



HAL
open science

Influence du cycle de cuisson sur le comportement en statique et en fatigue de composite carbone/époxy

Antoine Le Palabe, Yann Marco, Nicolas Carrère, Vincent Keryvin

► To cite this version:

Antoine Le Palabe, Yann Marco, Nicolas Carrère, Vincent Keryvin. Influence du cycle de cuisson sur le comportement en statique et en fatigue de composite carbone/époxy. JNC23 : Journées Nationales sur les Composites 2023, AMAC, UFC, Supmicrotech-ENSMM, CNRS, Jul 2023, Besançon, France. hal-04606796

HAL Id: hal-04606796

<https://hal.science/hal-04606796>

Submitted on 10 Jun 2024

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.

Influence du cycle de cuisson sur le comportement en statique et en fatigue d'un composite carbone/époxy

Influence of the curing kinetics on the static and fatigue performance of a continuous CFRP composite

LE PALABE Antoine^{1,2}, MARCO Yann², CARRERE Nicolas² et Keryvin Vincent¹

1 : UMR CNRS 6027, IRDL
Univ. Bretagne Sud

2 Rue le Coat Saint-Haouen, F-56321 Lorient
e-mail : antoine.le-palabe@univ-ubs.fr et vincent.keryvin@univ-ubs.fr

2 : UMR CNRS 6027, IRDL
ENSTA Bretagne

2 Rue François Verny, F-29200 Brest
e-mail : yann.marco@ensta-bretagne.fr et nicolas.carrere@ensta-bretagne.fr

Résumé

Les contraintes résiduelles thermo-induites ont suscité un intérêt croissant ces dernières années dans les composites thermodurcissables renforcés de fibres de carbone continues. Les chercheurs ont tentés de mieux comprendre la formation de ces contraintes et comment elles peuvent être maîtrisées. Ces études ont permis de mettre en évidence les effets des contraintes résiduelles sur les propriétés statiques des plis composites, en particulier leur résistance à la traction. Cependant, l'impact des contraintes résiduelles sur le comportement en fatigue reste une zone peu étudiée. La présente étude propose une méthode permettant de générer deux états de contraintes résiduelles distincts avec des propriétés mécaniques identiques. Des essais en quasi-statiques et en fatigue sont utilisés afin d'identifier l'impact des contraintes résiduelles. Alors que les tests statiques révèlent un impact sur l'historique de rupture des échantillons sans toutefois affecter la rupture finale, une approche statistique de création de courbes de fatigue, impliquant la construction de courbes S-N, ne révèle aucune différence significative de durée de vie entre les deux cas étudiés.

Abstract

Thermal residual stresses in thermoset continuous carbon fibre-reinforced composites have received growing attention in recent years. Researchers have sought to better understand how these stresses form and how they can be controlled. Such studies have led to insights into the effects of residual stresses on the static properties of composite plies, particularly their tensile strength. However, the impact of residual stresses on fatigue behaviour remains a relatively uncertain area. To address this gap, the present study proposes a method for generating two distinct residual stress states with identical intrinsic material properties. Static and fatigue tests are used in order to identify an impact of the residual stresses. While the static tests show an impact on the history of failure of the samples, but not on the final failure, a statistical fatigue approach involving S-N curve construction reveals no significant difference in lifetime.

Mots Clés : Composites stratifiés, Cuisson, Contrainte résiduelle, Fatigue

Keywords : Laminate composite, Curing, Residual stresses, Fatigue

1. Introduction

Dans un souci actuel d'économie d'énergie et d'amélioration des performances mécaniques, de nombreux fabricants de pièces composites, se posent des questions sur l'optimisation de leurs procédés de fabrication. Une des problématiques récurrentes est celle de la cuisson. Cette étape est souvent considérée comme la plus énergivore, mais est aussi l'une des plus importantes dans le procédé de fabrication. En effet, les propriétés mécaniques d'un matériau composite sont fortement dépendantes du mode de fabrication [1]. L'un des paramètres clé étant le cycle de cuisson (température et temps des paliers de cuisson). C'est pourquoi, il pourrait être intéressant de proposer une méthodologie permettant de modifier le cycle de cuisson avec des objectifs de performances mécaniques ou de diminution de l'impact énergétique.

Lors de la cuisson, des contraintes résiduelles sont générées. Elles peuvent avoir pour origine principale le différentiel de dilatation thermique entre les différents composants et entre les différentes orientations de plis [2, 3]. Nairn et Zoller et Chapman et al. [4, 5], montrent que la majorité des contraintes résiduelles sont stockées lors du refroidissement de la pièce. Ces contraintes résiduelles peuvent conduire à des modifications de géométries après démoulage des pièces. De nombreuses études portent sur l'impact de ces contraintes sur les propriétés mécaniques des composites, notamment sur la cinétique d'endommagement [6, 7, 8]. Il a alors été montré un impact non-négligeable de ces dernières en quasi-statique sur le seuil d'apparition des premières fissures transverses.

Il n'existe pas à notre connaissance d'étude portant sur l'étude de l'influence de ces contraintes résiduelles sur la tenue en fatigue. L'objectif de cette étude est de présenter une méthodologie permettant de prendre en compte l'effet du cycle de cuisson sur la génération des contraintes résiduelles pour étudier leur effet sur la tenue à très grand nombre de cycles. Dans ce cas d'étude, seules les contraintes stockées dans la phase de refroidissement seront considérées. Dans un premier temps, nous présenterons le matériau de l'étude ainsi que le procédé de fabrication. Un modèle de Kamal-Sourour [9] adapté par Fournier [10] sera utilisé afin de créer deux cycles de cuisson différents conduisant à un même niveau de réticulation. Les niveaux de contraintes résiduelles issues de ces deux cycles seront estimées expérimentalement à l'aide de la méthode du bilame par mesure de courbure [3]. Les deux états serviront alors à identifier un éventuel impact du cycle de cuisson sur les performances mécaniques, en statique et en fatigue. Du fait de la dispersion des données des courbes de fatigue, généralement observée pour les études de ce type de matériau, une approche probabiliste de création de courbe S-N, proposée par Sendekyj [11], sera utilisée. L'objectif étant de proposer une courbe moyenne de fatigue bornée par des probabilités de rupture à 5% et 95%. Enfin, les résultats obtenus des deux courbes de fatigues seront comparés afin d'identifier et de quantifier l'impact des contraintes résiduelles sur la durée de vie en fatigue.

2. Matériau et méthode

2.1. Matériau et fabrication

Le matériau utilisé dans cette étude est un composite pré-impregné à matrice therm durcissable (XB3515, Huntsman), renforcé de fibres de carbone continues de module standard (UTS50, Teijin) imprégné par Vitech Composites. La fraction volumique de fibres est de 51.5%. La fabrication des plaques a été effectuée dans les locaux de l'entreprise Avel Robotics (Lorient) et a bénéficié de leur savoir-faire.

Les différentes plaques utilisées dans cette étude sont fabriquées manuellement par empilement de plis unidirectionnels sous température et humidité contrôlées. Un compactage de -0.95 bar est effectué pour le premier pli de chacune des plaques, puis tous les deux plis suivants. Les plaques sont cuites en autoclave, sous une bâche étanche avec un suivi de la température à l'aide de 4 thermocouples : un pour le marbre, un pour la température ambiante et deux dans l'épaisseur du composite. Un contrôle métrologique avant et après cuisson permet de quantifier la proportion de résine perdue au cours de la cuisson afin de s'assurer d'un volume de fibre identique avant/après cuisson.

Le matériau de l'étude est un stratifié quasi-isotrope $[90 : -45 : +45 : 0]_s$. Les éprouvettes (de taille $250 \times 25mm^2$) utilisées pour les essais en statique et en fatigue, sont découpées dans des plaques de $600 \times 600mm^2$. Des plaques bilames $[0_2 : 90_2]$ (de taille $300 \times 300mm^2$), sont fabriquées afin de caractériser l'état de contraintes résiduelles (voir paragraphes 2.2 et 3.1). Différents essais complémentaires (non présentés ici) ont permis d'obtenir les propriétés du pli présentées dans le tableau 1. On donne ici α_L et α_T les coefficients de dilatation thermiques, longitudinal et transverse, du pli nécessaires à l'estimation des contraintes résiduelles générées dans le composite.

E_L [GPa]	E_T [GPa]	ν_{LT} [-]	G_{LT} [GPa]	α_L [$^{\circ}C^{-1}$]	α_T [$^{\circ}C^{-1}$]
120	7.7	0.34	3.5	$-2e^{-6}$	$4e^{-5}$

TAB. 1. – Propriétés thermomécaniques du pli composite (Isotropie transverse considérée)

2.2. Caractérisation post-cuisson

L'objectif de cette partie est de présenter la méthodologie utilisée afin de fabriquer des plaques quasi-isotropes présentant le même niveau de réticulation, mais au niveau de contraintes résiduelles différent.

Afin de créer ces deux cycles, un modèle phénoménologique de cuisson développé par Kamal et Sourour [9] et adapté par Fournier [10] a été identifié pour notre matériau. Le modèle défini par les équations Eq. 1, Eq. 2 et Eq. 3, permet via différents paramètres, d'estimer le niveau de conversion c en fonction du cycle de cuisson imposé. $c = 0$ correspond au matériau non réticulé et $c = 1$ au niveau de réticulation maximum. Les paramètres m et n donnent l'ordre de la réaction, là où les fonctions K_i (Eq. 3), donnent la dépendance à la température via un coefficient pré-exponentiel A_i , une énergie d'activation E_i et la constante des gaz parfait R . La fonction Eq. 2, permet quant à elle de représenter les phénomènes de diffusion responsables du ralentissement de la réaction. Elle est définie par deux paramètres c_f et b qui représentent respectivement le niveau de conversion maximal atteignable et la vitesse de réaction. Les différents paramètres du modèle ont été identifiés à l'aide de mesures isothermes en calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et sont introduits dans le tableau 2.

$$\frac{dc}{dt} = (K_1 + K_2 c^m)(1 - c)^n f d(c) \quad (\text{Eq. 1})$$

$$f d(c) = \left(\frac{2}{1 + \exp\left(\frac{c - c_f}{b}\right)} - 1 \right) \quad (\text{Eq. 2})$$

$$K_i(T) = A_i \exp\left(-\frac{E_i}{RT}\right) \quad (\text{Eq. 3})$$

m [-]	n [-]	A_1 [s^{-1}]	E_1 [kJ/mol]	A_2 [s^{-1}]	E_2 [kJ/mol]	c_f	b
1	2	4.17E10	1.08E02	4.60E09	8.96E01	$5.49E-03 \times T - 1.2E00$	$-1.94E-7 \times T + 2.20E-02$

TAB. 2. – Paramètres du modèle de Fournier [10] (voir (Eq. 1-Eq. 2-Eq. 3))

Les états de contrainte résiduelle sont caractérisés, qualitativement, en utilisant la méthode de la mesure de la courbure sur une plaque asymétrique équilibrée. La méthode est détaillée dans [3]. Cette application est spécifique aux composites stratifiés asymétriques. L'asymétrie d'un stratifié, engendre un couplage entre les effets de plaque et de membrane, créant une courbure dans la plaque. De plus, du fait de l'orthotropie des coefficients de dilatation thermique, le cycle de cuisson a pour effet de mettre chacun des plis en compression dans le sens des fibres et en traction dans le sens transverse. Plus le niveau de contrainte résiduelle est important plus la courbure sera grande. La mesure de la courbure se fait par traitement d'image du flan de la plaque.

Enfin, un modèle éléments finis permet l'estimation du niveau de contraintes résiduelles dans les plaques quasi-isotropes $[90 : -45 : +45 : 0]_s$. Dans notre cas, un simple modèle coque multicouche, thermo-élastique avec 3 points d'intégration dans chaque pli, est utilisé dans Abaqus.

2.3. Méthodologie pour la fatigue

2.3.1. Essais de fatigue

Les essais de fatigue sont réalisés avec un chargement cyclique sinusoïdal, où σ_{max} et σ_{min} sont les contraintes maximum et minimum appliquées. Le rapport de charge est $R = \sigma_{min}/\sigma_{max} = 0,1$ (solicitation de traction/traction) et la fréquence de sollicitation est de 2Hz. Cette fréquence permet de rester en accord avec la norme [12] et d'éviter un échauffement trop important (inférieur à 10°C). Pour éviter une concentration de contrainte dans les mors, des talons sont collés aux extrémités de l'éprouvette. Une machine servo-hydraulique MTS est utilisée avec serrage hydraulique afin d'éviter le glissement de l'éprouvette.

2.3.2. Approche statistique

La méthode définie par Sendekyj dans son article [11], est une approche probabiliste de construction de courbe de fatigue basée sur la théorie de la résistance résiduelle dans les composites. Elle permet de construire avec une probabilité de rupture donnée (en pratique la courbe moyenne bornée par deux probabilités de rupture à 5% et 95% est souvent utilisée). Cette approche est liée au type d'endommagement subi par l'échantillon au cours de la fatigue. Si le mode de rupture, en statique et en fatigue est identique, il est possible de convertir les données obtenues en fatigue, en données de rupture à contrainte statique équivalente. Pour effectuer cette conversion, il existe de nombreux modèles. Celui utilisé ici est de type "wear-out" à deux paramètres. La formulation est donnée par l'équation Eq. 4, où C et S sont deux constantes à identifier. Le paramètre C se rapporte au plateau initial de la courbe de fatigue (domaine oligocyclique) et le paramètre S est quant à lui rattaché à la pente initiale de la courbe de Whöler dans le domaine d'endurance limitée. L'identification de ces deux paramètres suit la méthode suivante :

1. sélection de deux paramètres C et S
2. à partir des résultats de fatigue (couple σ_{max} , nombre de cycle à rupture N_r), la contrainte à rupture équivalente est définie (équation Eq. 4),
3. identification d'une loi de Weibull à deux paramètres (équation Eq. 5).
4. choix d'un nouveau jeu de paramètres C et S .

Le jeu de paramètres optimaux (C , S) est celui qui conduit à la dispersion la plus faible (c'est-à-dire que le paramètre d'échelle γ du modèle de Weibull est maximal).

$$\sigma_{eq} = \sigma_{max}(1 + (N_r - 1)C)^S \quad (\text{Eq. 4})$$

$$P(\sigma_{eq}) = \exp \left[- \left(\frac{\sigma_{eq}}{\beta} \right)^\gamma \right] \quad (\text{Eq. 5})$$

3. Résultats et discussion

3.1. Estimation du niveau de contrainte résiduelle

En utilisant le modèle de cuisson présenté en section 2.2 deux cycles de cuissons très différents ont été définis afin de conduire à un taux de conversion, c , identique de 96% (cf figure 1). Le cycle lent est constitué de rampes de chauffe/refroidissement à 1°C/min. Le cycle rapide est constitué de rampes à 3°C/min et avec une température de cuisson maximale de 140°C contre 120°C. Dans un second temps, les taux de conversion sont mesurés (par DSC) sur les plaques et démontrent une réticulation comprise entre 94% et 96%. La méthode de la courbure donne ensuite une première distinction qualitative des états de contrainte résiduelle avec des rayons de courbure de 487 mm et 409 mm respectivement pour le bilame cuit lentement et rapidement. Cette observation expérimentale permet alors de statuer sur une réelle différence de niveau de contrainte résiduelle généré par les deux cycles de cuisson.

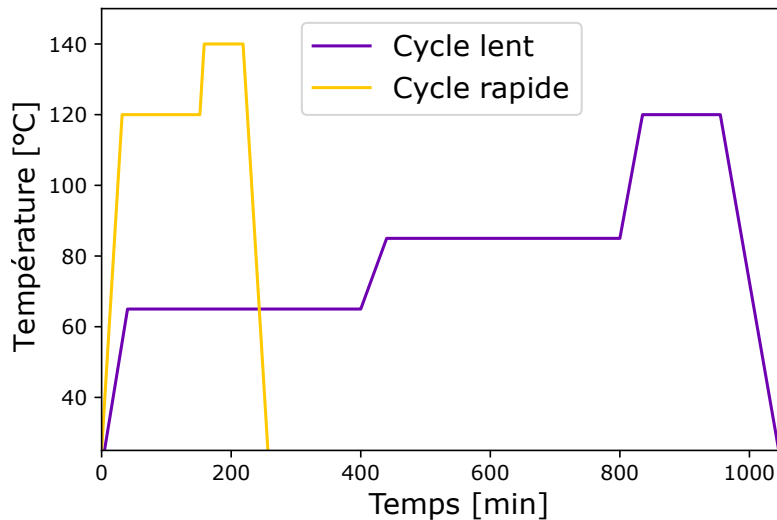


Fig. 1. – Cycles de cuisson utilisé pour l'étude

Les plaques bi-lames permettent de montrer que l'état de contraintes résiduelles obtenu est différent en fonction du cycle utilisé. Une estimation de ces contraintes, dans les plaques quasi-isotropes, est faite à l'aide d'un modèle éléments finis thermoélastique. Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau 3. On note une différence d'environ 4 MPa entre les deux cycles. Cet écart est non-négligeable et représente 12% de la contrainte admissible par les plis à 90°

Refroidissement lent		Refroidissement rapide	
σ_L	σ_T	σ_L	σ_T
-19	+19	-23	+23

TAB. 3. – Contraintes résiduelles en fonction du cycle de cuisson (en MPa) sur les plaques [90 : -45 : +45 : 0]_s

3.2. Essais quasi-statiques

Dans un premier temps, on s'intéresse à l'effet des contraintes résiduelles sur une sollicitation en quasi-statique. Les essais sont effectués en accord avec la norme [13]. Pour chacun des essais, les éprouvettes ont été instrumentées avec un système d'émission acoustique afin de cerner les phénomènes se produisant au cours de l'essai.

Les figures 2 et 3 montrent l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation $\Delta L/L_0$ mesurée à partir du déplacement de la traverse. Il peut être noté, dans un premier temps, sur ces deux figures une bonne répétabilité des essais. En effet, comme le montre le tableau 4, dans les deux cas, la contrainte à rupture se produit au même moment et avec une dispersion des résultats faible avec seulement 26 MPa d'écart au maximum pour la série ayant subi un refroidissement lent et 17 MPa pour celle ayant subi un refroidissement rapide. Dans un second temps, il peut être observé que ces courbes présentent toutes une chute significative du niveau de contrainte avant une rehausse et la rupture finale. En combinant l'analyse de la signature acoustique avec des essais interrompus, il a été possible d'incriminer le délaminage apparaissant entre les plis à $\pm 45^\circ$ comme responsable de cette chute brutale de contrainte. Dans les deux cas, le mode de rupture final est celui de rupture de fibre.

	Chute de contrainte [MPa]	Contrainte à rupture [MPa]
Refroidissement lent	598 ± 15	681 ± 26
Refroidissement rapide	649 ± 10	670 ± 17

TAB. 4. – Valeur de chute de contrainte et de contrainte à rupture pour les deux cycles de cuissons

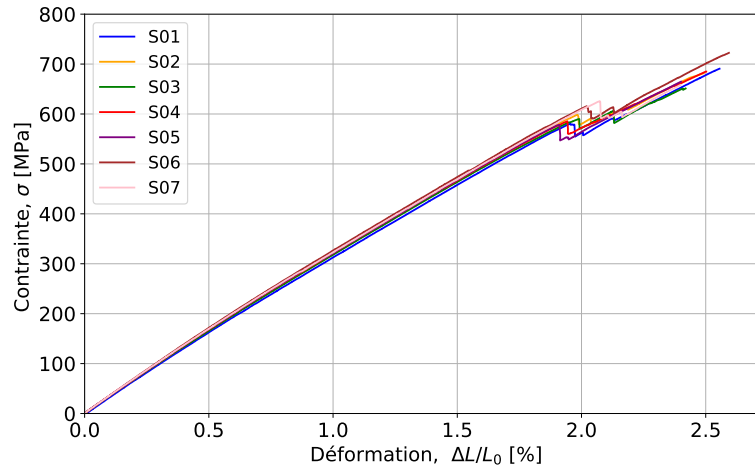


FIG. 2. – Courbes de traction pour les éprouvettes refroidies lentement

3.3. Essais de fatigue

Le tableau 5 donne les paramètres obtenus pour les deux identifications à l'aide des équations Eq. 5 et Eq. 4. Les résultats montrent que la principale différence entre les deux identifications apparaît dans les paramètres de plateau et de pente, respectivement, C et S . Il montre également, par le paramètre γ , que la dispersion obtenue dans le cas des spécimens refroidis rapidement est plus importante que celle obtenue avec les spécimens refroidis lentement. Cela peut s'expliquer par la présence d'un plus grand nombre d'essais pour la seconde condition (19 essais contre 13).

	γ [-]	β [MPa]	C [-]	S [-]
cycle lent	29.5	671	0.0120	0.039
cycle rapide	21.1	680	0.0802	0.040

TAB. 5. – Paramètres de la loi de Weibull (γ, β) et Sendeckyj (C, S) du modèle statistique

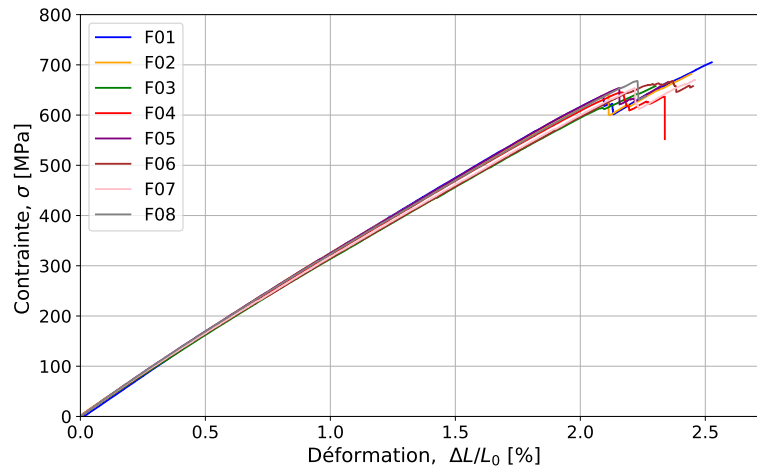


Fig. 3. – Courbes de traction pour les éprouvettes refroidies rapidement

Les différents essais pour les deux états de contraintes résiduelles ont été effectués pour le même rapport de charge et la même fréquence de sollicitation. De ce fait, il est possible de comparer les résultats sur la même courbe. La figure 4, montre la superposition des deux courbes de fatigue bornées, obtenues à l'aide de l'approche de Sendeckyj. Cette figure présente la différence de plateau initial des deux courbes. Elle permet aussi de visualiser la superposition des deux jeux de données ayant permis l'identification des modèles. En comparant les jeux de données, on note alors que les deux séries de points semblent mélangées. Dans la zone d'intérêt principale, entre 10^4 et 10^6 cycles, il ne semble pas y avoir de différence significative entre les points jaunes (données du refroidissement rapide) et les points violets (données du refroidissement lent). En considérant l'approche par courbe moyenne, on note une différence de durée de vie d'une décennie à contrainte appliquée égale. Cela tend à traduire un impact non-négligeable des contraintes résiduelles d'un point de vue mécanistique. À l'inverse, du fait de la dispersion et de la faible pente des courbes de fatigue, les bornes obtenues permettent de noter que les deux courbes moyennes se retrouvent entre les deux bornes de l'autre modèle. Cela traduit cette fois-ci un impact faible des contraintes résiduelles sur la durée de vie d'un point de vue dimensionnement. En effet, la différence entre les deux courbes de fatigue est trop peu marquée pour pouvoir être pris en compte de façon précise dans une approche de dimensionnement.

La faible différence entre les deux états est aussi notable si l'on considère les points de fatigue interrompue représentés par des flèches. On peut noter que pour des points ayant tenus plus de 10^6 cycles, la contrainte maximale admise est quasiment identique. Une nouvelle fois, la courbe moyenne indique une contrainte maximale admissible d'environ 450 MPa pour le refroidissement lent et d'environ 430 MPa pour le refroidissement rapide. Cet écart de 20 MPa n'est pas suffisamment conséquent pour distinguer de façon notable les deux états.

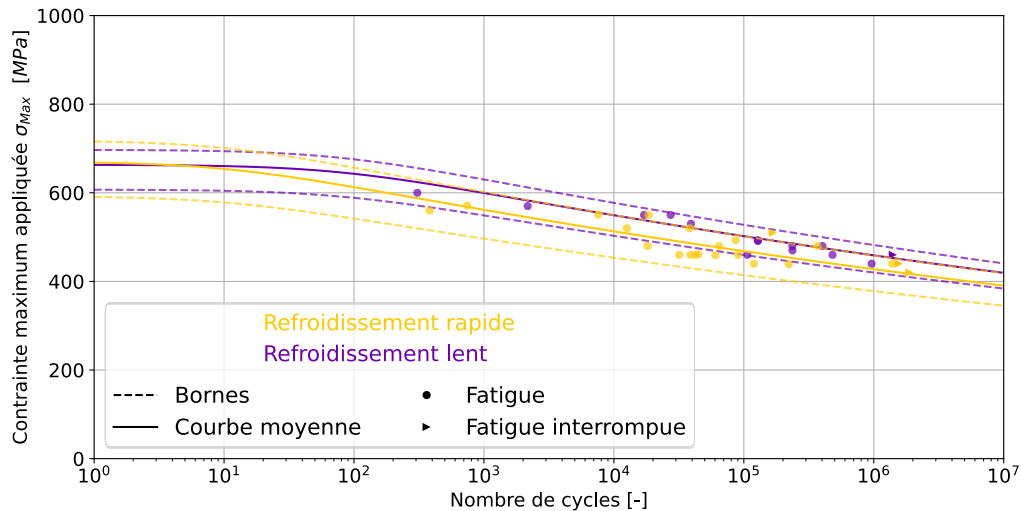


Fig. 4. – Superposition des courbes S-N obtenues pour les deux cycles de cuissons

4. Conclusion

Deux plaques composites carbone/époxy stratifiés d'UD ont été fabriquées. Deux cycles de cuissons ont été créés afin de générer deux états de contraintes résiduelles différents dans chacune des plaques. Les cycles ont été créés de façon à rester cohérents avec une application industrielle, en utilisant les limites de pilotage de l'autoclave disponible. La méthode de la courbure a permis de valider les deux cycles, en donnant deux rayons de courbures différents de 487 mm et 409 mm, respectivement pour le cycle lent et le cycle rapide. Le niveau de contraintes résiduelles généré dans les plaques quasi-isotropes $[90 : -45 : 45 : 0]_s$ a ensuite été estimé à l'aide d'un

modèle élément fini thermo-élastique. Ce dernier a permis de constater une différence de 4 MPa entre les deux niveaux de contrainte résiduelles.

Une analyse en quasi-statique a ensuite permis de montrer un impact des contraintes résiduelles sur l'historique de rupture avec la présence d'un délaminage important à des niveaux de contrainte différents dans les deux cas. Aucune différence n'a été notée sur la contrainte à rupture. Une étude en fatigue dans des conditions identiques de chargement sur le stratifié a été menée en traction/traction. L'utilisation d'une approche probabiliste a permis d'identifier une courbe S-N ainsi que la confiance associée. Cette superposition a montré qu'aucune différence majeure n'existe entre les bases de données. Elle a aussi montré que chacune des courbes moyennes se trouvait dans les bornes du second modèle. On peut alors en conclure que pour le cas de fatigue, en traction/traction, à rapport de charge $R = 0, 1$, sur un composite stratifié quasi-isotrope $[90 : -45 : 45 : 0]_S$ et dans un cadre de cuissons industriellement imaginables, les contraintes résiduelles ne semblent pas avoir d'impact majeur sur la durée de vie en fatigue du stratifié. La différence observée expérimentalement reste trop faible pour pouvoir être intégrée de façon précise lors de la phase de dimensionnement de structure.

Remerciements

Nous tenons à remercier Avel Robotics pour le temps et l'expérience qu'ils ont consacrés à la fabrication des différentes plaques. La Région Bretagne et l'UBS sont remerciées pour le financement de la thèse de M. LE PALABE.

Références

- [1] L. Davies, R. Day, D. Bond, A. Nesbitt, J. J. Ellis, E. Gardon « Effect of cure cycle heat transfer rates on the physical and mechanical properties of an epoxy matrix composite », *Composites Science and Technology* Vol. 67 n° 9, pp. 1892–1899, 2007.
- [2] P. P. Parlevliet, H. E. Bersee, A. Beukers « Residual stresses in thermoplastic composites—A study of the literature—Part I : Formation of residual stresses », *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* Vol. 37 n° 11, pp. 1847–1857, 2006.
- [3] M. M. Shokrieh, Residual stresses in composite materials, Woodhead publishing, 2014.
- [4] J. A. Nairn, P. Zoller « Matrix solidification and the resulting residual thermal stresses in composites », *Journal of Materials Science* Vol. 20, pp. 355–367, 1985.
- [5] T. Chapman, J. Gillespie Jr, R. Pipes, J.-A. Manson, J. Seferis « Prediction of process-induced residual stresses in thermoplastic composites », *Journal of composite materials* Vol. 24 n° 6, pp. 616–643, 1990.
- [6] L. Asp, L. A. Berglund, R. Talreja « Prediction of matrix-initiated transverse failure in polymer composites », *Composites Science and Technology* Vol. 56 n° 9, pp. 1089–1097, 1996.
- [7] B. Fiedler, M. Hojo, S. Ochiai « The influence of thermal residual stresses on the transverse strength of CFRP using FEM », *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* Vol. 33 n° 10, pp. 1323–1326, 2002.
- [8] L. Zhao, N. Warrior, A. Long « A micromechanical study of residual stress and its effect on transverse failure in polymer–matrix composites », *International Journal of Solids and Structures* Vol. 43 n° 18-19, pp. 5449–5467, 2006.
- [9] M. Kamal, S. Sourour « Kinetics and thermal characterization of thermoset cure », *Polymer Engineering & Science* Vol. 13 n° 1, pp. 59–64, 1973.
- [10] J. Fournier, G. Williams, C. Duch, G. A. Aldridge « Changes in molecular dynamics during bulk polymerization of an epoxide- amine system as studied by dielectric relaxation spectroscopy », *Macromolecules* Vol. 29 n° 22, pp. 7097–7107, 1996.
- [11] G. P. Sendeckyj « Life prediction for resin-matrix composite materials », in : Composite materials series, vol. 4, Elsevier, , pp. 431–483, 1991.
- [12] ISO-13003 « Fibre-reinforced plastics - Determination of fatigue properties under cyclic loading conditions », 2003.
- [13] ISO527-5 « Determination of tensile properties-Test conditions for unidirectional fibre-reinforced plastic composites », 2009.