



HAL
open science

Fissuration des nouveaux composites multiaxiaux multiplis cousus sous chargements thermiques cycliques

Thi Thuy Quynh Nguyen, Pierre-Jaques Liotier, Alain Vautrin, Jean-Marc
Béraud

► **To cite this version:**

Thi Thuy Quynh Nguyen, Pierre-Jaques Liotier, Alain Vautrin, Jean-Marc Béraud. Fissuration des nouveaux composites multiaxiaux multiplis cousus sous chargements thermiques cycliques. 17èmes Journées Nationales sur les Composites (JNC17), Jun 2011, Poitiers-Futuroscope, France. pp.195. hal-00597089

HAL Id: hal-00597089

<https://hal.science/hal-00597089>

Submitted on 31 May 2011

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Fissuration des nouveaux composites multiaxiaux multiplis cousus sous chargements thermiques cycliques

Microcracking of new composites based on multiaxial multiply stitched performs under cyclical thermal loadings

Nguyen Thi Thuy Quynh¹, Liotier Pierre-Jaques¹, Vautrin Alain¹, Jean-Marc Béraud²

1 : Centre SMS, Laboratoire Claude Goux
École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne-F-42023 SAINT-ÉTIENNE CEDEX2
e-mail : nguyen@emse.fr

2 : HEXCEL Reinforcements, ZI les Nappes 38630 Les Avenières-France.

Résumé

Les nouveaux renforts composites constitués de nappes unidirectionnelles non-tissées cousues du type NCF (Non Crimp Fabrics) sont adaptés au procédé RTM (Resin Transfer Moulding) et conduisent à des structures composites plus complexes ou de grande taille. Cependant, la présence du fil de couture entraîne, après la mise en œuvre, l'existence de zones riches en résine à l'intérieur du matériau. Ces dernières, sous chargements thermiques cycliques, sont à l'origine d'un état spécifique de fissuration. Un nouveau cycle de chargement thermique ainsi qu'un critère d'endommagement en prenant en compte la particularité morphologique de ce type de matériau ont été mis sur pied pour caractériser la fissuration en se basant sur une méthode d'observation classique 2D et évaluer l'effet des coutures.

Abstract

Stitched multiaxial laminates NCF (Non Crimp Fabric) are interesting materials for manufacturing complex aeronautical composite structures by RTM (Resin Transfer Moulding) process. Stitched performs lead to more efficient ways to build on laminated structures, however they usually introduce particular morphology with resin-rich regions inside the materials. The latter loadings are the cause of a specific crack network when the materials are subjected to cyclical thermal loadings. New thermal cycles and damage index are defined by taking into account the morphological particularity of the material to characterize the microcracking based on classical 2D observation approach and to check the specific effect of the stitching.

Mots Clés : Chargement thermique cyclique, Microfissuration, Composites multiaxiaux multiplis cousus.

Keywords : Cyclical thermal loadings, Microcracking, Stitched multiaxial laminates.

1. Introduction

Les structures aéronautiques subissent, en service, des sollicitations spécifiques et multiples, à savoir la température et l'humidité. Le fait que ces paramètres environnementaux changent de façon cyclique en fonction du temps conduit à l'étude de la durabilité de ces matériaux sous cycles de vieillissement hygrothermiques. L'arrivée des nouveaux renforts composites constitués de nappes unidirectionnelles non-tissées cousues du type NCF (Non Crimp Fabrics) est un grand progrès des industries aéronautiques afin de fabriquer des pièces complexes ou de grande taille par le processus RTM (Resin Transfer Moulding). Le fil de couture, qui assemble les plis, n'est en général pas choisi pour améliorer les propriétés mécaniques du stratifié final mais pour faciliter la mise en œuvre des nappes. Ce procédé limite l'épanouissement des fils de carbone qui ont plutôt tendance à rester sous forme de fils maintenus par la couture, une grande perméabilité est également atteinte. Par conséquent, ce procédé entraîne, après la mise en œuvre, l'existence des larges zones riches en résine entre les mèches de carbone, même en dehors des zones de couture. Dans le contexte de notre projet, nous nous intéressons à un type particulier des matériaux composites 3D-NC2 (Non Crimp New Concept)-une amélioration des composites renforcés par NCF. L'objectif du travail est de définir un conditionnement cyclique solide pour pouvoir caractériser la performance du matériau.

La définition d'un paramètre pertinent adapté à ce type de composites multiaxiaux multiplis cousus sera nécessaire pour cette caractérisation de fissures

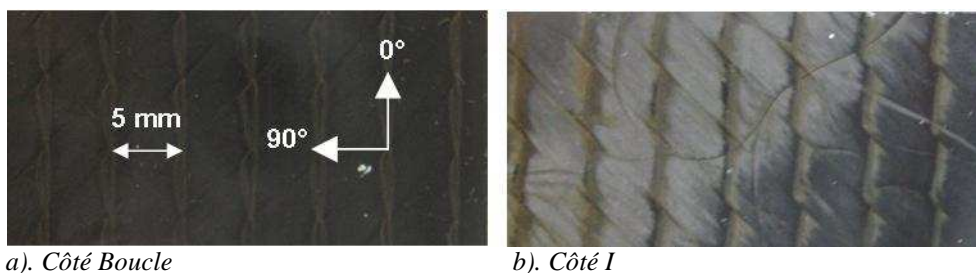
2. Matériaux

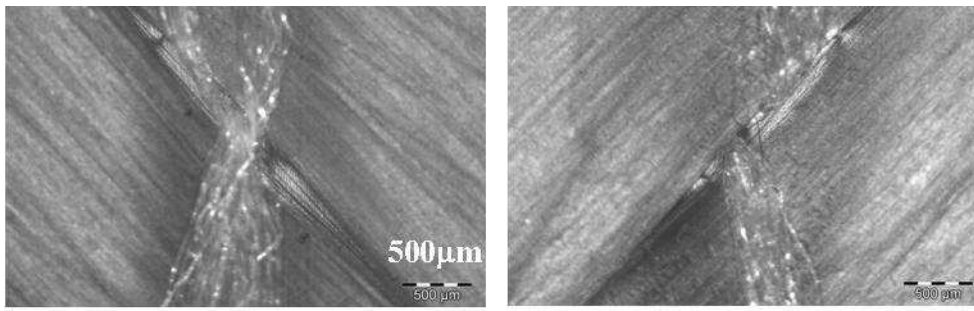
Deux familles de composites renforcés par NC2[®] [1] sont présentées dans cette étude : biaxial ([90/0/0/90]_S, [135/45/45/135]_S) et quadriaial (QI) ([135/0/45/90]_S). Ce type de matériau est une nouvelle génération des stratifiés renforcés par NCF multiaxiaux classiques. En effet, il s'agit d'un assemblage de multi plis unidirectionnels et non « multi fibres unidirectionnels » grâce à une étape supplémentaire : les plis unidirectionnels sont constitués de mèches de carbone qui sont préalablement étalées puis fixées à l'aide des fils thermofusibles de façon perpendiculaire aux fibres. Par conséquent, les multiaxiaux renforcés par NC2[®] possèdent un excellent alignement de fibres et l'espacement inter-fibres est considérablement diminué. La performance du matériau est donc améliorée sur certains aspects [1]. Les stratifiés étudiés dans ce travail sont constitués de deux nappes unidirectionnelles de Toho Tenax 12K HTS 5631 et de résine HexFlow[®] RTM6; chacune a son système de couture à part qui traverse toutes ses quatre plis de 0.25 mm d'épaisseur et de 268g/m² de masse surfacique. Les fils de couture sont respectivement en Novoloid[®] pour les biaxiaux et PET pour le QI. Les propriétés des constituants sont détaillées dans le Tab. 1. Les orientations de plis se réfèrent à la direction du fil de couture comme le montre Fig. 1. Bien que les fils de couture soient de différentes origines, ces matériaux ont la même densité de point de couture : 1 trou de couture tous les 5mm de long et de large (Fig. 1). Le seul but recherché en utilisant des coutures est de faciliter la mise en œuvre des nappes mais il est encore loin de métriser les effets liés dû à la perturbation des fibres aux endroits qu'il présente la section du fil [1,7,24,25,27]. Ceci entraîne aussi les zones concentrées de résine au niveau des trous de couture et à l'inter-nappes (Fig. 1 et Fig. 3). Le matériau est donc répétitivement hétérogène ce qui est dû à l'emplacement du fil de couture. Comme chaque nappe a son propre système de couture, le matériau n'a pas une morphologie parfaitement symétrique. Les deux faces externes des stratifiés sont nommées côté Boucle et côté I (Fig. 1) suivant la géométrie de la couture comme dans le travail précédent [1]. Il est considéré qu'il n'y a pas de différence dans le comportement de ces deux zones de perturbation dans certain travail [5].

Constituents	Nomenclature	Filement count	Filament Φ (μm)	Twist (t/m)	Density (g/cm ³)	Linear density (tex)
Fibre	Toho Tenax HTS 5631	12000	7	0	1.76	0.068
Resin	RTM6	-	-	-	1.14	-
Stitching yarn	PET (Polyester)	24	18	-	-	7.6
Stitching yarn	Novoloid [®]	-	-	-	-	30

Nomenclature	E (GPa)	ν	$\sigma_{\text{ens ultime}}$ (Mpa)	Elongation (%)	CTE (10 ⁻⁶ /K)	Service temperatures
Toho Tenax HTS 5631	238/25	0.27/0.028	4300	1.8	-0.1	[, 160°C]
RTM6	2.89	0.38	75	3.4	50	[-60°C, 180°C]
PET (Polyester)	8.4/[2.8, 4.1]	-	[55, 75]	21	[5, 50]/[40, 100]	[, 163°C]
Novoloid [®]	-	-	-	-	-	Non melting

Tab. 1. Propriétés des constituants du composite renforcé par NC2[®] (longitudinal/transversal)





c). Trou de couture du côté Boucle

d). Trou de couture côté I

Fig. 1. Vue de surface du QI renforcé par NC2®

Les données des propriétés du fil de couture sont fournies par le fabricant du matériau (HEXCEL Corporation) et sont complétés par des études de l'interface fil-polymer-résine [19] et sur des NCF cousus structurellement [5]. Bien que le fil PET soit anisotrope [19], les propriétés mécaniques du polyester (PET) sont proches de celles de la résine époxy [4,7] et ses CTE sont dans le même ordre de grandeur que celui de la résine. D'ailleurs, les résultats du travail récent [1] ont montré que ces deux types de fil ont un bon comportement de leur interface fil-résine et que le matériau ne fissure quasiment pas en utilisant le fil PET de même origine mais avec la densité linéique plus faible (23 dtex). Cependant, il faudrait étudier de façon plus approfondie dans cet aspect pour trouver la bonne relation entre la fissuration de ce type de matériau sous chargement thermique cyclique et la cohésion de l'interface résine-filament de couture.

3. Méthodes

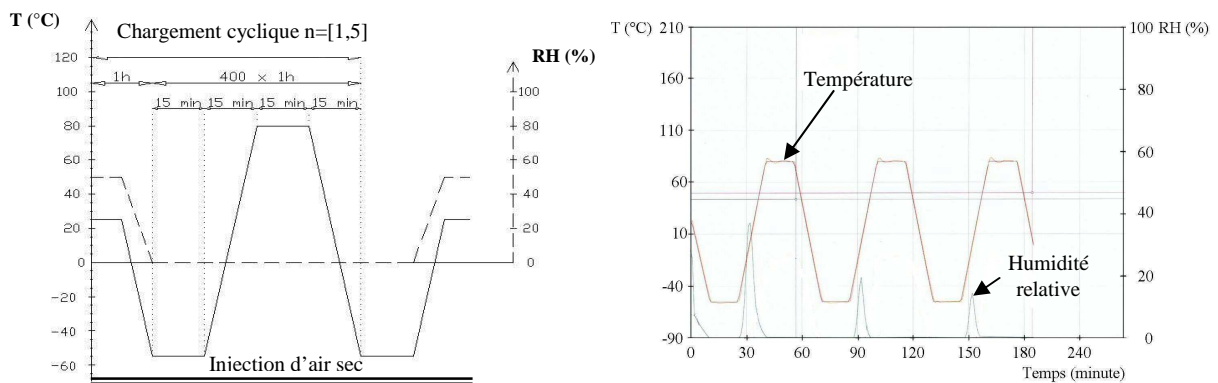
3.1. Cycle de conditionnement

L'effet hygrothermique est un paramètre important dans le domaine aéronautique car le matériau composite est prévu pour fonctionner sous différentes conditions environnementales. Par exemple : la durée de vie supposée des avions supersoniques correspond à environ 20,000 cycles thermiques [-55, 120°C] avec la somme de 80,000h (10 ans) des plateaux à 120°C [3]. C'est de là que viennent les cycles de vieillissement accélérés afin de pouvoir estimer la durabilité des matériaux dans le cadre d'essais de laboratoire. Certaines études sur l'effet de l'humidité dans les composites sont effectuées dans lesquelles des principales et d'importantes conclusions peuvent être faites : les cycles hydriques généralement accroissent le taux d'absorption d'humidité et diminuent les propriétés mécaniques du matériau [2,28]. Cependant, la relation entre les cycles et le comportement du matériau n'est pas encore bien maîtrisée. En effet, dans certaines limites et contextes, l'humidité peut modérer ou accentuer l'état de contrainte d'origine thermique du matériau [8,9,10]. Par exemple, le matériau peut diminuer la performance s'il est exposé pendant une certaine durée de temps sous un environnement froid et sec mais ce pourrait être moins sévère si l'environnement est froid mais humide [8,9,10]...La diffusion, la désorption ou la déshydratation de l'humidité est de plusieurs ordres de grandeur plus lente que celle de la température. Pour les applications à long terme des matériaux composites de matrice organique, la distribution non uniforme de l'humidité se produit dans les plis externes du stratifié dont la concentration d'eau s'ajuste aux conditions ambiantes. Cela n'est pas le cas pour les plis intérieurs du stratifié où l'humidité se déplace lentement le long du gradient de concentration d'humidité [28].

Dans la littérature, certains auteurs ont travaillé sur ce type de fatigue pour les matériaux composites sous différents cycles de conditionnement [1,2,3,13,15,20,23]. Plusieurs gammes de température ont été imposées pour le cyclage : -200 à 130°C [15], -55 à 150°C [3], ou -180, -150, -54 à 163°C [2],...Plusieurs types d'étude sur différents aspects : la microfissuration du composite sous vieillissement isothermique à haute température [2,3], sous l'effet de fatigue thermique seul ou sous l'effet de couplage avec oxydation [3], le développement de la fissuration sous différentes amplitudes de variation thermique [13,15] ou l'étude paramétrique sur l'effet de la variation de basse température [2,23]. La concentration d'eau à travers l'épaisseur du matériau a aussi été

analysée sous différents taux de variation de la température ainsi que sous différentes durées des plateaux de température haute et basse dans des cycles accélérés [2]. Une grande conclusion a été tirée à travers ces importants travaux : le seul composant qui affecte fortement la microfissuration du matériau dû au chargement thermique est le point basse température dans les cycles de conditionnement. En effet, quand la basse température diminue, la microfissuration initie plus tôt et est plus sévère pour un nombre de cycle donné [2,23].

Dans le travail récent [1] qui étudie sur ce même type de matériau (Multiaxiaux multiplis renforcés par NC2[®]), il a été montré que le cycle de conditionnement comportant une période de 12h à 50°C et 95% n'avait aucune signification liée à la concentration d'eau. C'est pourquoi un nouveau cycle de chargement thermique est défini dans le travail présent (Fig. 2) pour concevoir des essais accélérés afin d'analyser l'état de fissuration du matériau sous chargement cyclique purement thermique. Le cycle est composé de 5 blocs de 400 cycles d'une heure : 15 minutes pour chaque montée et descente [-55,80°C], 15 minutes pour chaque plateau à -55°C et 80°C. L'injection d'air sec est maintenue pour atteindre le niveau quasi nul d'humidité durant le conditionnement.



a). Cycle de conditionnement (Consigne)

b). Réponse du Climatic Testing System (CTS)

Fig. 2. Cycle de chargement purement thermique

3.2. Analyse 2D et critère d'endommagement

Dans un premier temps, le travail analyse la localisation des fissures par la méthode d'observation classique 2D et ensuite, il poursuivra la caractérisation de la fissuration par cette même méthode.

La température peut créer les effets négatifs dans le matériau composite à la fois physiquement et chimiquement. En effet, le retrait et la disparité thermique des plis peuvent conduire à la microfissuration, les réactions thermiques et l'oxydation couplée avec la diffusion d'oxygène peut générer des différents impacts sur la performance du matériau [2,3]. Les contraintes thermiques résiduelles peuvent être suffisantes pour créer un réseau régulier de fissures dans les composites multiaxiaux multiplis [15].

Il faut préciser que le travail présent étudie sur le comportement thermique cyclique d'une famille des composites renforcés par des nappes unidirectionnelles cousues. Le fil de couture utilisé a pour un seul but de faciliter la manipulation des nappes et non pas de renforcer le composite dans le sens transversal comme le travail réalisé par Koissin et al [5]. Dans ce dernier, la couture aide à baisser le délaminage et augmenter des contraintes ultimes mais toujours créer des zones de concentration contrainte-déformation qui mène à l'initiation d'endommagement du matériau. Un certains nombres de fissures ont été observées au voisinage du fil de couture [5], ce qui n'est pas ce cas d'étude dans lequel, il n'y avait quasiment pas de fissure trouvée à l'état initiale du matériau.

L'objectif de cette partie est de localiser les fissures et d'ajuster le paramètre qui pourra être pertinent pour caractériser la fissuration dans ce type de multiaxiaux multiplis cousus.

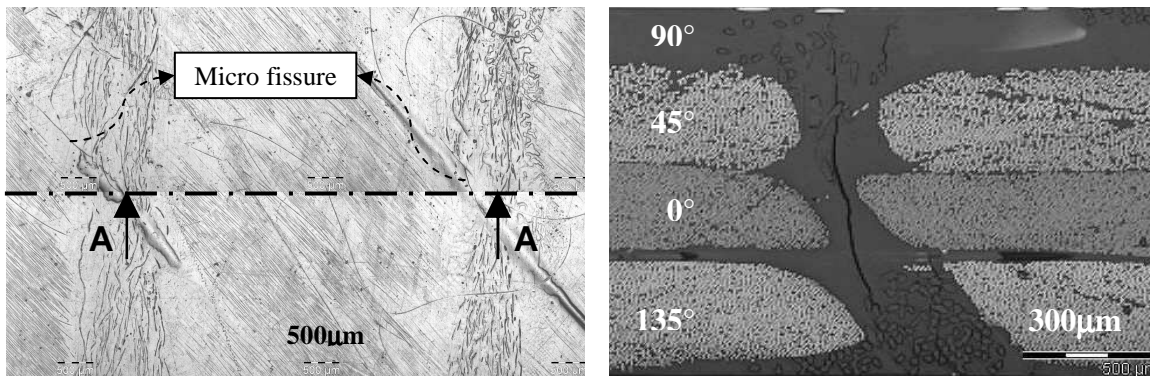
En général, la distribution de température est contrôlée par conduction avec le flux de chaleur régi par la loi de Fourier. La conductivité plane le long des fibres est supérieure à celle dans l'épaisseur et le flux de chaleur augmente vers/depuis les bords des spécimens. En conséquence, les fissures apparaissent d'abord sur les bords et puis à l'intérieur du composite [2]. La méthode de base utilisée

pour caractériser la microfissuration des matériaux due au cycle de chargement thermique est l'observation par métallographie destructive 2D [1, 2] et cela permet d'éviter les effets de bords des chants de l'éprouvette. L'existence du fil de couture fait que le matériau est hétérogène localement de façon répétitive (dû à la géométrie répétitive de couture) (Fig. 3) sur tout son ensemble par un réseau des zones riches en résine au niveau des trous de couture et à l'inter-nappes [1,5,7,24,25,27]. L'incompatibilité entre le coefficient de dilatation thermique de la résine, du fil de couture et celui du reste fait que sous chargement thermique cyclique appliqué, un réseau spécifique de microfissures a été trouvé initié et développé dans les zones riches en résine. La nécessité de la méthode d'observation 2D dans ce travail, pour ce type de matériau, est donc de viser le plan passant par les trous de couture en générale (Fig. 2) et par les fissures visibles à la surface en particulier (Fig. 4).

Le fait que le matériau étudié est composée de deux nappes multiaxiales avec des systèmes de couture indépendants fait que les zones de résine dans les deux nappes ne sont pas symétriques (Fig. 3) et il n'existe donc pas un pli plus épais (90° pour le QI et 90° ou 135° pour les biaxiaux) au centre du stratifié mais deux plis séparés d'épaisseur égale que ceux du reste. Cela est pour éviter d'avoir des zones denses de résine à l'inter-nappes et pour limiter la propagation de fissures qui est toujours plus favorisée dans les plis épais [2,15]. Toutefois, cette non-symétrie du système de couture dans les deux nappes (Fig. 1 et Fig. 3) pourra être analysée (paragraphe 4) pour pouvoir conclure si elle conduit à une différence de l'état de fissuration dans les deux nappes.



Fig. 3. Morphologie hétérogène du matériau (QI) – Plan d'observation passant par trous de couture.



a). Position du plan d'observation 2D

b). Microfissure dans un trou de couture

Fig. 4. Localisation des fissures d'origine thermique cyclique du QI.

a). Par rapport à la surface du matériau. b). Nappe [90/45/0/135] du QI

La densité linéique de fissure est couramment utilisée comme paramètre caractérisant la fissuration des matériaux composites [1,2,6,13,14,15,16,21,23,26,30,31,32]. Un autre paramètre qui pourra être pertinent pour étudier le problème est la longueur de fissure qu'utilisent certaines études [6,7,13,14,24,25,29,30,32,33] ou l'ouverture de fissure dans un nombre restreint de travail [7]. Dans le cadre de ce papier, la densité linéique de fissure a été choisie comme critère pour étudier l'endommagement du matériau sous chargement thermique cyclique. Le critère de densité de fissure utilisé par MCMANUS [2,30] et largement appliqué dans les travaux sur la fissuration des composites peut être écrit sous la forme (Eq. 1):

$$d = \frac{\sum_j N_j}{L_p} \quad (\text{Eq. 1})$$

Avec N_j : nombre de fissure dans le pli j pour une longueur d'observation L ; p : nombre de plis total du stratifié moins le nombre de plis dont les fibres de carbonnes sont parallèles au plan d'observation.

En effet, ce critère a pour but de caractériser la fissuration dans un plan perpendiculaire aux fibres de chaque pli. Or, de façon traditionnelle, microfissures sont les fissures qui apparaissent dans la matrice et orientent en parallèle aux fibres et elles sont généralement limitées à des groupes de plis de même orientation [2]. Il faut alors prendre en compte l'inclinaison de la direction des fibres de chaque pli par rapport au plan d'observation. D'autre part, une absence d'information sur l'état de fissures d'une des deux nappes peut arriver, dû au fait que les deux nappes du matériau n'ont pas forcément les trous des coutures alignés l'un par rapport à l'autre. De ceci vient le nouveau critère d'endommagement d_1 (Eq. 2), et qui est défini comme un paramètre intrinsèque, permettant de déterminer la densité linéique de fissures, afin de pouvoir comparer les stratifiés de séquence différente et ainsi de suite.

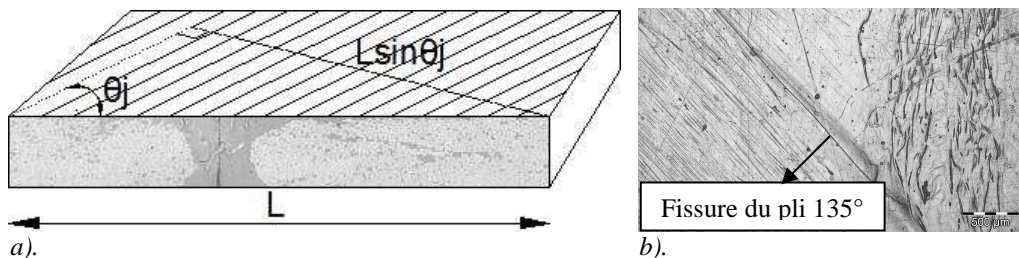


Fig. 5. a). Longueur effective $L \sin \theta_j$ pour une longueur d'observation L du pli incliné de θ_j ;
b). Image d'une fissure parallèle aux fibres d'un pli.

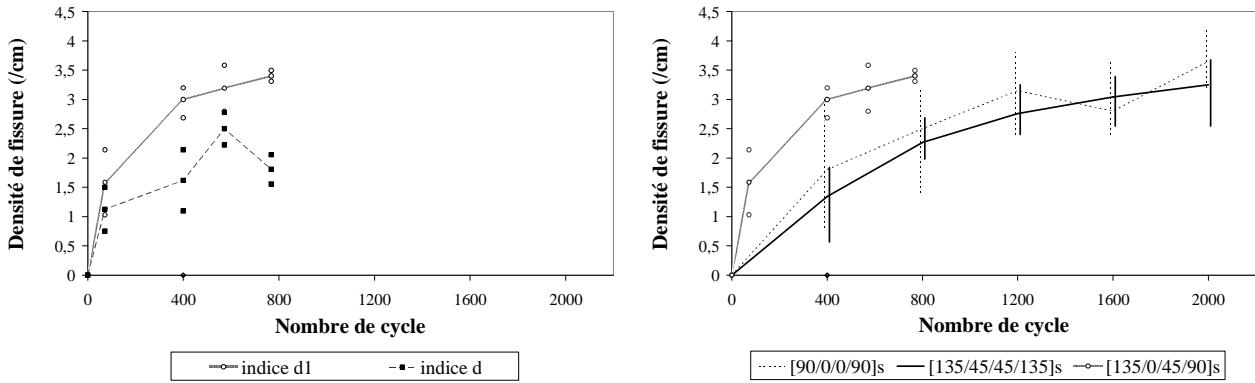
$$d_1 = \frac{\sum_j \frac{N_j}{\sin \theta_j}}{Lp} \quad (\text{Eq. 2})$$

Dans lequel, N_j : nombre de fissure dans le pli j dont la direction des fibres est inclinée d'un angle θ_j par rapport au plan d'observation, L : longueur d'observation; p : nombre de plis où les fissures peuvent être détectées.

Afin d'obtenir le plan d'observation visé et d'éviter les artéfacts d'origine mécanique dus à la découpe ou au polissage, un protocole spécifique a été mis en place pour la caractérisation de fissures dans le matériau [1]. Il s'agit de la découpe à la tronçonneuse par abrasion progressive à lame circulaire en carbure de silicium et le polissage MECAPOL P320 de PRESI en prenant progressivement du papier de grain plus grand à grain plus petit et en finissant par les tissus (3 et $1 \mu\text{m}$) avec suspension diamantée. Enfin, l'analyse de la fissuration est effectuée sous microscope de résolution maximale $0,14 \mu\text{m}$.

4. Densité de fissure et discussion

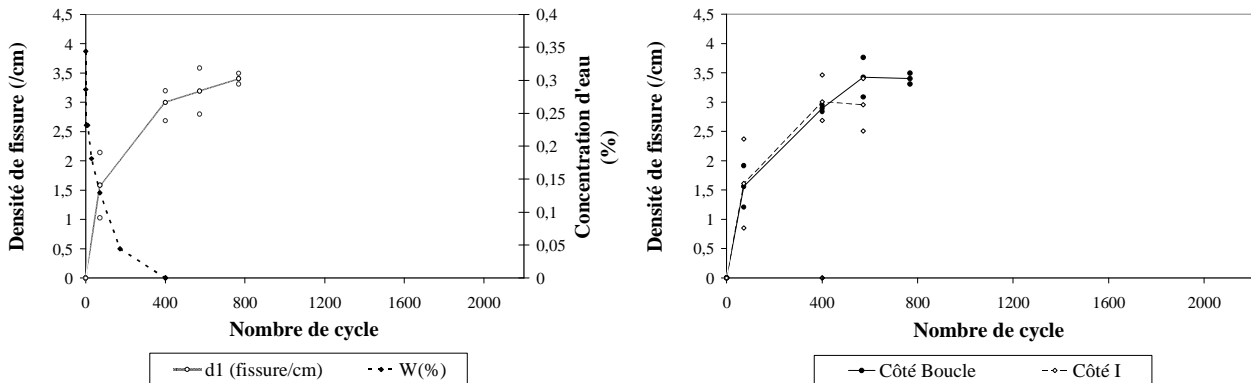
Bien que les cycles de vieillissement thermique ne soient pas complètement terminés, ceux des deux premiers blocs de chargement peuvent estimer la pertinence du nouvel indice de densité de fissures d_1 . En effet, la méthodologie d'observation particulière des chants des échantillons avec ce nouveau critère permettent de réduire la dispersion importante de fissures obtenue en utilisant l'indice d (Fig. 6) et qui pourrait signifier un comportement irrégulier du matériau, ce qui n'est pas le cas d'étude. Car, bien que ce travail soit basé sur la méthode d'observation destructive, les spécimens testés viennent cependant des mêmes plaques qui ont toutes une structure carrément répétitive des zones riches en résine où concentrent les fissures. Une diminution de fissure en augmentant le nombre de cycle ne serait donc pas bien logique. C'est pour cette raison que l'indice d_1 semble donner des résultats plus significatifs. Il s'agit des courbes $d_1=f(\text{cycles})$ (Fig. 6) dont l'allure est trouvée dans plusieurs travaux que l'on a abordés plus haut.



a). Densité de fissures du QI à travers les indices b). Comparaison entre les différents stratifiés en utilisant d_1
 Fig. 6. Densité de fissures des biaxiaux et du QI.

Le paramètre intrinsèque d_1 permet de comparer différents stratifiés de séquence différente : biaxiaux $[90/0/0/90]_s$, $[135/45/45/135]_s$ et QI $[135/0/45/90]_s$ (Fig. 6). Bien que le fil Novoloid (30 tex) ait une densité linéique bien plus grande que celle du PET (76 dtex), les biaxiaux comportent un état de fissures moins important. De la part des différents biaxiaux avec le même fil Novoloid, les stratifiés maintiennent leur comportement de fissuration quelque soit l'orientation le fil de couture.

La poursuite du conditionnement et de l'observation permet de confirmer si ces séquences de même densité de points de couture ont la même valeur critique de densité de fissures après un certain nombre suffisant de cycles.



a). b).
 Fig. 7. a). Densité de fissures et l'état hydrique du QI ; b). Densité de fissures dans les deux nappes du QI.

Dans la littérature, les auteurs ont prouvé que la réponse de ce type de microfissuration est typique. En effet, l'apparition de fissures est soudaine au bout d'un certain nombre de cycles et la densité de fissures augmente rapidement et se rapproche d'une valeur critique déterminée par la basse température dans le cycle [2,15]. Le nombre de cycles pour avoir l'initiation de fissures dépend aussi du niveau de la basse température. Pour certains types de séquence, des fissures peuvent apparaître dès le premier cycle thermique $[-200, 90^\circ\text{C}]$ [15].

Dans notre cas, pour un niveau de basse température à -55°C , les premières microfissures n'ont été trouvées qu'aux surfaces des spécimens à partir de 53 cycles pour le QI et aucune fissure n'a été trouvée au bout de 30 cycles. La première observation destructive n'a été faite qu'après 72 cycles (Fig. 7). Délaminage n'a pas été détectée jusqu'à 800 cycles. Pour des stratifié T300/914 carbone/époxy constitués des plis de 0° et 90° , délaminage apparaît uniquement lorsque l'étape de saturation du nombre de crack est atteint et aussi avec la grande amplitude $[-200, 90^\circ\text{C}]$ [15].

Sous l'effet de ce conditionnement, les matériaux ont été séchés et la concentration d'eau à l'intérieur du matériau diminue de façon importante (Fig. 7). Cela entraîne le matériau à un état non équilibre des contraintes internes. La variation de masse a été mesurée avec une balance analytique

dont la précision relative est de 10^{-4} g. Le matériau n'a pas été séché auparavant mais est cyclé à partir de l'état ambiant qui correspond à 0.34% de concentration d'eau. Cette concentration d'eau diminue au cours des cycles et les spécimens sont quasiment secs au bout de 400 cycles qui correspond à un état de fissure d'environ 3 fissures par cm. Ceci est équivalent à 1,5 fissures par boucle et pour ce type de matériau, jusqu'au 800 cycles, les fissures apparaissent la plupart qu'au niveau des trous de couture.

Les valeurs calculées indépendamment pour chaque nappe du matériau (Fig. 7) montre qu'il n'y a quasiment pas de différence entre les deux nappes du quadriaxial en terme de densité de fissures.

La caractérisation de l'état de fissuration dans les zones riches en résine se poursuit actuellement à l'aide d'une méthode microtomographique. L'objectif étant la caractérisation 3D du réseau de fissures liées aux coutures.

Références

- [1] P.J. LIOTIER, A. VAUTRIN, J.M. BERAUD, «Microcracking of composites reinforced by stitched multiaxials subjected to cyclical hygrothermal loadings», *Composites: Part A*, 42, pp 425-437, 2011.
- [2] T.G. REYNOLDS, H.L. MCMANUS, «Accelerated tests of environmental degradation in composite materials», *Composites Structure: Theory and practice, ASTM STP 1383*, pp. 513-525, 2000.
- [3] V.BELLENGER, J. DECELLE, N. HUET, «Ageing of a carbon epoxy composite for aeronautic applications», *Composites: Part B*, 36, pp 189-194, 2000.
- [4] T.C. TRUONG, D.S. IVANOV, D.V. KLIMSHIN, S.V. LOMOV, I. VERPOEST, «Carbon composites based on multi-axial multi-ply stitched preforms. Part 7: Mechanical properties and damage observations in composites with sheared reinforcement», *Composites: Part A*, 39, pp 1380-1393, 2008.
- [5] V. KOISSIN, J. KUSTERMANS, S.V. LOMOV, I. VERPOEST, B. VAN DEN BROUCKE, V. WITZEL, «Structurally stitched NCF preforms: Quasi-static response», *Composites Science and Technology*, 39, pp 1380-1393, 2008.
- [6] D.S. IVANOV, F. BAUDRY, B. VAN DEN BROUCKE, S.V. LOMOV, H. XIE, I. VERPOEST, «Failure analysis of triaxial braided composite», *Composites Science and Technology*, 69, pp 1372-1380, 2009.
- [7] D.S. MIKHALUK, T.C. TRUONG, A.I. BOROVKOV, S.V. LOMOV, I. VERPOEST, «Experimental observations and finite element modelling of damage initiation and evolution in carbon/epoxy non-crimp fabric composites», *Engineering Fracture Mechanics*, 75, pp 2751-2766, 2008.
- [8] S.W. TSAI, «Residual stresses and strains», *Composites design, Stephen W. Tsai*, pp 15.1-15.18, 1998.
- [9] S.W. TSAI, «Hygrothermal effects», *Composites design, Stephen W. Tsai*, pp 17.1-17.11, 1998.
- [10] R.S. Chen, G.S. Chen, J.R. Chen, «The effects of environmental humidity after post cure on the optimal temperature path of polymer composites», *Composite Structures*, 25, pp 101-111, 1993.
- [11] A. ZHOU, J. LESKO, «Introduction to FRP Composites», *Virginia Fiber-Reinforced Polymer Composites: Materials, Design, and Construction*, Septembre 20-21, 2006, Bristol, Virginia.
- [12] P. VADDADI, T. NAKAMURA, R.P. SINGH, «Inverse analysis for transient moisture diffusion through fiber-reinforced composites», *Acta Materialia*, 51, pp 177-193, 2003.
- [13] N. RAMANUJAM, P. VADDADI, T. NAKAMURA, R.P. SINGH, «Interlaminar fatigue crack growth of cross-ply composites under thermal cycles», *Composite Structures*, 85, pp 175-187, 2008.
- [14] T. YOKOZEKIA, T. AOKIA, T. ISHIKAWA, «Fatigue growth of matrix cracks in the transverse direction of CFRP laminates», *Composites Science and Technology*, 62, pp 1223-1229, 2002.
- [15] C. HENAFF-GARDIN, M.C. LAFARIE-FRENOT, D. GAMBY, «Doubly periodic matrix cracking in composite laminates Part 2: Thermal biaxial loading», *Composite Structures*, 36, pp 131-140, 1996.
- [16] A. ARGÜELLES, J. VIÑA, A.F. CANTELI, M.A. CASTRILLO, J. BONHOMME, «Interlaminar crack initiation and growth rate in a carbon-fibre epoxy composite under mode-I fatigue loading», *Composites Science and Technology*, 68, pp 2325-2331, 2008.
- [17] E. VAUTHIER, J.C. ABRY, T. BAILLIEZ, A. CHATEAUMINOIS, «Interactions between hygrothermal ageing and fatigue damage in unidirectional glass/epoxy composites», *Composites Science and Technology*, 58, pp 687-692, 1998.
- [18] A.S. SELVARATHINAM, Y.J. WEITSMAN, «A shear-lag analysis of transverse cracking and delamination in cross-ply carbon-fibre/epoxy composites under dry, saturated and immersed fatigue conditions», *Composites Science and Technology*, 59, pp 2115-2123, 1999.

- [19] S. DENG, B. QI, M. HOU, L. YE, K. MAGNIEZ, «Assessment of interfacial bonding between polymer threads and epoxy resin by transverse fibre bundle (TFB) tests », *Composites: Part A*, 40, pp 1698-1707, 2009.
- [20] J. JEDIDI, F. JACQUEMIN, A. VAUTRIN, «Design of accelerated hygrothermal cycles on polymer matrix composites in the case of a supersonic aircraft», *Composite Structures*, 68(4), pp 429–437, 2005.
- [21] K. VALLONS, SV. LOMOV, I. VERPOEST, «Fatigue and post-fatigue behaviour of carbon/epoxy non-crimp fabric composites», *Composites: Part A*, 40, pp 251-259, 2009.
- [22] C. HENAFF-GARDIN, M.C. LAFARIE-FRENOT, D. GAMBY, «Doubly periodic matrix cracking in composite laminates Part 1: General in-plane loading», *Composite Structures*, 36, pp 113-130, 1996.
- [23] CH. PARK, HL. MCMANUS, «Thermally induced damage in composite laminates: predictive methodology and experimental investigation», *Composites Science and Technology*, 56, pp 1209–1219, 1996.
- [24] V. CARVELLI, T. TRUONG CHI, M.S. LAROSA, S.V. LOMOV, C. POGGI, D. RANZ ANGULO, I. VERPOEST, «Experimental and numerical determination of the mechanical properties of multi-axial multi-ply composites», *ECCM 11 (Greece)*, 10p, 2004.
- [25] S.V. LOMOV, E.B. BELOV, T. BISCHOFF, S.B. GHOSH, T. TRUONG CHI, I. VERPOEST, «Carbon composites based on multiaxial multiply stitched preforms. Part 1. Geometry of the preform», *Composites: Part A*, 33, pp 1171-1183, 2002.
- [26] K. VALLONS, M. ZONG, SV. LOMOV, I. VERPOEST, «Carbon composites based on multi-axial multi-ply stitched preforms – Part 6. Fatigue behaviour at low loads: Stiffness degradation and damage development», *Composites: Part A*, 38, pp 1633-1645, 2007.
- [27] H. HEB, Y.C. ROTH, N. HIMMEL, « Elastic constants estimation of stitched NCF CFRP laminates based on a finite element unit-cell model », *Composites Science and Technology*, 67, pp 1081–1095, 2007.
- [28] GS. SPRINGER, «Environmental effects», *Composites design, Stephen W. Tsai*, pp 16.1-16.18, 1998.
- [29] S.V. LOMOV, D.S. IVANOV, T.C. TRUONG, I. VERPOEST, F. BAUDRY, K. VANDEN BOSCHE, H. XIE, «Experimental methodology of study of damage initiation and development in textile composites in uniaxial tensile test», *Composites Science and Technology*, 68, pp 2340–2349, 2008.
- [30] HL. MCMANUS, «Prediction of Thermal Cycling Induced Cracking in Polymer Matrix Composites», *NASA Langley Grant NAG-1-1493 Semi-Annual Report*, pp 1-170, 1994
- [31] C.HENAFF-GARDIN, M.C.LAFARIE-FRENOT, «The use of a characteristic damage variable in the study of transverse cracking development under fatigue loading in cross-ply laminates», *International Journal of Fatigue*, 24, pp 389-395, 2002.
- [32] C. HENAFF-GARDIN, M.C. LAFARIE-FRENOT, D. GAMBY, «Matrix cracking induced by cyclic ply stresses in composite laminates», *Composites Science and Technology*, 61, pp 2327-2336, 2001.
- [33] J.KALLRATH, V.ALTSTÄDT, JP. SCHLÖDER, HG. BOCK, «Analysis of fatigue crack growth behaviour in polymers and their composites based on ordinary differential equations parameter estimation», *Polymer Testing*, 18, pp 11-35, 1999.