

Research Paper

DOI: <http://dx.doi.org/10.6108/KSPE.2014.18.5.035>

복합재 손상보수용 자가치료제의 중합 거동

오진오^a · 윤성호^{a,*} · 장세용^b

Polymerization Behavior of Self-healing Agents for Damage Repair in Composite Materials

Jinoh Oh^a · Sungcho Yoon^{a,*} · Seyong Jang^b

^aDepartment of Mechanical Engineering, Kumoh National Institute of Technology, Korea

^bThe 7th R&D Institute - 2, Agency for Defense Development, Korea

*Corresponding author. E-mail: syoon@kumoh.ac.kr

ABSTRACT

Thermal analysis properties and adhesive properties of self-healing agents were evaluated through differential scanning calorimetry, reaction heat measurement, and adhesive shear test. D1E0, D3E1, D1E1, D1E3, and D0E1, depending on the mixing ratio of DCPD and ENB, were considered as self-healing agents. The amount of Grubbs' catalyst, depending on the type of self-healing agents, was varied from 0.1 wt% to 1.5 wt%. In the case of DCPD, the polymerization reaction occurred faster and the stabilized adhesive strength increased as the amount of catalyst increased; however, a large amount of catalyst was required. ENB had excellent reactivity with a small amount of the catalyst; however, high reaction heat was observed at the early stage of polymerization. Thermal analysis properties and adhesive properties of self-healing agents can be controlled by varying a mixing ratio of DCPD and ENB. Among the self-healing agents used for this study, the D3E1 would be one of the most preferable candidates with regard to maximum adhesive strength, reaching time to maximum adhesive strength, stabilized adhesive strength, and reaction heat.

초 록

본 연구에서는 시차주사열량계시험, 반응열시험, 접착전단시험을 통해 자가치료제의 열분석 특성과 접착 특성을 평가하였다. 자가치료제는 DCPD와 ENB의 혼합비에 따라 D1E0, D3E1, D1E1, D1E3, D0E1을 고려하였다. 촉매는 Grubbs' catalyst를 자가치료제의 종류에 따라 0.1 wt%에서 1.5 wt%까지 적용하였다. DCPD의 경우는 촉매 양이 많을수록 중합반응이 빠르고 안정화된 접착강도가 높아지지만 많은 양의 촉매가 요구된다. ENB의 경우 촉매와의 반응성이 우수하여 적은 양의 촉매로도 빠른 중합반응을 얻을 수 있지만 반응열이 높게 나타난다. DCPD와 ENB의 혼합비를 변화시키면 자가치료제의 열분석 특성 및 접착 특성을 조절할 수 있으며 본 연구에서 고려한 자가치료제 중 D3E1가 최대접착강도, 최대접착강도에 도달하는 시간, 안정화된 접착강도, 반응열 측면에서 자가치료제로 가장 유리함을 알 수 있다.

Key Words: Self-healing Agent(자가치료제), Thermal Analysis Properties(열분석 특성), Adhesive Properties(접착 특성), Catalyst(촉매)

Received 20 August 2014 / Revised 11 September 2014 / Accepted 19 September 2014

Copyright © The Korean Society of Propulsion Engineers

pISSN 1226-6027 / eISSN 2288-4548

1. 서 론

복합재의 손상탐지와 손상부의 수리가 가능하

며 복합재의 급작스런 파손을 예방할 수 있는 마이크로캡슐을 적용한 자가손상보수기법이 제안되었다[1-3]. 복합재의 손상보수에 이러한 기법을 적용하기 위해서는 마이크로캡슐은 다음의 조건들을 만족하여야 한다. 첫째, 마이크로캡슐의 박막은 복합재 제조공정 또는 복합재의 사용 환경에서 자가치료제를 충분히 저장할 수 있어야 한다. 둘째, 마이크로캡슐은 복합재에 발생한 손상을 감지하고 자가치료제를 균열면으로 방출할 수 있도록 마이크로캡슐의 박막은 적절한 두께와 강도를 가져야 한다. 최근에는 Urea-Formaldehyde(UF), Melamine-Urea-Formaldehyde(MUF), Polyurethane/Urea-Formaldehyde(PU/UF) 등을 사용하여 마이크로캡슐의 박막을 제조하기 위한 노력이 행해졌다[4-9]. 셋째, 자가치료제는 복합재에 발생한 손상을 치료하기 위해 균열면을 따라 쉽게 흘러 나올 수 있도록 점도가 충분히 낮아야 하며 축매와 반응하고 짧은 시간에 충분한 접착강도를 가져야 한다. 최근에는 Epoxy, DCPD (Dicyclopentadiene), ENB(5-ethylidene-2-norbornene), HOPMDS(Mixture of hydroxylend functionalised polydimethylsiloxan) 등이 자가치료제로 연구되었다[10-14]. 이러한 자가치료제들을 자가손상보수에 적용하기 위해서는 축매와의 반응성 및 치료효율성 등이 연구되어야 한다[15-17].

본 연구에서는 복합재 손상보수에 적용 가능한 자가치료제에 대해 열분석 특성과 접착 특성을 평가하였다. 이때 DCPD와 ENB를 자가치료제로 고려하였으며 축매는 Grubb's catalyst를 적용하였다. 자가치료제는 DCPD와 ENB의 혼합비에 따라 순수 DCPD는 D1E0, 순수 ENB는 D0E1, DCPD와 ENB가 1:1로 혼합된 경우는 D1E1, 3:1로 혼합된 경우는 D3E1, 1:3으로 혼합된 경우는 D1E3으로 구분하였다. 열분석 특성 조사에는 D1E0, D3E1, D1E1, D1E3, D0E1의 다섯 종류를 적용하였으며 접착 특성 평가에는 D1E0, D3E1, D1E1, D0E1의 네 종류를 적용하였다. 또한 축매 양은 자가치료제 종류에 따라 0.1 wt%에서 1.5 wt% 범위 내에서 조절하였다.

2. 실험 방법

2.1 자가치료제의 열분석 특성

자가치료제의 열분석 특성을 조사하기 위해 시차주사열량계(Dupont 910, Dupont, USA)를 사용하여 열흐름을 측정하였다. 이때 자가치료제는 D0E1, D3E1, D1E1, D1E3, D0E1의 다섯 종류를 고려하였다. 자가치료제의 열흐름을 측정하기 위해 알루미늄 팬에 2~4 mg의 시료를 담은 다음 챔버 내의 셀에 장착하고 -40°C에서 250°C까지 10°C/min로 온도를 상승시켰다.

2.2 자가치료제의 반응열 측정

자가치료제의 종류 및 양에 따른 반응열을 측정하기 위해 T-type 열전대와 자료수집장치(Agilent 34970A, Hewlett-Packard, USA)를 사용하였다. 이때 자가치료제는 D1E0, D3E1, D1E1, D0E1의 네 종류를 고려하였으며 축매가 혼합된 자가치료제 양은 0.5 ml와 1.0 ml의 두 종류를 적용하였다. D1E0, D3E1, D1E1의 경우 0.5 wt% 축매를 적용하였으며 ENB의 경우 축매와 혼합되면 반응열이 높아지기 때문에 D0E1의 경우에는 축매 양을 0.1 wt%로 하였다. 축매와 혼합된 자가치료제의 반응열은 다음의 절차를 통해 측정하였다. 첫째, T-type 열전대를 알루미늄 팬의 바닥에 고정시키고 분위기 온도를 25°C로 설정한다. 둘째, 규정된 양의 자가치료제와 축매를 바이알 병에 넣고 충분히 흔들어 혼합시킨다. 셋째, 축매가 혼합된 자가치료제를 알루미늄 팬에 붓은 다음 3분 동안 초당 10개씩의 온도를 수집한다.

2.3 자가치료제의 접착 특성 평가

Fig. 1과 Fig. 2에는 축매와 혼합된 자가치료제의 접착 특성을 평가하기 위한 하중시험장치(Zwick/Z100, Zwick, Germany)와 시편 형상[18]이 나타나 있다. 접착시편의 모재는 Al 6061이며 접착부 길이는 25 mm이다. 특히 접착부가 균일한 접착면을 갖도록 모재의 접착부는 ASTM D2651에 근거하여 80°C의 10 wt% NaOH 수용액에 30초 동안 에칭하였다[19]. 자가치료제의

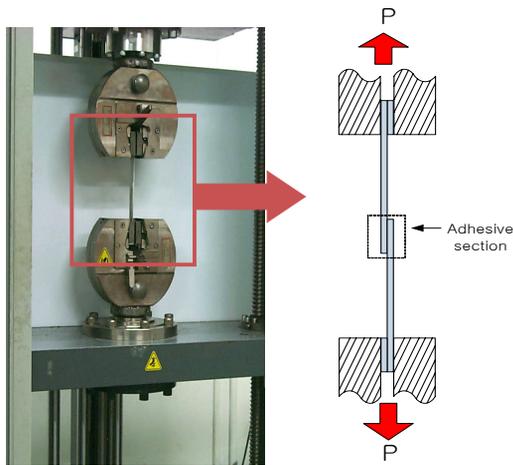


Fig. 1 Experimental test set-up.

접착 특성을 평가하기 위해 접착시편을 하중시험장치의 시험치구에 장착한 다음 0.5 mm/min의 변위제어상태로 하중을 가하였다.

Table 1에는 자가치료제 종류에 따른 촉매 양과 경화시간 등의 시험조건이 나타나 있다. 자가치료제는 D1E0, D3E1, D1E1, D0E1의 네 종류를 고려하였다. 촉매는 D1E0와 D3E1의 경우 0.5 wt%, 1.0 wt%, 1.5 wt%의 세 종류, D1E1의 경우 0.5 wt%와 1.0 wt%의 두 종류, D0E1의 경우 0.1 wt%의 한 종류를 적용하였다. 접착시편을 만들기 위해 규정된 양의 촉매가 혼합된 자가치료제를 마이크로 피펫을 사용하여 접착부에 주입한 다음 클램프를 이용하여 고정하고 상온에서 경화하였다. 이때 자가치료제의 경화시간은 자가치료제와 촉매의 혼합시점을 기준으로 하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 자가치료제의 열분석 특성

Fig. 3에는 시차주사열량계를 통해 얻은 자가치료제의 열흐름 선도가 나타나 있다. 여기에서 보면 D3E1, D1E1, D1E3, D0E1과 같이 ENB를 함유한 경우는 -40℃까지 상변화가 나타나지 않고 저온에서 액상을 유지한다. 그러나 D1E0와

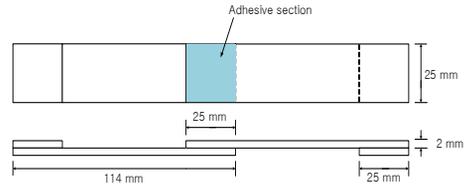


Fig. 2 Configuration of test specimen.

Table 1. Test conditions of adhesive characteristics.

Self-healing agent	Catalyst (wt%)	Curing time (min)
D1E0	0.5/1.0/1.5	15/30/60/120/360/720
D3E1	0.5/1.0/1.5	15/20/25/30/45/60/120/360/720
D1E1	0.5/1.0	15/20/30/45/60/120/360/720
D0E1	0.1	15/30/60/120/360/720/1440

같이 DCPD만으로 된 경우는 15℃ 부근에서 고체 상태에서 액체 상태로 변하는 흡열피크의 상변환이 나타난다. 순수 DCPD는 15℃보다 낮은 온도에서는 고체 상태를 유지기 때문에 DCPD만을 자가치료제로 적용하기에는 어려움이 있다. 자가치료제의 기화온도는 D1E0의 경우 141℃, D3E1의 경우 142℃, D1E1의 경우 124℃, D1E3의 경우 106℃, D0E1의 경우 104℃이며 ENB가 많이 함유될수록 낮은 온도에서 기화됨을 알 수 있다.

3.2 자가치료제의 반응열 평가

Fig. 4에는 촉매가 혼합된 자가치료제 양이 0.5 ml와 1.0 ml일 때 시간에 따른 반응열이 나타나 있다. 최고온도에 이르는 시간과 최고온도는 자가치료제 양이 0.5 ml일 때 순수 ENB인 D0E1의 경우 9초에서 180℃, D1E3의 경우 9초에서 157℃, D1E1의 경우 48초에서 118℃, D3E1의 경우 112초에서 65℃, 순수 DCPD인 D1E0의 경우 180초에서 26℃로 나타난다. 또한 자가치료제 양이 1.0 ml일 때 D0E1의 경우 14초에서 209℃,

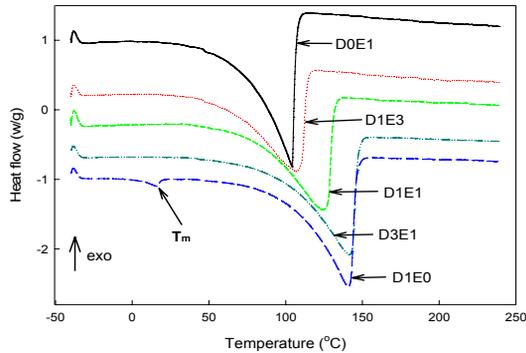


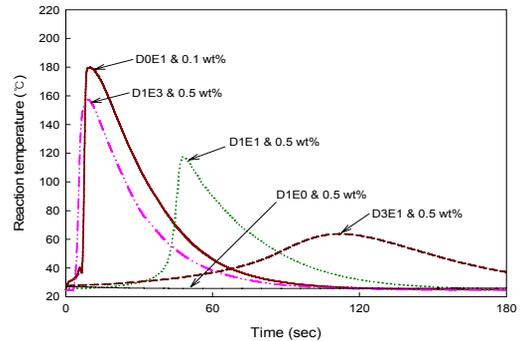
Fig. 3 Heat flow versus temperature curves of healing agents from -40°C to 250°C .

D1E3의 경우 12초에서 191°C , D1E1의 경우 48초에서 176°C , D3E1의 경우 69초에서 134°C , D1E0의 경우 180초에서 33°C 로 나타난다. 여기에서 보면 D1E0은 촉매가 혼합된 자가치료제 양이 증가하여도 반응열의 변화가 크지 않지만 ENB가 함유된 경우에는 ENB의 양이 많을수록 최고온도에 이르는 시간은 짧아지고 최고온도는 높아짐을 알 수 있다. 특히 D3E1의 경우에는 1.0 ml일 때가 0.5 ml일 때에 비해 최고온도가 71°C 높으며 최고온도에 도달하는 시간은 43초가 빨라졌다. 이로 미루어 볼 때 DCPD와 ENB의 혼합비를 변화시키면 반응열과 반응시간을 조절할 수 있음을 알 수 있다. D3E1의 경우 반응열이 지나치게 높지 않으면서도 비교적 빠른 반응을 얻을 수 있기 때문에 다른 경우들보다 자가치료제로서의 가능성이 높은 것으로 판단된다.

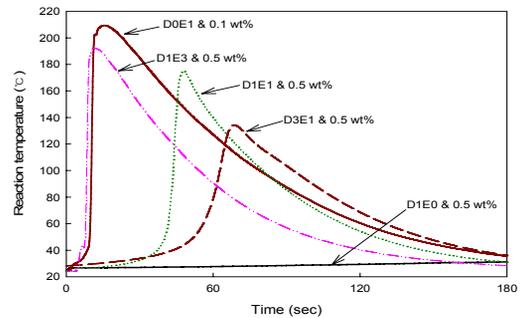
3.3 자가치료제의 접착 특성

3.3.1 D1E0의 경우

Fig. 5에는 촉매 양을 각각 0.5 wt%, 1.0 wt%, 1.5 wt% 혼합한 D1E0의 경화시간에 따른 접착강도가 나타나 있다. 촉매 양이 0.5 wt%인 경우 초기에는 경화가 일어나지 않다가 경화시간이 2시간 경과되면 충분히 경화가 진행되어 안정화된 접착강도는 1.04 MPa로 나타난다. 촉매 양이 1.0 wt%인 경우 경화시간이 1시간 경과되면 안정화된 접착강도는 1.12 MPa로 나타난다. 촉매 양이 1.5 wt%인 경우 경화시간이 30분 경과되면



(a) 0.5 ml of total mixture amount



(b) 1.0 ml of total mixture amount

Fig. 4 Variation in reaction temperature for various mixtures of DCPD and ENB with catalyst.

안정화된 접착강도는 1.22 MPa로 나타난다. 이로 미루어 볼 때 DCPD는 촉매 양이 많을수록 경화반응이 빨라 경화시간도 짧아지고 안정화된 접착강도도 높아진다. 그러나 빠른 경화반응과 높은 접착강도를 얻기 위해서는 고가의 촉매를 비교적 많이 사용해야 하는 단점이 있다.

3.3.2 D0E1의 경우

Fig. 6에는 촉매 양을 0.1 wt% 혼합한 D0E1의 경화시간에 따른 접착강도가 나타나 있다. D0E1은 촉매와 빠르게 반응하여 경화 초기에 높은 접착강도를 갖지만 경화시간이 경과됨에 따라 접착강도는 점차 감소하고 경화시간이 충분히 경과되면 안정화된 접착강도는 1.06 MPa로 나타난다. 특히 촉매가 0.1 wt% 혼합된 D0E1의 접착강도는 촉매가 0.5 wt% 혼합된 D1E0의 경우와

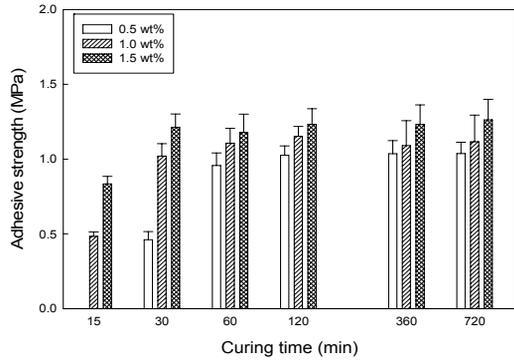


Fig. 5 Variations of adhesive strength by varying curing time for D1E0.

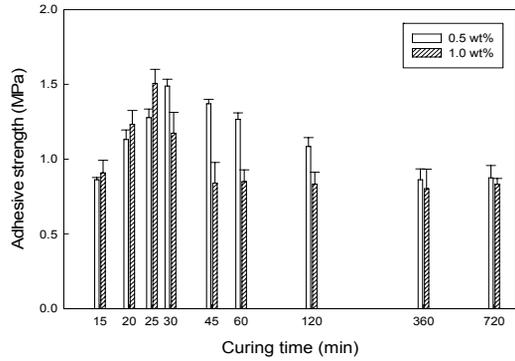


Fig. 7 Variations of adhesive strength by varying curing time for D1E1.

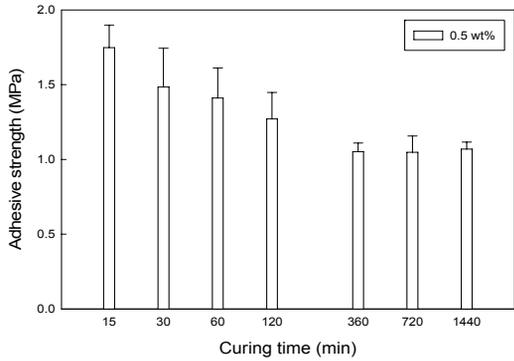


Fig. 6 Variations of adhesive strength by varying curing time for D0E1.

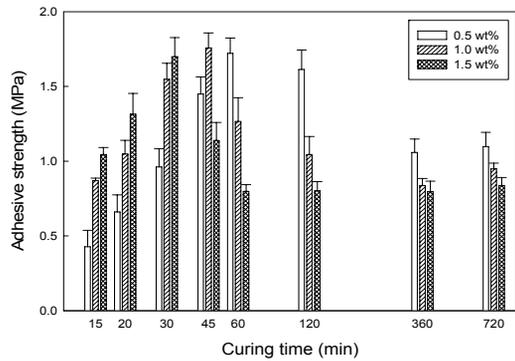


Fig. 8 Variations of adhesive strength by varying curing time for D3E1.

유사하다. 이와 같이 ENB는 촉매와의 반응성이 우수하여 적은 양의 촉매로도 빠른 경화반응을 얻을 수 있지만 반응열이 너무 높아 ENB만을 자가치료제로 적용하기에는 어려움이 있을 것으로 판단된다.

3.3.3 D1E1의 경우

Fig. 7에는 D1E1에 대해 촉매 양을 각각 0.5 wt%와 1.0 wt% 혼합한 경우 경화시간에 따른 접착강도가 나타나 있다. D1E1의 경우 경화 초기에는 DCPD가 지배적인 영향을 미쳐 경화시간이 경과함에 따라 접착강도가 점차적으로 증가하며 일정한 시간이 경과된 이후에는 ENB가 지배적인 영향을 미쳐 경화시간이 경과함에 따라 접착강도가 점차 감소하다가 안정화된 접착강도

에 수렴한다. 촉매 양이 0.5 wt%인 경우 경화시간이 30분 경과되면 접착강도는 1.49 MPa로 최대가 되고 경화시간이 더 경과되면 접착강도는 감소하다가 0.86 MPa에 수렴한다. 촉매 양이 1.0 wt%인 경우 경화시간이 25분 경과되면 1.50 MPa로 최대가 되고 경화시간이 45분 경과되면 0.83 MPa에 수렴한다. D1E1의 경화거동은 ENB가 많이 혼합되면 경화가 빠르게 진행되어 경화시간은 짧아지지만 안정화된 접착강도는 동일한 촉매 양이 적용된 다른 경우에 비해 낮게 나타난다.

3.3.4 D3E1의 경우

Fig. 8에는 촉매 양을 각각 0.5 wt%, 1.0 wt%, 1.5 wt% 혼합한 D3E1의 경화시간에 따른 접착

강도가 나타나 있다. D3E1의 경우 경화시간이 경과되면 접착강도는 점차 증가하지만 경화시간이 더 경과되면 감소하다가 일정한 값에 수렴한다. 촉매 양이 0.5 wt%인 경우 경화시간이 60분 경과되면 접착강도는 1.72 MPa로 최대가 되고 경화시간이 더 경과되면 점차 감소하여 1.06 MPa에 수렴한다. 촉매 양이 1.0 wt%인 경우 경화시간이 45분 경과되면 1.76 MPa로 최대가 되고 경화시간이 더 경과되면 점차 감소하여 0.84 MPa에 수렴한다. 촉매 양이 1.5 wt%인 경우 경화시간이 30분 경과되면 접착강도는 1.70 MPa로 최대가 되고 경화시간이 60분 경과되면 0.80 MPa에 수렴한다. 또한 최대접착강도는 촉매 양에 무관하게 일정하지만 최대접착강도에 도달하는 시간은 촉매 양이 많아질수록 짧아진다. 자가치료제에 따른 최대접착강도, 최대접착강도에 도달하는 시간, 안정화된 접착강도는 촉매 양을 0.5 wt% 혼합한 D3E1의 경우 1.72 MPa, 120분, 1.06 MPa, D1E0의 경우 1.04 MPa, 60분, 1.03 MPa, D1E1의 경우 1.49 MPa, 30분, 0.86 MPa로 나타난다. 따라서 최대접착강도, 최대접착강도에 도달하는 시간, 안정화된 접착강도, 반응열 등의 결과로 미루어 볼 때 D3E1이 자가치료제로 적용하기에 가장 유리함을 알 수 있다.

4. 결 론

자가치료제 종류와 촉매 양에 따른 자가치료제의 중합 거동 조사를 통해 다음의 결론을 얻을 수 있었다.

- (1) 순수 DCPD인 D1E0의 경우 경화시간이 경과됨에 따라 경화가 진행되어 접착강도가 증가하다가 안정화된다. 또한 촉매 양이 많을수록 접착강도가 높아지고 촉매와의 반응도 빨라지지만 높은 접착강도와 짧은 경화시간을 얻기 위해서는 비교적 많은 양의 촉매가 필요하다.
- (2) 순수 ENB인 D0E1의 경우 촉매와 빠르게 반응하여 경화 초기에 높은 접착강도를 가지며 경화시간이 경과됨에 따라 접착강도

는 점차 감소하다가 안정화된다. 그러나 촉매와의 반응성이 우수하여 적은 양의 촉매로도 빠른 경화반응을 얻을 수 있지만 반응열이 높아 자가치료제로 적용하기 어렵다.

- (3) DCPD와 ENB가 혼합된 경우 경화시간이 경과됨에 따라 접착강도가 점차 증가하지만 경화시간이 더 경과되면 감소하다가 안정화된다. 최대접착강도는 촉매 양에 무관하게 일정하지만 최대접착강도에 도달하는 시간은 촉매 양이 많을수록 짧아진다.
- (4) 최대접착강도, 최대접착강도에 도달하는 시간, 안정화된 접착강도, 반응열 등을 고려할 때 본 연구에서 고려된 자가치료제 중 D3E1이 복합재의 손상보수에 가장 유리한 것으로 판단된다.

후 기

본 연구는 국방과학연구소 장기 개별기초 연구사업(복합재 구조 자가 손상보수 연구, UD130040JD)의 연구비로 수행되었음.

References

1. White, S.R., Sottos, N.R., Geubelle, P.H., Moore, J.S., Kessler, M.R., Sriram, S.R., Brown, E.N. and Viswanathan, S., "Autonomic Healing of Polymer Composite Materials," *Nature*, Vol. 409, No. 6825, pp. 794-797, 2001.
2. Kessler, M.R. and White, S.R., "Self-Activated Healing of Delamination Damage in Woven Composites," *Composites: Part A*, Vol. 32, No. 5, pp. 683-699, 2001.
3. Brandon, E.J., Vozoff, M., Kolawa, E.A., Studor, G.F., Lyons, F., Keller, M.W., Beiermann, B., White, S.R., Sottos, N.R., Curry, M.A., Banks, D.L., Brocato, R.,

- Zhou, N., Jung, S., Jackson, T.N. and Champaigne, K., "Structural Health Management Technologies for Inflatable/deployable Structures: Integrating Sensing and Self-healing," *Acta Astronautica*, Vol. 68, Issue 7-8, pp. 883-903, 2011.
4. Jin, H., Mangun, C.L., Griffin A.S., Moore, J.S., Sottos, N.R. and White, S.R., "Thermally Stable Autonomic Healing in Epoxy using a Dual-microcapsule System," *Journal of Advanced Materials*, Vol. 26, Issue 2, pp. 282-287, 2014.
5. Mookhoek, S.D., Blaiszik, B.J., Fischer, H.R., Sottos, N.R. and White, S.R., "Peripherally Decorated Binary Microcapsules Containing Two Liquids," *Journal of Materials Chemistry*, Vol. 18, Issue 44, pp. 5390-5394, 2008.
6. Sondari, D., Septevani, A.A., Randy, A. and Triwulandari, E., "Polyurethane Microcapsule with Glycerol as the Polyol Component for Encapsulated Self Healing Agent," *Journal of Engineering and Technology*, Vol. 2, No. 6 pp. 466-471, 2010.
7. Caruso, M.M., Blaiszik B.J., Jin, H., Schelkop, S.R., Stradley, D.S., Sottos, N.R., White, S.R. and Moore, J.S., "Robust, Double-Walled Microcapsules for Self-Healing Polymeric Materials," *ACS Applied Materials Interfaces*, Vol. 2, No. 4, pp. 1195-1199, 2010.
8. Odom, S.A., Jackson, A.C., Prokup, A.M., Chayanupatkul, S., Sottos, N.R., White, S.R. and Moore, J.S., "Visual Indication of Mechanical Damage Using Core-Shell Microcapsules," *ACS Applied Materials Interfaces*, Vol. 3, pp. 4547-4551, 2011.
9. Noh, H.H. and Lee, J.K., "Microencapsulation of Self-healing Agents Containing a Fluorescent Dye," *Express Polymer Letters* Vol. 7, No. 1, pp. 88-94, 2013.
10. Yuan, L., Liang, G.J., Xie, J.Q., Guo, J. and Li, L., "Thermal Stability of Microencapsulated Epoxy Resins with Poly(urea-formaldehyde)," *Polymer Degradation and Stability*, Vol. 91, Issue 10, pp. 2300-2306, 2006.
11. Brown, E.N., White, S.R. and Sottos, N.R., "Microcapsule Induced Toughening in a Self-healing Polymer Composite," *Journal of Materials Science*, Vol. 39, No. 5, pp. 1703-1710, 2004.
12. Rule, J.D. and Moore, J.S., "ROMP Reactivity of Endo- and Exodicyclopentadiene," *Macromolecules*, Vol. 35, No. 21, pp. 7878-7882, 2002.
13. Liu, X., Lee, J.K., Yoon, S.H. and Kessler, M.R., "Characterization of Diene Monomers as Healing Agents for Autonomic Damage Repair," *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 101, pp. 1266-1272, 2006.
14. Cho, S.H., Anderson, M., White, S.R., Sottos, N.R. and Braun, P.V., "Polydimethylsiloxane-based Self-healing Materials," *Advanced Materials*, Vol. 18, pp. 997-1000, 2006.
15. Kessler, M.R., Sottos, N.R. and White, S.R., "Self-healing Structural Composite Materials," *Composites : Part A*, Vol. 34, No. 8, pp. 743-753, 2003.
16. Caruso, M.M., Blaiszik, B.J., White, S.R., Sottos, N.R. and Moore, J.S., "Full Recovery of Fracture Toughness Using a Nontoxic Solvent-Based Self-Healing System," *Advanced Functional Materials*, Vol. 18, Issue 13, pp. 1898-1904, 2008.
17. Yoon, S.H., Park, H.W. and Heo, K.S., "Evaluation of Bond Performance of Self-Healing Agents Using Single Lap Shear Test," *Journal of Korean Society for Composite Materials*, Vol. 17, No. 4, pp. 40-46, 2004.

-
18. ASTM D1002, "Standard Test Method for Apparent Shear Strength of Single-Lap-Joint Adhesively Bonded Metal Specimens by Tension Loading (Metal-to-Metal)," *Annual Book of ASTM Standards*, Vol. 08.01, 2002.
 19. ASTM D2651-01, "Standard Guide for Preparation of Metal Surfaces for Adhesive Bonding," *Annual Book of ASTM Standards*, Vol. 08.01, 2002.