

ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DO ENVELHECIMENTO HIGROTÉRMICO NA TENACIDADE À FRATURA INTERLAMINAR EM MODO MISTO I/ II EM JUNTAS ADESIVAS EM COMPÓSITOS DE CARBONO

A.F. de Sousa^{1,*}, J.L.S. Sena^{1,2}, C.B.G. Brito², R.M.V. Donadon² e R.C.M. Sales^{1,2}

1 Faculdade de Tecnologia de São José dos Campos - Professor Jessen Vidal
Av. Cesare Mansueto Giulio Lattes, 1350 - Eugênio de Melo, São José dos Campos/SP,
CEP.: 12247-014, Brasil.
Telefone: (12) 3905-2423

2 Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos,
Praça Marechal Eduardo Gomes, 50 - Vila das Acácias, São José dos Campos - SP,
CEP.: 12228-900, Brasil.
Telefone: (12) 3947 5824 | (12) 3947 5823 - Divisão de Engenharia Aeronáutica

*alexfiglio96@gmail.com

RESUMO: O principal objetivo desta pesquisa é investigar os efeitos higrotérmicos na tenacidade da fratura em juntas compósitas de carbono/epóxi sob Modos Mistos I/II em diferentes mixidades ($G_{II}/G_T = 35\%$ e $G_{II}/G_T = 75\%$). As juntas foram produzidas usando as tecnologias de co-colagem (CB) e de colagem secundária (SB). Os espécimes foram submetidos a alto teor de umidade (90% R.H.) e temperatura elevada (80 °C). Os resultados obtidos para as juntas CB e SB se comportaram de forma diferente para a condição ambiental estudada aqui. Com o envelhecimento higrotérmico, o valor G médio das amostras SB foi maior que o observado nas junções CB. O ambiente úmido e quente afeta tanto o adesivo quanto o aderente e os efeitos combinados da água e da temperatura podem alterar o T_g do material, o que resulta em mudanças significativas nos aspectos de falha de delaminação quando analisados pela Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

PALAVRAS-CHAVE: Juntas compósitas, Tenacidade a fratura, Efeito higrotérmico, Modo Misto I/II, Fractografia.

ABSTRACT: The main objective of this research is to investigate hygrothermal effects on fracture toughness of composite carbon/epoxy joints under Mixed Modes I/II in different mixtures ($G_{II}/G_T=35\%$ and $G_{II}/G_T =75\%$). Joints were produced using co-bonding (CB) and secondary bonding (SB) technologies. The specimens were submitted to high moisture content (90% R.H.) and high temperature (80°C). The results obtained for CB and SB joints behaved differently for the environmental condition studied here. With hygrothermal aging, the mean G value of SB samples was higher than that observed at CB junctions. The hot and humid environment affects both the adhesive and the adherent and the combined effects of water and temperature may change the T_g of the material, which results in significant changes in delamination failure aspects when analyzed by Scanning Electron Microscopy (SEM).

KEYWORDS: Composite Joints, Fracture Toughness, Hygrothermal Effect, Mixed Mode I/II and Fractography.

1. INTRODUÇÃO.

Ao longo da última década nota-se um aumento de investimento em desenvolvimento de materiais compósitos avançados para a indústria aeronáutica, isso deve-se as propriedades deste material que se sobressaem em alguns aspectos quando relacionados aos metais como resistência mecânica, rigidez, resistência a corrosão e a baixa densidade o tornando um ótimo material para desenvolvimento de projeto.

Para conexão das estruturas de uma aeronave, sendo elas compósitas ou metálicas, se faz necessário o uso de técnicas de junção e estas podem ser do tipo fixadores mecânicos (rebites, parafusos), fixadores químicos (adesivos) ou a combinação destas técnicas. Os fixadores mecânicos, apesar da facilidade de desmontagem, podem causar peso significativo e penalidades aero/aquadinâmicas, e também podem causar danos locais devido a concentração de tensão e processos corrosivos, o corte e a perfuração de furos para a colocação destes materiais está frequentemente relacionado com a fragmentação ou delaminação severa da estrutura [1]. Já as juntas adesivas são uniões feitas em um filme adesivo por um ou mais elementos. Além de serem mais leves, também apresentam propriedades mecânicas elevadas. Entretanto, quando as juntas adesivas são utilizadas para unir as estruturas compósitas, a distribuição de tensão sobre uma área colada é uniforme e também se obtém menos concentrações de tensões críticas em estruturas por elas unidas [2]. Contudo, algumas desvantagens estão associadas à adesão, tais como a susceptibilidade à temperatura, umidade e radiação solar, apresentando resistência limitada em condições extremas [3]. Assim como as estruturas, as junções estão suscetíveis a diversos modos de falha. A análise do processo de falha é necessária para fornecer os principais modos detectados após o teste mecânico específico, levando a uma avaliação qualitativa tanto do adesivo como da qualidade do processo de ligação [4].

A análise do efeito higrotérmico, que é o condicionamento do material a uma temperatura e umidade pré-estabelecidas, é de fundamental importância para o estudo de juntas compósitas, pois as aeronaves estão sujeitas a variados tipos de climas e de umidade durante o ciclo de voo. Os principais danos ambientais estão relacionados ao efeito da absorção de temperatura e umidade que podem afetar a resistência das estruturas compósitas e reduzir sua vida útil. Portanto, a absorção de umidade deve ser levada em consideração durante o projeto de uma estrutura. Em juntas compósitas coladas, como naquelas utilizadas para reparos, a quantidade de absorção de umidade nos aderentes pode ter uma influência sobre o desempenho final da junta que pode levar a falhas catastróficas [5,6].

O efeito da absorção de umidade tem influência direta nas características mecânicas do material. Sob condições de carga em modo misto, diferentes modos de falha foram observados em junções adesivas para os diferentes índices de mistura. Estes podem ser associados aos tipos de colagem e a forma como estes materiais foram confeccionados.

Para melhor entendimento do processo de falha ocorrido em juntas adesivas faz-se necessário do uso de técnicas de microscopia. A aplicação das técnicas de análise como o MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura) e a estereoscopia proporcionam análise detalhada dos aspectos de fratura das amostras e auxiliam na comparação destes com os resultados obtidos nos ensaios de delaminação. Segundo Loh et al [7], o local de falha da união adesiva tem muita influência na resposta de falha. A partir de uma inspeção visual, fica claro a região onde ocorre a falha no material. A determinação do local exato da falha é necessária para permitir que os dados gerados nos testes mecânicos sejam usados na predição de falha em juntas compósitas.

O objetivo deste trabalho é a análise da influência higrotérmica na tenacidade à fratura interlaminar em modo misto I/ II em juntas compósitas confeccionadas pelas tecnologias de co-

colagem e colagem secundária e análise do processo de falha nestes materiais utilizando as técnicas de MEV e estereoscopia.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Matéria-prima

As seguintes matérias-primas foram utilizadas para fabricar laminados: 1) pré-impregnado T800/3900-2C (Toray) e 2) adesivo: Loctite EA9695 (Henkel). As juntas fabricadas foram denominadas como: a) co-colada (CB): 1 laminado não curado $[0^\circ]_{13}$ foi ligado a uma placa curada com filme adesivo e todo o sistema foi autoclavado a uma temperatura de 177°C durante 8 horas, b) colagem secundária (SB): 2 laminados curados foram unidos com película adesiva e todo o sistema foi autoclavado a uma temperatura de 177°C durante 8 horas. Em todas as técnicas, um filme de Teflon® (largura de 0,085 mm) foi inserido no plano intermediário laminado para promover uma fissura inicial.

2.2 Absorção e Difusão de Umidade dos corpos de Prova

As amostras foram condicionadas na VC³ 7100 da Vötsch industrietechnik®, a temperatura de 80°C e com 90% de umidade. Para a medida da umidade das amostras, as massas foram medidas diariamente até o sétimo dia e de quinze em quinze dias até que fosse observado a estabilização da massa da amostra segundo a norma ASTM 5229/5229M [8]. A pesagem foi realizada por meio de uma balança analítica Mettler Toledo® Al204 Classe 1. Para obtenção da porcentagem de difusão das amostras foi utilizado o método de Fickian descrito na ASTM 5229/5229M [8].

2.3 Caracterização Mecânica de Tenacidade à fratura

Os ensaios foram realizados na máquina de ensaios universais Instron 5500R, utilizando células de carga de 2 kN. Estes ensaios foram conduzidos obedecendo a ASTM D6671/ D6671M [9], com umidade relativa do ar de 50% e a temperatura de 22°C a 25°C .

2.4 Esteroscopia e o MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura)

Para uma melhor compreensão do processo de falha em cada superfície de fratura da amostra foram realizadas análises de estereoscopia. Para isso, utilizou-se um estereoscópio Olympus® Infinity SZ 61 equipado com uma lente 110D2L-2 WD38 e um sistema de iluminação SZ2-LGB com uma lâmpada LED de 3290K, aumento de 1.5x. A análise dos aspectos de falha foi baseado na ASTM D5573 [10].

Um microscópio eletrônico de varredura VEGA3 XMU TESCAN foi utilizado para a realização de uma análise mais aprofundada dos aspectos de fratura na superfície das amostras. As amostras fraturadas foram cortadas nas regiões onde ocorreu o processo de delaminação. A preparação das amostras consistiu na limpeza dos espécimes em um banho de ultrassom, secagem e fixação em suporte de alumínio com uma fita de carbono para cobrir a superfície com uma fina película de ouro por evaporação a vácuo utilizando o equipamento QUORUM - Q150RE5. As amostras preparadas foram colocadas no equipamento e a análise da superfície da fratura foi realizada.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Análise da difusão de umidade

A Tabela 1 apresenta valores de difusão de umidade para as amostras de juntas CB e SB. Observou-se que o valor de difusão de água de SB é menor que o valor de CB, pois a quantidade de

água absorvida pelo material CB se satura posteriormente o de SB, pois a junta SB quando confeccionada passou por 2 processos de cura, aumentando a quantidade de ligações cruzadas e por sua vez a sua rigidez [11,12], isto dificulta a entrada de água do material, assim diminuindo o valor de difusão. Já a junta CB não possui uma alta densidade de ligações cruzadas em uma das lâminas, facilitando sua difusão de água para dentro material.

Tabela 1: Comparação de difusão entre as juntas CB e SB.

Amostra	Difusão (cm ² /min)
SB	5,86 x10 ⁻⁷
CB	6,95x10 ⁻⁷

Ambientes de alta umidade estão entre os mais hostis experimentados por uma junta adesiva. A absorção de umidade resultante pode ter um efeito nítido sobre o comportamento do adesivo durante a fratura. A água pode ser introduzida na articulação de várias maneiras, pode estar presente no substrato compósito ou pré-impregnado antes da cura ou co-cura. [13, 14]. Segundo Blackman et al [13] e Blackman, Kinloch, Paraschi [15] apud Mohan, Ivankovic' e Murphy [14] uma vez que a umidade adentre a junta, os efeitos podem ser bastante complexos e difíceis de analisar. Pequenas quantidades de umidade, menos de 1%, podem reduzir drasticamente a resistência à fratura de alguns sistemas de juntas adesivas. Isso se deve a hidrólise e pequenas trincas que estimulam a degradação das propriedades mecânicas, térmicas e físico-químicas do material adesivo [3].

3.2 Resultado Mecânicos

A Tabela 2 apresenta os resultados de tenacidade a fratura obtidos nos ensaios mecânicos MMB das juntas compósitas adesivas CB e SB segundo ASTM D 6671 [9].

Tabela 2: Valores iniciais e de propagação da resistência à fratura em testes de modo misto para as duas tecnologias de colagem.

Amostra	G _{IC} (N/mm)	G _{IP} (N/mm)	G _{IIC} (N/mm)	G _{IIP} (N/mm)
CB MM35	0.175 ± 0.053	0.206 ± 0.047	0.091 ± 0.027	0.108 ± 0.024
CB MM75	0.092 ± 0.016	0.120 ± 0.015	0.264 ± 0.043	0.347 ± 0.044
SB MM35	0.244 ± 0.097	0.476 ± 0.104	0.175 ± 0.037	0.248 ± 0.054
SB MM75	0.186 ± 0.037	0.401 ± 0.139	0.535 ± 0.106	1.165 ± 0.405

Os resultados demonstram que a junta SB apresenta maiores valores de G em todos tipos de mixidades, devido à complexidade do processo de confecção, pois este conjunto laminado curado/adesivo/laminado curado ter passado por um novo ciclo de cura, sendo submetido a um tratamento de pós cura para aumentar as ligações cruzadas entre as cadeias poliméricas, tornando-se um material mais rígido e assim adquirindo maior resistência a propagação de trincas tornando necessário uma maior energia para que a trinca se propague, assim obtendo maiores valores G quando comparados a junta CB.

3.3 Fractografia

3.3.1 Juntas CB

A Figura 1.a apresenta imagem microscópica dos aspectos de falhas ocorridos nas juntas ensaiadas em modo I/II com mixidade de 35%. As juntas CB apresentaram os seguintes aspectos de falha: adesivas (Figura 1.a.A), coesiva (Figura 1.a.B), *thin layer* (Figura 1.a.C) e *fiber tear/interlaminar* (Figura 1.a.D).

A Figura 1.b apresenta a estereoscopia da superfície de fratura das juntas. Para as juntas de modo misto com mixidade de 75%. Nesta imagem observa-se a coloração avermelhada do adesivo, indicando que houve degradação do adesivo devido a ação da umidade e temperatura. Os tipos de falha que ocorreram durante o ensaio de delaminação foram: falha adesiva (Figura 4.a.A), falha coesiva (Figura 4.a.B), falha *thin layer* (Figura 4.a.C) e uma falha *fiber tear/interlaminar* (Figura 4.a.D).

A Figura 2 mostra as imagens obtidas pela técnica de MEV das juntas CB. Os aspectos de fratura observados na Figura 2.b.A apresentam cúspides, que são acúmulos resina próxima a fibra com direção oposta a propagação da trinca, ocorre pela aparição de trincas orientadas em ângulos de 45° na região de resina intercalada no plano medio da delaminação. Na Figura 2.b.B nota-se que a trinca avançou removendo as partículas tenacificantes de material termoplástico que tem como função de aumentar a resistência a delaminação do material. A Figura 2.b.C apresenta fibras rompidas durante o processo de delaminação. A Figura 2.b.D exibe aspecto rugoso indicando deformação plástica do adesivo devido a falha coesiva. A Figura 2.b.E são marcas do tecido peel ply, este material é utilizado para a confecção dos laminados, formando picos de resina, facilitando a aderência do adesivo e sua resistência mecânica. A Figura 2.b apresenta os aspectos de fratura do tipo adesiva (Figura 2.b.F), coesiva (Figura 2.b.G) e do tipo *thin layer* (Figura 2.b.H).

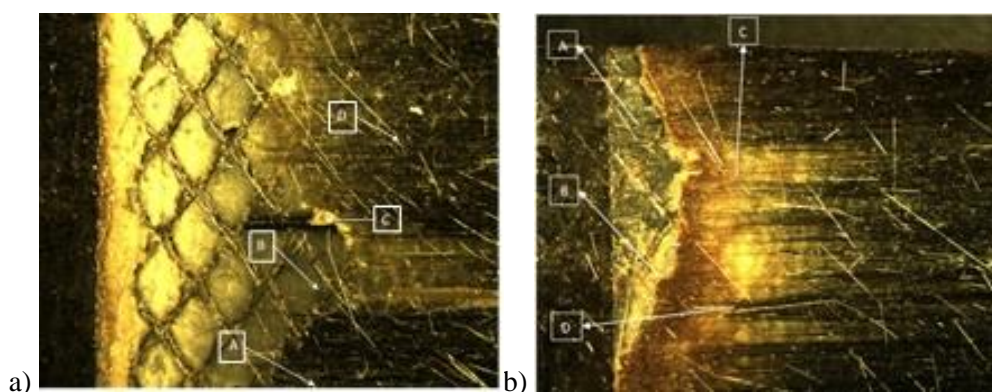


Figura 1: Estereoscopia da superfície de fratura. A) Junta CB com de mixidade de 35%. b) Junta CB com de mixidade de 75% e aumento 1.5x

Na Figura 3 são imagens obtidas pela técnica de MEV das juntas CB com mixidade de 75%. Nesta imagem é possível observar os detalhes da superfície da fratura, analisando-a percebe-se que ha residuos de resina e fibras na Figura 3.b.A, na Figura 3.b.B o rompimento do material termoplástico e das parículas tenacificantes, na Figura 3.b.C há cúspides. A análise de MEV evidência as falhas apuradas na esterosopia, detectando-se as mesmas falhas: adesiva (Figura 3.b.E), coesiva (Figura 3.b.F), *thin layer* (Figura 3.b.G) e *fiber tear/interlaminar* (Figura 3.b.H).

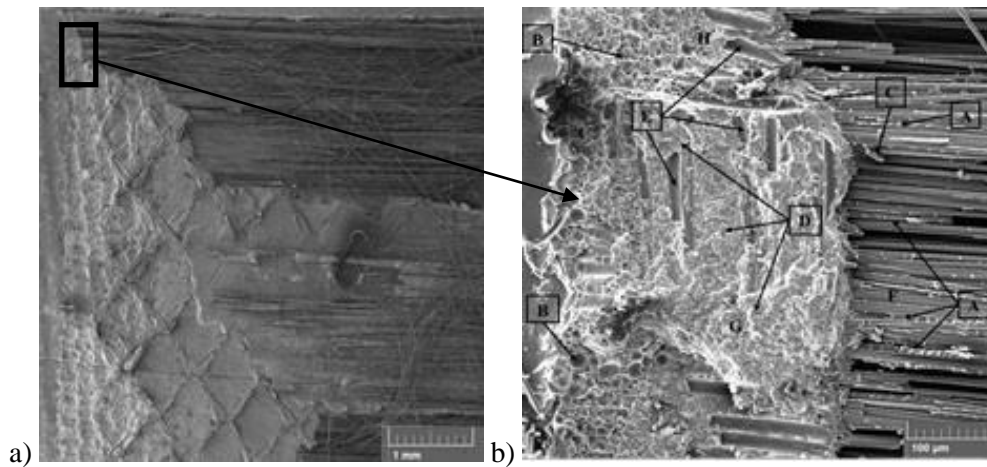


Figura 2: Imagens obtidas por MEV dos aspectos de fratura da junta CB com 35% de mixidade: a) 50x e b) 500x

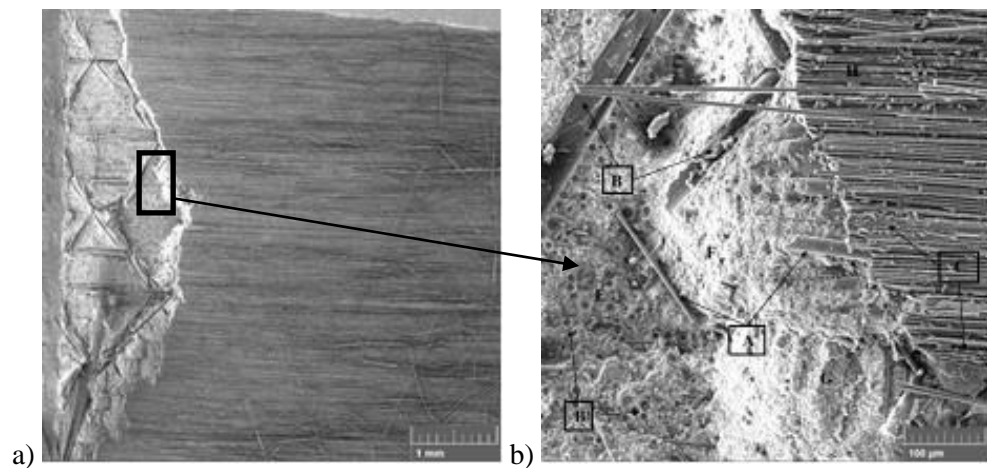


Figura 3: Imagens obtidas por MEV dos aspectos de fratura da junta CB com mixidade de 75%: a) 50x e b) 500x

3.3.1 Juntas SB

A Figura 4.a apresenta imagem microscópica dos aspectos de falhas ocorridos nas juntas ensaiadas em modo I/II com mixidade de 35%. Nota-se que no início do processo de delaminação, os aspectos de falha são diferentes, ocasionando em uma falha mista, esta falha deve-se a degradação do adesivo e a interface fibra/adesivo, exibindo as seguintes falhas: apresenta falha adesiva (Figura 4.a.A), falha coesiva (Figura 4.a.B), falha *thin layer* (Figura 4.a.C) e na constata-se uma falha *fiber tear*/interlaminar (Figura 4.a.D). Ainda nas imagens que representam as juntas SB (Figura 4.a), nota-se uma mudança de coloração nas bordas do adesivo. Provavelmente esta diferença de cor ocorreu devido a absorção de umidade somada a exposição em alta temperatura ocasionando degradação do material. Crocombe et al [16] e Loh et al [7] apud Fernandes, de Moura, Moreira [18] concluíram que a umidade e/ou a temperatura são consideradas as principais fontes de degradação do adesivo. A Figura 4.b exibe uma imagem microscópica dos aspectos de falhas ocorridos nas juntas ensaiadas em modo I/II com mixidade de 75%. Na Figura 4.b nota-se que para este tipo de mixidade não apresentou a falha mista no início da trinca, mas apresenta os mesmos tipos de falhas observados na mixidade anterior sendo adesiva na Figura 4.b.A, coesiva na Figura 4.b.B, *thin layer* na Figura 4.b.C e a Figura 4.b.D *fiber tear*/interlaminar.

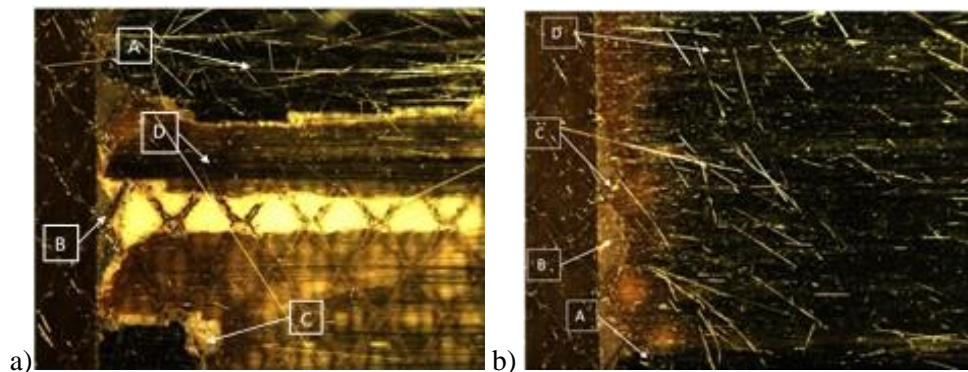


Figura 4: Estereoscopia da superfície de fratura das amostras A) Junta SB com de mixidade de 35%. b) Junta SB com de mixidade de 75% e aumento 1.5x

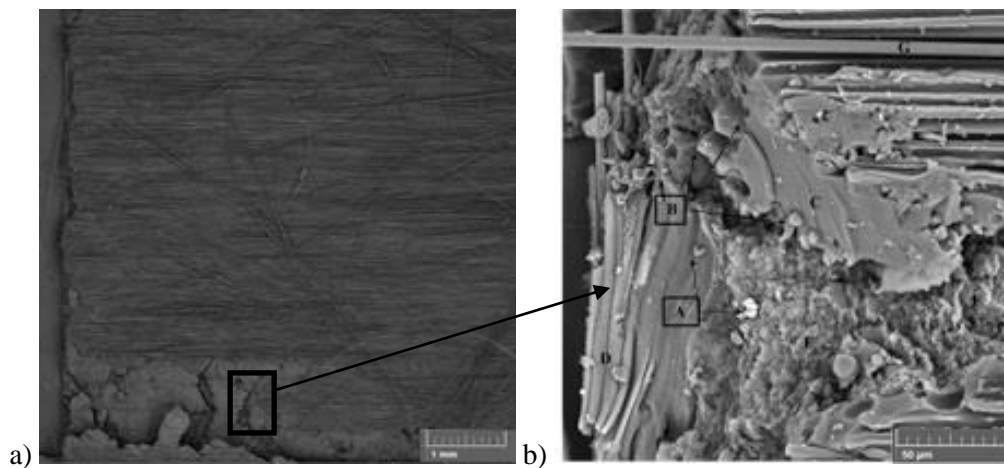


Figura 2: Imagens obtidas por MEV dos aspectos de fratura da junta SB com 35% de mixidade: a) 50x e b) 1000x

A Figura 5 apresenta imagens obtidas pela técnica de MEV das juntas SB com mixidade de 35%. Analisado estas imagens nota-se resíduos de resina e fibras na Figura 5.b.A, o rompimento das partículas tenacificante na Figura 5.b.B, marcas de rios (*rivers marks*) são que linhas de fratura formadas por planos de falha minuciosamente deslocados [16] na Figura 5.b.C. A região da superfície de fratura apresenta as falhas a seguir: *light fiber tear* (camada de resina entre a camada do adesivo) (Figura 5.b.D), torna-se coesiva (Figura 5.b.E), *thin layer* (Figura 5.b.F) e *fiber tear/interlaminar* (Figura 5.b.G).

Na Figura 6 apresenta as imagens obtidas pela técnica de MEV das juntas SB com mixidade de 75%. Nota-se as seguintes características na superfície de fratura, a presença de uma falha *light fiber tear* na Figura 6.b.A, resíduos de fibra e resina na Figura 6.b.B, remoção das partículas tenacificantes na Figura 6.b.C, em que a trinca a circunda a partícula e continua seu avanço, na Figura 6.b.D há presença de cúspides. A Figura 6.b.E ondulações são devidas ao tecido *peel ply*, a Figura 6.b.F apresenta uma trinca no adesivo. A fratura avançou pelo adesivo (Figura 6.b.G) e Resina (Figura 6.b.R), apresentando as seguintes falhas: adesiva (Figura 6.b.G), coesiva (Figura 6.b.H), *thin layer* (Figura 6.b.I), *light fiber tear* (Figura 6.b.A) e *fiber tear/interlaminar* (Figura 6.b.J).

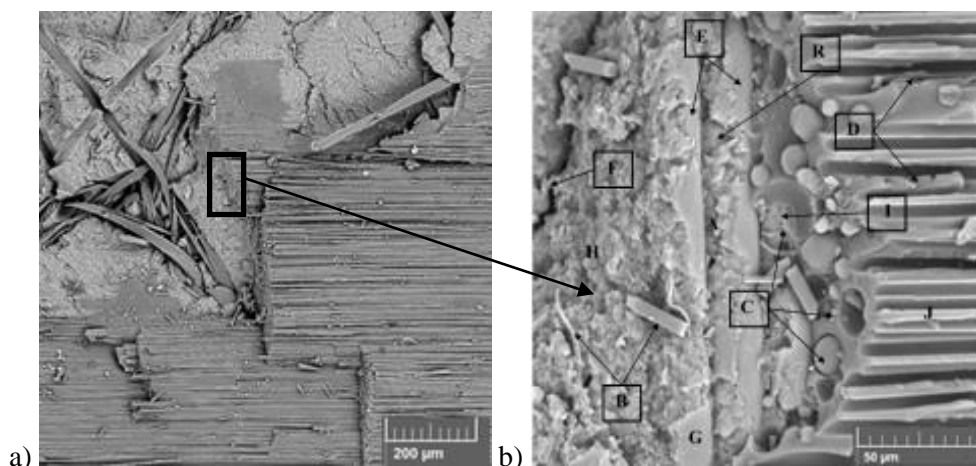


Figura 3: Imagens obtidas por MEV dos aspectos de fratura da junta SB com mixidade de 75%: a) 150x e b) 1200x

4. CONCLUSÃO

Os resultados de absorção do material demonstraram que os espécimes de colagens CB tiveram uma menor absorção de umidade durante o período exposto as condições determinadas de umidade e temperatura em relação ao de SB, consequentemente possuindo uma maior taxa de difusão. Esta diferença pode ter sido proporcionada porque o material CB possui menor densidade de ligações cruzadas, devido ao seu processo de manufatura, facilitando a difusão da umidade na junta.

As juntas SB apresentaram maiores valores de G_I e G_{II} quando submetidos aos ensaios de delaminação em modo misto I/II para evidenciando maior resistência a fratura do material mesmo quando sujeito ao envelhecimento comparando a amostra CB.

Os aspectos fractográficos das juntas SB com mixidade de 35 e de 75% apresentaram os mesmos tipos de falhas: adesiva, coesiva, *thin layer*, *light fiber tear* e *fiber tear/interlaminar*, o mesmo para CB 35% e 75% com as falhas adesiva, coesiva, *thin layer*, e *fiber tear/interlaminar*, significa que a falhas para ambas mixidades.

5. AGRADECIMENTOS

Este projeto é parcialmente financiado pelos processos CNPq 126346 / 2016-0, 142761 / 2016-8, 800319 / 2016-8 e 800392 / 2016-7, Capes 1543373, FINEP 0114018300 e FAPESP 2015 / 16733-2. Os autores agradecem o Laboratório de Estruturas Aeroespaciais e Laboratório de Materiais e Processos da ITA.

6. REFERÊNCIAS

- [1] BALZANI C, WAGNER W, WILCKENS D, DEGENHARDT R, BUSING S, REIMERDES H.G. *J of Adh & Adhes* v. 32, p. 23–38, 2012.
- [2] HUR H.K, KIM M.S. *50th AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics, and Materials Conference*, AIAA 2009-2450, 2009.
- [3] RODRIGUES, T.A.F. *Determination of the fracture envelope of an adhesive joint as a function moisture*. Dissertação (Mestrado) Faculdade de Engenharia. Universidade do Porto, Portugal, 2015.
- [4] KATSIROPOULOS CH.V. CHAMOS A.N., TSEPPES K.I., PANTELAKIS SP.G. *Composites*, v. 43, p. 240–248, 2012.

- [5] WRIGHT WW. *Composites*, v. 12; p. 201–205, 1981.
- [6] BUDHE S., RODRÍGUEZ-BELLIDO A., RENART J., MAYUGO J.A., COSTA J. *J of Adh & Adhes*, v. 49, p. 80–89, 2014.
- [7] LOH W.K., CROCOMBE A.D., ABDEL WAHAB M.M., Ashcroft I.A. *Engineering Fracture Mechanics*, v. 69, p. 2113–2128, 2002.
- [8] AMERICAN STANDARTIZATION TESTING MATERIALS. ASTM D 5229/D5229M–12: Standard Test Method for Moisture Absorption Properties and Equilibrium Conditioning of Polymer Matrix Composite Materials. West Conshohocken, 2010.
- [9] AMERICAN STANDARTIZATION TESTING MATERIALS. ASTM D 6671/D 6671M–06: Standard Test Method for Mixed Mode I-Mode II Interlaminar Fracture Toughness of Unidirectional Fiber Reinforced Polymer Matrix Composites. West Conshohocken, 2006.
- [10] AMERICAN STANDARTIZATION TESTING MATERIALS. ASTM D 5573–99: Standard Practice for Classifying Failure Modes in Fiber-Reinforced-Plastic (FRP) Joints¹. West Conshohocken, 2012.
- [11] BUDHEA, S.; BANEAA, M.D.; DE BARROSA, S.; DA SILVA, L.F.M.; *Int J Adh & Adhe*, v. 72, p 30-42, 2017.
- [12] MARTINEZ C.B. *Estudo da influência do ciclo de cura nas propriedades mecânicas de compósitos fabricados pelo processo de infusão de resina*. Dissertação (Mestrado) em Engenharia Mecânica, Universidade de São Paulo, São Carlos, São Paulo, 2011.
- [13] BLACKMAN B.R.K., JOHNSEN B.B., KINLOCH A.J., TEO W.S. *J Adhes*, v. 84, p. 256-276, 2008.
- [14] BLACKMAN B.R.K., KINLOCH A.J., PARASCHI M. *J Mater Sci Lett*, v. 20, p. 265-267, 2001.
- [15] MOHAN J., IVANKOVIC A., MURPHY N. *Composites: Part A*, v. 45, p. 23–34, 2013.
- [16] PATRO S. K., UPADHYAY P. *Failure characterization of FRP by scanning electron microscope technique*. Bachelor of Technology in Metallurgical and Materials Engineering, National Institute of Technology Rourkela, India, 2008.
- [17] CROCOMBE AD, HUA YX, LOH WK, WAHAB MA, ASHCROFT IA. *Int J Adh & Adhes*, v. 26, p. 325–36, 2006.
- [18] FERNANDES R.L., DE MOURA M.F.S.F., MOREIRA R.D.F. *Int J Adh & Adhes*, v. 68, p. 30–38, 2016.