristiche di resistenza meccanica, in quanto la morfologia superficiale riveste un ruolo di primaria importanza nei meccanismi di interazione metallo-adesivo [12]. Infatti, nei sistemi SMA-adesivo tali meccanismi risultano particolarmente critici per via degli elevati valori di deformazione associati ai meccanismi di trasformazione di fase.

Obiettivo del presente lavoro consiste nella realizzazione di giunti incollati di substrati in lega NiTi con comportamento a memoria di forma, ovvero in fase martensitica a temperatura ambiente. In particolare, sono state utilizzate lamine commerciali (Type M, Memry, USA) con spessore pari a 0.5 mm ed un adesivo strutturale di tipo epossidico (Scotch-Weld™ 9323 B/A, 3M). Tali tipologie di lamine, ovvero con spessore inferiore ad 1 mm, rivestono un elevato interesse industriale, in quanto impiegate nella fabbricazione di sistemi di attuazione e/o sensori. Le lamine sono state preliminarmente sottoposte a trattamenti superficiali, sia di tipo meccanico che chimico, e ne sono stati valutati gli effetti non solo sulla rugosità superficiale, ma anche sulla bagnabilità ed energia superficiale della lega (aspetto, finora, non ancora affrontato in nessun lavoro sperimentale). Successivamente sono stati realizzati giunti a singola sovrapposizione ed i meccanismi di cedimento sono stati analizzati mediante prove di trazione e tecniche di analisi di immagine, ovvero monitorando l'evoluzione del danneggiamento nel corso della prova mediante l'utilizzo di una telecamera digitale munita di ottica da microscopio.

MATERIALI ED ESPERIMENTI

Materiali utilizzati

Il materiale utilizzato è una lamina commerciale in lega Ti-50.8 at.% Ni (Type M, Memry, USA) con spessore $t=0.5$ mm. La curva tensione-deformazione del materiale, misurata a temperatura ambiente ed in fase martensitica, è mostrata in Fig. 1. Dopo un primo tratto di deformazione elastica della struttura martensitica, la curva mostra il tipico plateau, relativo alla fase di degeminazione della martensite, a livelli di tensione pari a circa 170 MPa e con livelli di deformazione massima di circa il 6.5%. A livelli di deformazione maggiori si assiste alla deformazione elastica della struttura martensitica degeminata e, successivamente, allo snervamento ed alla rottura, che si manifesta a livelli di tensione di circa 1150 MPa. L'adesivo strutturale utilizzato per la realizzazione dei giunti incollati è una resina epossidica bicomponente polimerizzabile a freddo (Scotch-Weld™ 9323 B/A, 3M). Tale adesivo garantisce un'elevata resistenza agli sforzi di taglio, sia a temperature elevate che in condizioni ambientali particolarmente aggressive (ad esempio in ambienti corrosivi). Il genere, il tempo di polimerizzazione a temperatura ambiente (23°C) è compreso tra le 24 e le 48 ore.

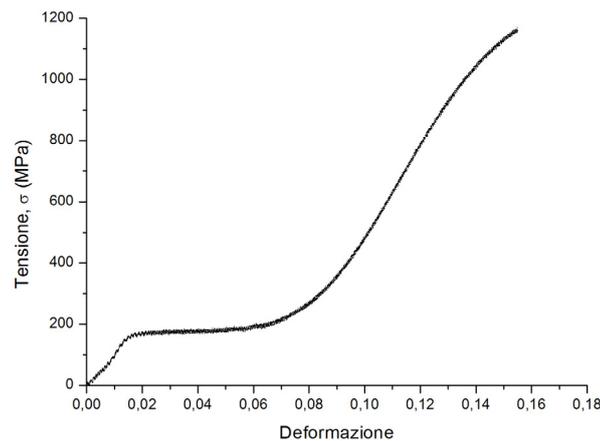


Figura 1: Curva tensione-deformazione della lega Ni-Ti utilizzata nel presente lavoro.

Trattamenti superficiali

Nella prima fase della ricerca sono stati selezionati ed effettuati alcuni trattamenti superficiali su campioni in lega Ni-Ti di dimensioni 10x10x0,5mm. Nello specifico sono stati esaminati i seguenti trattamenti:

- 1) *Sgrassatura:*
 - Immersione dei campioni in acetone (usato come solvente organico) per 5 minuti;
 - Bagno ad ultrasuoni di 15 minuti in acqua distillata.
- 2) *Abrasione meccanica:*
 - Sabbiatura effettuata mediante aria compressa alla pressione di 5 bar ad una distanza di 5÷6cm e utilizzando particelle di allumina con diametro variabile tra 25 e 70 μm ;
 - Bagno ad ultrasuoni di 15 minuti in acqua distillata.
- 3) *Attacco chimico:*
 - Immersione dei campioni in acetone per 5 minuti;
 - Bagno ad ultrasuoni per 15 minuti in acqua distillata;
 - Immersione in 25 ml di soluzione acida ($\text{HF}+\text{HNO}_3+\text{H}_2\text{O}$, con concentrazione degli acidi del 60% in volume);
 - Immersione in acqua distillata per 5 minuti;
 - Bagno ad ultrasuoni per 15 minuti in acqua distillata.

Per quest'ultimo processo è stato valutato l'effetto della durata studiando campioni esposti ad attacco chimico per per 2'30", 5', 7'30", 10', 15' e 30'. Il rapporto HNO_3/HF in volume è stato mantenuto costante in tutti i casi e pari a 4.

Analisi delle superfici trattate

I campioni trattati sono stati analizzati utilizzando differenti tecniche di indagine. In una prima fase, è stato utilizzato un rugosimetro a contatto (Mahr Pocket Surf, USA) per valutare la rugosità media R_a . Inoltre, sono state registrate la variazione di massa e la variazione di spessore utilizzando una bilancia di precisione ed un micrometro centesimale. Infine, è stato misurato l'angolo di contatto mediante un set-up di misura sviluppato *ad-hoc* [14] ed è stato effettuato il calcolo dell'energia libera superficiale utilizzando il metodo Owens-Wendt [15].

Preparazione dei provini a singola sovrapposizione

Per le prove di incollaggio sono stati realizzati giunti a singola sovrapposizione, seguendo le indicazioni presenti nella normativa ASTM D4896-01(2008)e1 [16] che fornisce un protocollo operativo completo per il dimensionamento, preparazione e testing dei campioni. Inoltre, considerato il particolare comportamento meccanico delle SMA, caratterizzato da deformazioni meccaniche piuttosto elevate (vedi Fig. 1), è stata scelta una lunghezza di sovrapposizione pari a 10 mm, che dovrebbe garantire una fase di degeminazione completa anche nei provini incollati. Tale aspetto risulta di cruciale importanza in quanto è responsabile delle caratteristiche funzionali della lega (memoria di forma). Come suggerito dalla normativa, i campioni sono stati tagliati da un unico giunto incollato, al fine di evitare effetti di bordo nelle zone periferiche. Inoltre, considerata la difficile lavorabilità delle leghe NiTi con le comuni tecniche di officina, i campioni sono stati tagliati mediante taglio ad acqua. Tale tecnica garantisce, infatti, un'elevata precisione e permette di limitare ulteriormente gli effetti di bordo legati a lavorazioni di tipo meccanico. La geometria dei campioni è mostrata in Fig. 2.

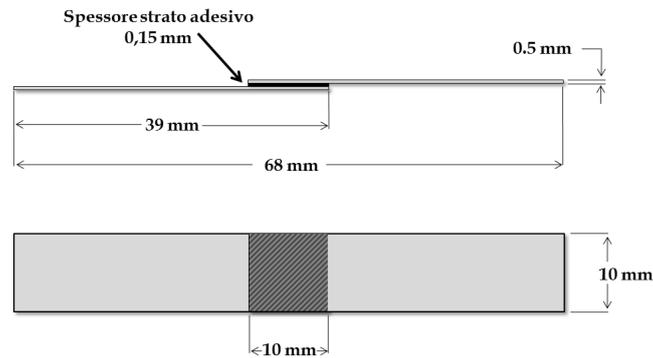


Figura 2: Geometria dei provini.

Prove meccaniche

Le prove meccaniche dei campini incollati a singola sovrapposizione sono state effettuate in controllo di spostamento, ad una velocità della traversa di 0.01 mm/s, utilizzando una macchina di prova di tipo elettromeccanico (MTS C42) equipaggiata con una cella di carico da 5 kN. Inoltre, per meglio comprendere i meccanismi di rottura del giunto incollato, il provino è stato osservato *in situ* mediante una videocamera (Sony XCD-X710, risoluzione 1024x768 pixel), dotata di opportuno ingrandimento (Nikon, lunghezza focale di 50mm), ed un sistema di acquisizione digitale di immagini.

RISULTATI E DISCUSSIONI

Analisi dei trattamenti superficiali

Il valore di rugosità superficiale e il relativo andamento in funzione della durata dell'attacco chimico è mostrato in Tab. 1 e Fig. 3, unitamente ai valori registrati per i campioni sabbiati e sgrassati.

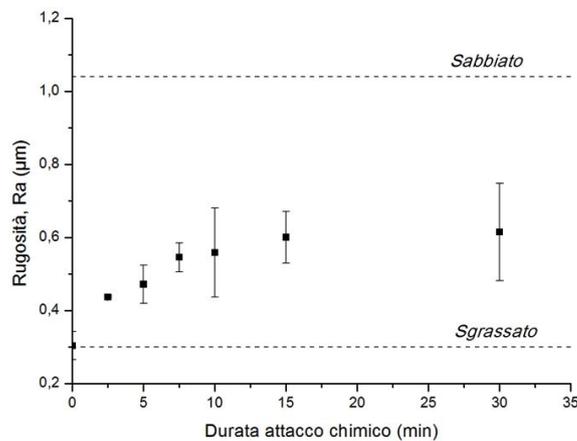


Figura 3: Rugosità superficiale (R_a) misurata nelle prove sperimentali (il trattamento chimico è stato eseguito con una soluzione acquosa contenente un concentrazione acida del 60% vol.).

Come atteso il processo di sgrassatura non altera il valore della rugosità superficiale, R_a , che risulta pari 0.3 μm . I dati relativi al trattamento chimico indicano che il tempo di esposizione incide sulla rugosità superficiale solo nei primi 10÷15 minuti, con valori massimi di R_a non superiori a 0.6 μm . Tuttavia, è importante osservare che l'attacco chimico provoca una sostanziale variazione di massa e spessore dei campioni, come mostrato in Fig. 4, con riduzioni superiori al 50% dopo 30 minuti di esposizione. Al contrario, la sabbiatura induce sostanziali variazioni di rugosità rispetto al campione sgrassato, con valori ben più elevati e pari a circa $R_a=1.0 \mu\text{m}$, e non provoca alcuna riduzione di massa. È utile sottolineare che ad elevati valori di rugosità spesso corrispondono elevati valori di resistenza meccanica. Infatti le asperità superficiali possono favorire l'ingranamento meccanico all'interfaccia adesivo substrato ed incrementare la resistenza del giunto [15]. Inoltre, la superficie del substrato deve essere caratterizzata da un discreto livello di bagnabilità, ossia deve consentire una corretta

distribuzione dell'adesivo su tutta la superficie del substrato, in modo da far intervenire interazioni intermolecolari e chimiche con le molecole dell'adesivo (i.e. favorire l'adsorbimento dell'adesivo).

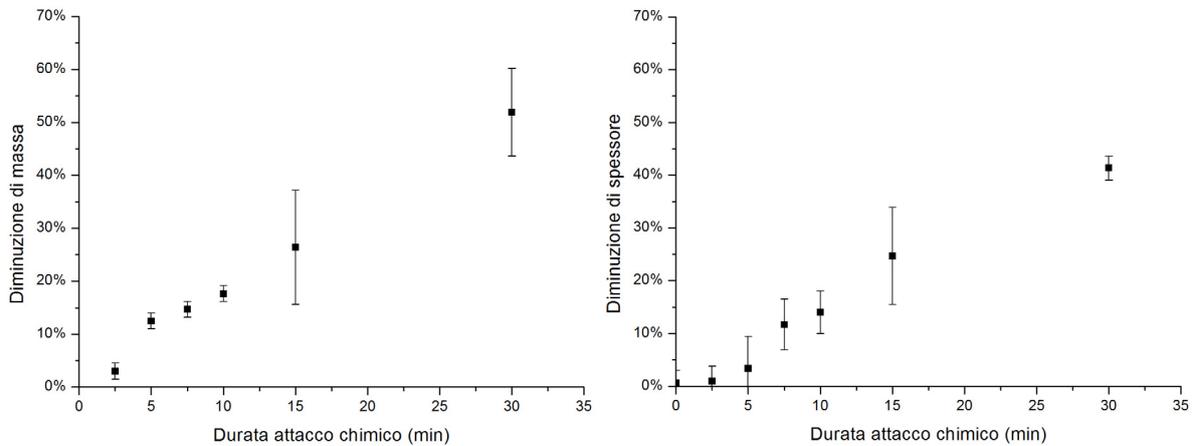


Figura 4: Variazione di massa (a sinistra) e di spessore (a destra) in funzione della durata del trattamento chimico.

Un parametro qualitativo della bagnabilità superficiale è l'angolo di contatto. Tuttavia, misurando l'angolo di contatto che diversi liquidi di prova formano con la superficie del substrato è possibile calcolare anche un parametro quantitativo, i.e. l'energia libera di superficie. A tale scopo sono stati utilizzati i seguenti liquidi di prova: acqua distillata, etanolo e glicerolo [14]. L'energia superficiale è stata successivamente calcolata mediante il metodo di Owens-Wendt [15]. I valori ottenuti per i differenti trattamenti sono riportati in Fig. 5 ed in Tab. 1.

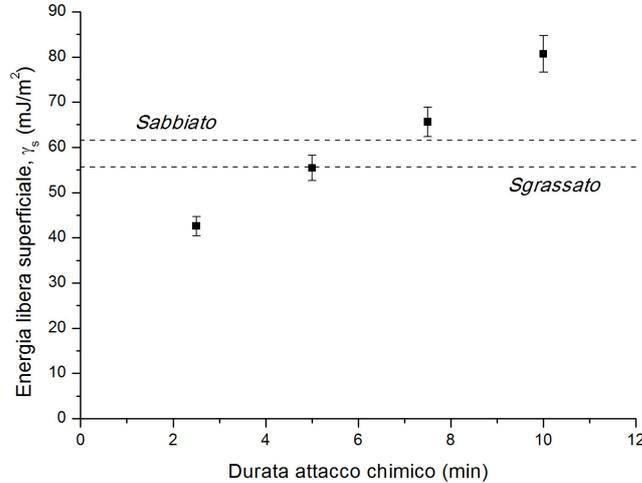


Figura 5: Energia libera superficiale.

I dati ottenuti mostrano che i trattamenti di sgrassatura e sabbiatura forniscono valori essenzialmente simili dell'energia libera di superficie (lo scostamento massimo è circa pari al 10% in favore della sabbiatura). Per quanto riguarda l'attacco chimico, il valore misurato di energia superficiale è leggermente inferiore finché la durata del trattamento è inferiore a 5'. Tuttavia, aumentando la durata dell'attacco chimico l'energia superficiale aumenta, e diventa più elevata di quella misurata su campioni sgrassati e sabbiati per tempi di trattamento superiori ai 7'. Questa evoluzione dell'energia superficiale è probabilmente legata a variazioni di composizione chimica dello strato di ossido superficiale. Tuttavia, l'analisi dei risultati illustrati in precedenza per quanto concerne la variazione di massa e spessore, indicano che dopo 5 minuti di trattamento si verifica una sensibile perdita di massa e riduzione di spessore. Di conseguenza, substrati esposti a tali trattamenti sarebbero non idonei alla successiva fase di sperimentazione. D'altra parte, un trattamento chimico di 5 minuti consente di contenere la perdita di massa e la diminuzione di spessore, ma induce variazioni di rugosità trascurabili



(0,47 μm) e un'energia libera di superficie del tutto simile a quella dei provini sgrassati. Pertanto, per il proseguo dell'attività sperimentale, è stato deciso di confrontare la resistenza meccanica di giunti incollati preparati con substrati sabbiati e sgrassati.

Campioni	Energia libera di superficie [mJ/m^2]	Rugosità Ra [μm]	Spessore [mm]
Sgrassato	55,61	0,30	0,50
Sabbiato	61,53	1,04	0,50
Soluz.60% - 2:30 min	42,61	0,44	0,49
Soluz.60% - 5 min	55,45	0,47	0,48
Soluz.60% - 7:30 min	65,62	0,54	0,44
Soluz.60% - 10 min	80,70	0,56	0,42

Tabella 1: Valori di energia libera di superficie (γ_s) e di rugosità (R_a) a confronto.

Risultati delle prove meccaniche

Sono stati analizzati tre differenti campioni per ciascuna tipologia di trattamento (grassatura e sabbiatura) ed i risultati ottenuti, in termini di curve tensione-deformazione, hanno mostrato una buona ripetibilità. In Fig. 6 è riportato un confronto delle curve tensione-allungamento percentuale relative ai due trattamenti. In particolare, la tensione riportata in Fig. 6 rappresenta il valore agente nella singola lamina, chiaramente differente dal valore agente nella sezione sovrapposta, mentre l'allungamento percentuale è relativo all'intero campione, ovvero è ottenuto dal rapporto tra lo spostamento della testa mobile della macchina di prova (δ) e la lunghezza del campione tra i due serraggi ($l_0=46$ mm).

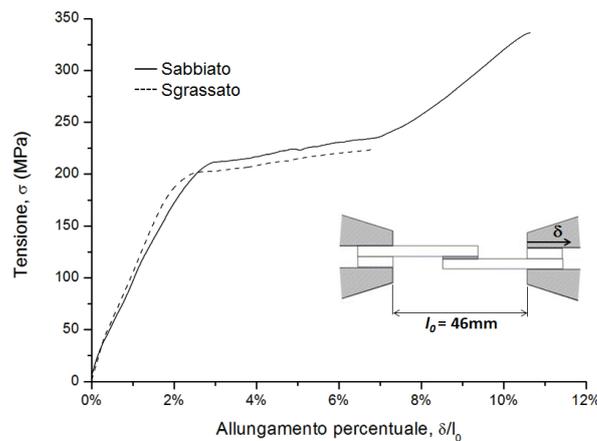


Figura 6: Andamento tensione/allungamento caratteristico di un provino sabbiato e sgrassato

Ambedue i campioni esibiscono chiaramente il plateau di trasformazione caratteristico del materiale, dovuto all'effetto della degeminazione, che ha inizio a valori di tensione di circa 200 MPa. In questa fase il carico rimane pressoché costante e le parti di materiale esterne alla zona di giunzione subiscono deformazioni significative, mentre la giunzione si deforma in maniera marginale per via della più elevata sezione resistente e, conseguentemente, dei più bassi valori di tensione locale. Inoltre, il confronto delle curve in Fig. 6 mostra che entrambi i campioni esibiscono una degeminazione completa, corrispondente ad un allungamento di circa il 7 %; tuttavia, nei provini sgrassati si registra la rottura alla fine dello stress plateau, a livelli di tensione di circa 220 MPa, mentre nei provini sabbiati si raggiungono livelli di tensione e deformazione ben più elevati (340 MPa e 10.6% rispettivamente), corrispondenti al tratto di deformazione elastica della struttura martensitica completamente degeminata. I risultati mostrano, pertanto, che il trattamento di sabbiatura permette di ottenere un incremento significativo delle caratteristiche di resistenza dei giunti incollati, ovvero sia del carico che dell'allungamento a rottura, con incrementi di circa il 50% ed il 60% rispettivamente. Questo risultato è sostanzialmente in accordo con quanto osservato in letteratura [9-11].

La resistenza del giunto può essere stimata attraverso il calcolo della tensione tangenziale media di rottura, ovvero il rapporto tra carico di rottura e superficie di incollaggio ($A=100 \text{ mm}^2$). I valori di tensione media calcolati su provini sabbiati e sgrassati risultano essere pari a, rispettivamente, 17 MPa e 11 MPa. Ovviamente tali valori sono soltanto indicativi poiché, come ben noto, nelle prove di trazione di giunti a singola sovrapposizione, la distribuzione delle tensioni tangenziali non è uniforme, e varia lungo la linea di sovrapposizione. In particolare, raggiunge i valori massimi nelle regioni esterne dove, in effetti, si manifesta il primo distacco tra resina e metallo che porta, successivamente, alla rottura completa del giunto. Tale circostanza appare, tra l'altro, qualitativamente confermata dall'osservazione dei fotogrammi registrati durante l'esecuzione delle prove sperimentali, come mostrato in Figura 7.

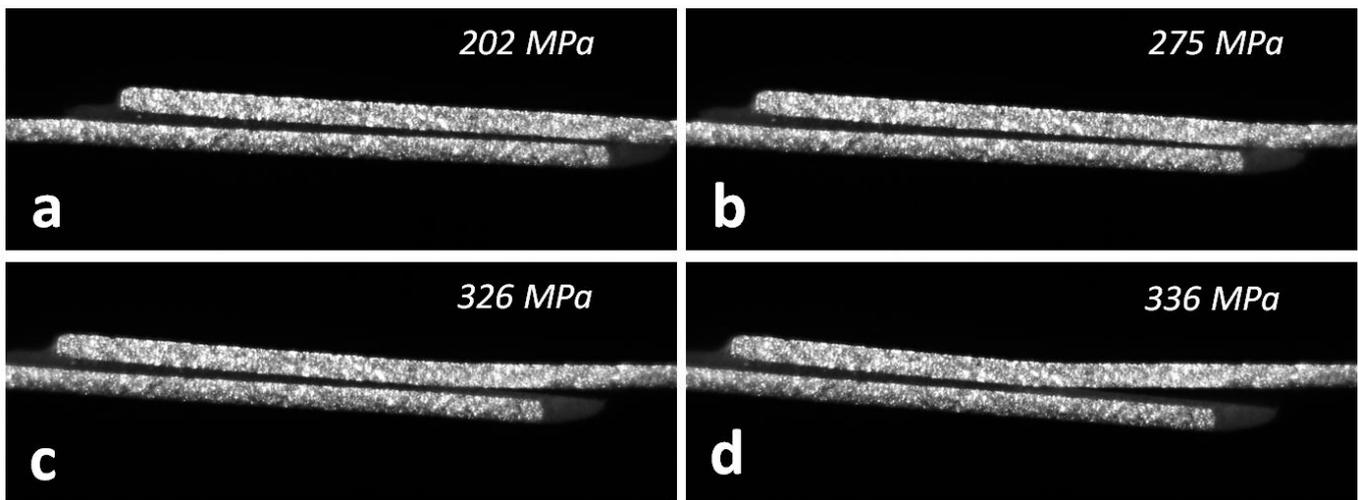
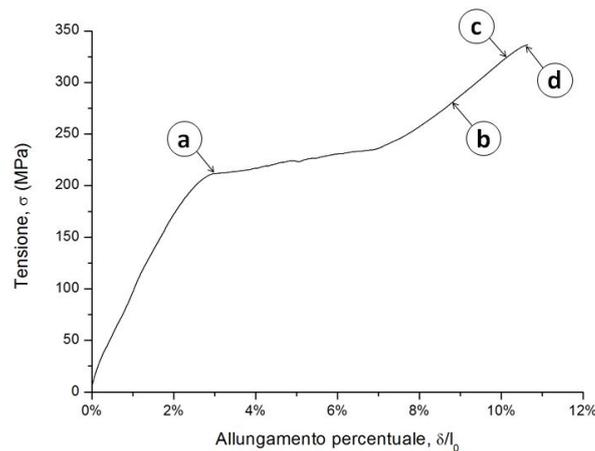


Figura 7: Meccanismo di rottura di un provino sabbiato. Nelle immagini in basso, correlate con la curva tensione/allungamento, è riportato lo stato tensionale corrispondente.

In particolare, sono riportate le osservazioni effettuate relativamente ad uno dei campioni sabbiati e si osserva che, superata la tensione di 275 MPa (Fig.7.b), corrispondente ad un allungamento dell'8.6%, nella parte destra della giunzione si manifesta un primo distacco tra la resina ed metallo base e prelude, pertanto, un'apparente rottura adesiva (questo punto sarà approfondito successivamente mediante analisi delle superfici di frattura al microscopio elettronico a scansione). All'aumentare del carico si assiste alla propagazione del danneggiamento in prossimità dell'interfaccia fino al distacco completo in corrispondenza di una tensione di circa 340 MPa (Fig.7.d). Infine, da un'analisi più accurata delle immagini registrate è possibile osservare un lieve cambiamento di colore della resina in seguito alla rottura, che rappresenta un classico fenomeno associato al cedimento dei polimeri noto come "whitening"; esso è legato al fatto che la frattura della resina è preceduta dal crazing (i.e. formazione di microfessure) che, generando dei vuoti all'interno del polimero, induce la riflessione della la luce incidente.



CONCLUSIONI

In questo lavoro è stato analizzato l'effetto del trattamento superficiale sulla resistenza di giunti NiTi/resina epossidica. Sono stati esaminati tre tipologie di trattamento superficiale: (i) sgrassatura, (ii) sabbiatura e (iii) attacco chimico. Al fine di valutare l'effetto dei trattamenti sono state eseguite misure di rugosità e di energia superficiale. I risultati ottenuti hanno mostrato che l'attacco chimico non fornisce vantaggi in termini di rugosità ed energia superficiale, se non ad elevati tempi di esposizione. Tuttavia in tal caso si verificano delle sensibili variazioni di spessore del substrato (e quindi di massa) rendendo il trattamento non idoneo per i campioni esaminati in questo lavoro.

Pertanto nella successiva fase di preparazione dei giunti incollati, i substrati sono stati trattati esclusivamente mediante sgrassatura e sabbiatura. In particolare sono stati realizzati giunti incollati a singola sovrapposizione e sono state eseguite prove di trazione, al fine di valutarne sia le caratteristiche meccaniche che funzionali. Le prove hanno mostrato che il trattamento preliminare di sabbiatura permette di ottenere un significativo incremento della resistenza meccanica dei giunti incollati rispetto al semplice processo di sgrassatura. Infatti, i valori della tensione tangenziale media a rottura nello strato adesivo aumentano del 50% circa nei giunti sabbiati (da 11 MPa a 17 MPa) e permettono al materiale di completare la fase di degeminazione, corrispondente allo stress plateau nella curva tensione deformazione, con allungamenti percentuali superiori al 10%. È evidente, quindi, che l'aumento di rugosità della lega influenza positivamente la resistenza della giunzione incollata. Infine, l'analisi delle immagini acquisite durante le prove meccaniche ha permesso di analizzare in maniera qualitativa i meccanismi di rottura dei giunti incollati. Sebbene, i risultati ottenuti nel presente lavoro mostrano l'elevato potenziale dell'incollaggio strutturale di leghe a memoria di forma, si ritiene necessaria un'estesa e sistematica attività di ricerca al fine di ottenere dati progettuali affidabili.

BIBLIOGRAFIA

- [1] O. Akelsen, Shape Memory Alloy, Intech, Croatia, (2010) 183.
- [2] A. Tuissi, S. Besseghini, T. Ranucci, F. Squatrito, M. Pozzi, Materials Science and Engineering, A273–275 (1999) 813.
- [3] A. Falvo, F.M. Furgiuele, C. Maletta, Materials Science and Engineering A, 412 (1-2) (2005) 235.
- [4] C. Maletta, A. Falvo, F. Furgiuele, G. Barbieri, M. Brandizzi, Journal of Materials Engineering and Performance, 18 (5-6) (2009) 569.
- [5] M. Falvo, F. Furgiuele, C. Maletta, Materials Science and Engineering A, 481-482 (1-2 C) (2008) 647.
- [6] L. Barcellona, D. Fratini, Palmeri, C. Maletta, M. Brandizzi, Int. Journal of Material Forming, 3 (1) (2010) 1047.
- [7] M. Alfano, F. Furgiuele, L. Pagnotta, G. H. Paulino, Journal of Testing and Evaluation, 39(2) (2011) 1.
- [8] M. Alfano, G. Ambrogio, F. Crea, L. Filice, F. Furgiuele, Journal of Adhesion Science and Technology, 25(11) (2011) 1261.
- [9] Sadrnezhaad S.K. et al, Materials and Design, 30 (2009) 3667.
- [10] Antico et al., Smart Materials and Structures, IOP Publishing, 21 (2012) 035022.
- [11] Zhao et al., Applied Surface Science, 253 (2006) 1595.
- [12] M. Alfano, G. Lubineau, F. Furgiuele, G. H. Paulino, International Journal of Adhesion and Adhesives, 39 (2012) 33.
- [13] A. Pirondi et al., Progettare con gli adesivi: una risorsa per ridurre i costi e migliorare il prodotto, Sprint, Università di Parma.
- [14] G. Fiumara, Tesi di laurea triennale in Ingegneria Gestionale, Università della Calabria (2013).
- [15] R. D. Adams, Adhesive bonding: Science, technology and applications, Woodhead Publishing, (2005).
- [16] ASTM D4896 - 01e1 Standard Guide for Use of Adhesive-Bonded Single Lap-Joint Specimen Test Results (2008).