

論文

극저온 환경에서 탄소섬유강화 복합재의 인장 물성에 관한 연구

김명곤*, 강상국*, 김천곤**+, 공철원**

A Study on Tensile Properties of CFRP Composites under Cryogenic Environment

Myung-Gon Kim*, Sang-Guk Kang*, Chun-Gon Kim**+, Cheol-Won Kong**

ABSTRACT

In this study, mechanical tensile properties of carbon fiber reinforced polymeric (CFRP) composite cycled with thermo-mechanical loading under cryogenic temperature (CT) were measured using cryogenic environmental chamber. Thermo-mechanical tensile cyclic loading (up to 10 times) was applied to graphite/epoxy unidirectional laminate composites for room temperature (RT) to -50°C, RT to -100°C and RT to -150°C. Results showed that tensile stiffness obviously increased as temperature decreased while the thermo-mechanical cycling has little influence on it. Tensile strength, however, decreased as temperature down to CT while the reduction of strength showed little after CT-cycling. For the analysis of the test results, coefficient of thermal expansion (CTE) of laminate composite specimen at both RT and CT were measured and the interface between fiber and matrix was observed using SEM images.

초 록

본 연구에서는 환경 챔버를 이용한 극저온 환경에서, 열-하중 사이클에 따른 탄소섬유강화 복합재의 인장 물성 변화를 고찰하였다. Graphite/epoxy 일방향 복합재 시편에 대하여 시편 상온파손하중의 절반을 가한 상태에서, 상온에서 -50°C, -100°C, 그리고 -150°C 까지 각각 3회, 6회, 그리고 10회의 열-하중 사이클을 수행한 후 복합재의 인장 강도와 강성을 측정하였다. 그 결과, 온도가 낮아질수록 복합재의 인장 강성을 증가한 반면, 인장 강도는 감소함을 보였다. 그러나 복합재의 인장 강성은 저온 사이클 횟수에 거의 영향을 받지 않았으며 인장 강도는 사이클을 수행하지 않았을 때보다 오히려 저온 사이클 수행 후 증가함을 확인할 수 있었다. 따라서 실험결과의 고찰을 위해 저온에서 복합재 시편의 열팽창계수를 측정하였고, 주사 전자 현미경 사진을 통해 섬유와 모재의 계면을 분석하였다.

Key Words: 탄소섬유강화 복합재료(carbon fiber reinforced composite, CFRP), 극저온(cryogenic), 인장시험(tensile test), 열-하중 사이클(thermo-mechanical cycle)

1. 서 론

액체연료는 기존에 쓰이던 고체연료에 비해 높은 비추력(specific impulse)을 가지기 때문에 구조 경량화를 요구하는 위

성 발사체나 로켓 등의 연료로 많이 사용되고 있다[1]. 또한 충전하여 재사용할 수 있는 장점이 있기 때문에, 최근에는 재사용 발사체(reusable launch vehicle, RLV)의 연료로서 액체연료 추진제를 사용하는 연구가 활발히 진행 중이다. 액체연료 추진

* 한국과학기술원 기계공학과 항공우주공학전공

**+ 한국과학기술원 기계공학과 항공우주공학전공, 교신저자(E-mail:cgkim@kaist.ac.kr)

** 한국항공우주연구원 구조그룹

제 탱크는 높은 비강성(specific stiffness), 비강도(specific strength) 등을 요구할 뿐만 아니라 액체연료가 극저온 상태로 저장되기 때문에 낮은 열전도도(thermal conductivity)와 열팽창계수(coefficient of thermal expansion, CTE)를 갖는 재료를 필요로 하며, 이에 적당한 재료로서 탄소섬유강화(carbon fiber reinforced polymeric, CFRP) 복합재료가 주목 받고 있다 [2].

미국의 NASA는 액체수소(LH₂)와 액체산소(LOX)를 연료로 사용하는 DC-XA 로켓과 RLV 개발의 일환으로 제작된 X-33, 34의 추진제 탱크의 구조재로서 CFRP 복합재 샌드위치 구조를 사용하였다[3]. 그러나 극저온 환경 하에서, 복합재 샌드위치 구조는 보강재와 모재 간의 서로 다른 열팽창계수 차이로 생기는 열응력으로 인해 미소균열(micro-crack)이 발생하고, 미소균열을 통해 고압의 연료가 복합재 내부로 침투하게 된다. 더욱이 연료탱크가 열적 사이클(thermal cycle)을 가질 때 미소균열은 열리고 닫힐을 반복하게 되고, 결과적으로 복합재 샌드위치 구조의 외피(outer skin)가 심재(core)와 분리되는 현상이 발생한다. 결국에는 이러한 문제점으로 인해 액체연료의 누설(leakage)이나, 전체적인 탱크구조의 기계적 물성 저하를 초래하게 된다[4].

상온(room temperature, RT)에서 극저온 영역까지 온도가 변함에 따라, 복합재는 기계적, 열적 물성의 변화를 겪게 된다. 더욱이 열적 사이클이나 극저온 환경에서 복합재에 기계적인 하중이 가해졌을 때에는 복합재 내부에 미소균열이 발생하게 되는데, 이러한 하중이 지속적으로 가해지면 복합재 내에서는 미소균열이 성장하여 각 층(ply) 간의 충간분리(delamination)를 일으키게 되며, 결국에는 복합재 물성의 저하를 초래하게 된다. 따라서 열적 사이클과 극저온 노화(cryogenic aging)로 인한 복합재의 기계적 물성에 관한 연구가 많이 수행되어 왔다. Karen 등[5]은 -184°C에서 555시간 동안 하중을 가하여 노화시킨 복합재의 기계적 물성 측정을 통해, 온도가 낮아질수록 섬유방향의 인장강도는 감소하다가 다시 증가하는 경향이 있음을 보였으며, 인장강성은 대체적으로 감소하나 그 크기는 크지 않음을 확인하였다. Aoki 등[6]은 액체헬륨온도(-269°C)에서의 탄소섬유복합재의 강도가 상온강도의 약 80%로 저하됨을 보였고, 이는 섬유와 모재간의 열팽창계수 차이로 생기는 잔류응력(residual stress)으로 인해 초기의 하중에서 미소균열이나 충간분리가 일어났기 때문임을 음향 방출(acoustic emission, AE)실험을 통해 확인하였다. Timmerman 등[7]은 일방향 CFRP 복합재를 액체질소 용기(bath)에 담근 후 상온으로 재가열(reheating)시키는 열적 사이클로 실험을 수행하였는데, 초기 사이클에서 미소균열의 밀도(micro-crack density)가 포화상태에 도달함을 보였다. 또한, Hartwig 등[8]은 극저온에서 취성(brittleness)이 높은 모재와 연성(ductility)이 좋은 모재의 조합을 통한 피로시험을 수행한 결과, 섬유방향의 피로강도는 비록 섬유지배 물성이라 해도 모재의 종류에 많은 영향을 받는다는 것을 보였다. 또한 섬유가 낮은 강성을 갖거나, 낮은 섬유수직방향의 강도를 가질 때 모재의 영향이 더욱 커진다는 결과를 얻었다.

추진제 탱크는 처음 제작 시부터 발사 운용 시까지 수회 또는 수십 회의 액체연료 주입과 방출을 경험한다. 따라서 기계적 하중과 열적 사이클이 동반된 CFRP 복합재의 물성 관찰 연구는 필수적이다. 본 연구에서는 극저온 열-하중 사이클 훑수에 따른 CFRP 복합재의 일방향 인장 물성 변화를 고찰하였으며, 온도에 따른 기계적 특성 변화를 예측하기 위해 상온, -50°C, -100°C, 그리고 -150°C에서 CFRP 복합재의 인장 물성과 열팽창계수를 측정, 비교하였다.

2. 극저온 환경 모사 장비 및 변형률 측정방법

본 연구에서는 환경 챔버(environmental chamber)를 사용하여 극저온 인장 시험 장치를 구성하였으며, 저온에서의 변형률 측정을 위해 저온용 변형률 계이지와 저온용 리드 선(lead wire)을 사용하여 극저온에서의 인장 물성 실험 환경을 조성하였다. 환경 챔버는 -150°C까지 온도 범위를 가지며, 액체 저온 매체(medium)를 기화하여 온도를 낮추는 방식을 사용하는 Instron 3119-407이다.

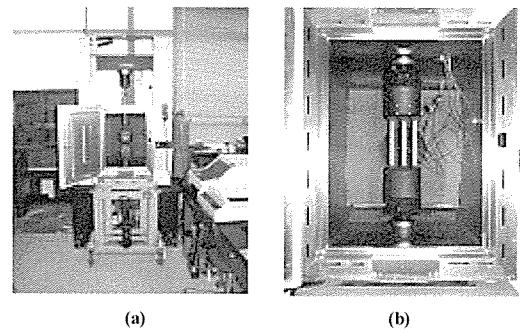


Fig. 1 Experimental setup for cryogenic tensile test and 3-jaw tensile grips.

챔버는 Fig. 1(a)와 같이 챔버 안에 그립이 들어가도록 Instron 4202와 결합한 후 유리석면을 이용해 단열시켰으며, 세이징치를 사용하여 온도를 제어하였다. 챔버는 ±2°C의 온도 오차범위를 갖는다. 일반적으로 상온에서 저온으로 온도를 낮추는 시간은 저온매체의 압력상태에 의존하는데, 동일한 저온도달시간(cooling time)을 갖게 하기 위해 공압 질소를 매체로 사용하는 가압장치를 연결한 후 용기내의 압력을 1.5기압(22psi)으로 유지시켰다. 실험에서 사용된 저온매체는 액체질소로서 -196°C의 끓는점(boiling point)을 갖는다. 또한, 단일 그립으로 극저온 사이클을 수행하기에는 시간과 비용이 많이 소모되기 때문에 Fig. 1(b)와 같이 3개의 시편에 동시에 균일한 하중을 분포 시킬 수 있는 3조 쇄기형태의 그립(wedge type grip)을 제작하였다. 3조 그립은 열-하중 사이클을 수행하는 과정에서만 사용되었으며, 인장시험에서는 단일 조(single-jaw)를 갖는 그립을 사용하였다.

한편, 변형률 계이지 자체도 열팽창계수를 가지고 있으므로 극저온에서 계이지 수축이 발생하여 정확한 변형률을 측정에 오차를 가져온다. 따라서 이러한 열변형률을 배제하기 위해 변형률 계이지 자체의 변형률을 상쇄시킬 수 있도록 하프브리지(half bridge) 회로를 구성하여 변형률을 측정하였다.

3. 극저온 인장실험

3.1 실험 개요

본 실험에서는 상온-극저온의 열적 사이클을 겪으며 기계적 하중을 동시에 받는 graphite/epoxy (Gr/Ep) 복합재의 인장 물성 변화를 측정하는 것을 목적으로 하고 있다. 시편은 (주)한국화이바에서 생산한, Gr/Ep 프리프레그 테이프로 [08]T 적층하여 제작하였으며, 시편의 폭과 전장, 텁의 길이는 ASTM D3039 방법을 참조하여 가공하였다. 또한, 극저온에서는 시편과 텁(tab)의 열팽창계수 차이로 인해 생기는 전단응력으로 시편과 텁이 분리되는 현상이 발생하였는데, 이러한 문제를 방지하기 위해 비교적 강성이 낮아 시편의 변형을 잘 따라갈 수 있는 연마포(emery cloth)를 사용하여 텁을 제작하였다.

제작된 시편에 대하여 상온에서 인장시험을 수행한 결과, 시편의 평균 하중은 약 28kN으로 측정되었다. 또한, 실험 결과 분석을 위해 성형 시에 같은 적층판에서 얻어진 시편의 섬유체 적비를 ASTM D2584 방법을 이용하여 수지를 배운 후 측정하였다. 시편의 평균 섬유체 적비는 70%로 측정되었다.

3.2 열-하중(thermo-mechanical) 사이클

극저온 열하중과 기계적 하중을 동시에 받는 위성발사체의 탱크 환경을 모사하기 위해, 제작된 3조 인장 시험용 그립을 이용하여 3개의 시편에 동시에 열-하중 사이클을 수행하였다. Gr/Ep 일방향 복합재 시편에 적용된 각각 -50°C, -100°C, -150°C의 열-하중 사이클 과정은 Fig. 2와 같다.

Fig. 2는 Gr/Ep 일방향 복합재 시편에 적용된 열-하중 사이클 선도를 보여준다. 복합재 시편의 안전계수(safety factor)를 2.0으로 가정하여 시편 상온파손하중의 50%에 해당하는 하중을 상온에서 시편에 가한 후[5], 저온에 도달하기까지 가압장치를 이용해 균일한 냉각시간을 유지하였다. 저온 도달 후에는 시편의 수축으로 발생하는 열하중을 로드셀(load cell)을 통해 측정한 후 부가적인 하중이 시편에 작용하지 않도록 지속적으로 열하중을 제거하였다. 그리고 열하중이 거의 발생하지 않는 상태를 열평형으로 간주하였는데, 시편이 열평형에 도달하기까지는 약 30분이 소요되었다. 그리고 다시 하중을 제거하고 상온으로 유지하였으며 상온에서 1시간 동안 유지시켰다. 또한 건조기기(dryer)를 사용하여 시편에 생긴 수분을 제거하였다.

따라서 한 사이클에 소모되는 시간은 약 2시간 정도이다.

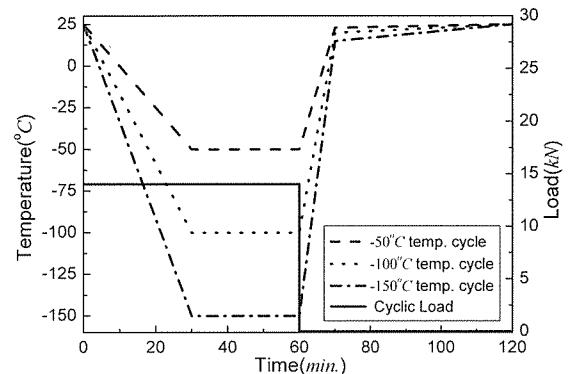


Fig. 2 Thermo-mechanical cycle for UD graphite/epoxy composite.

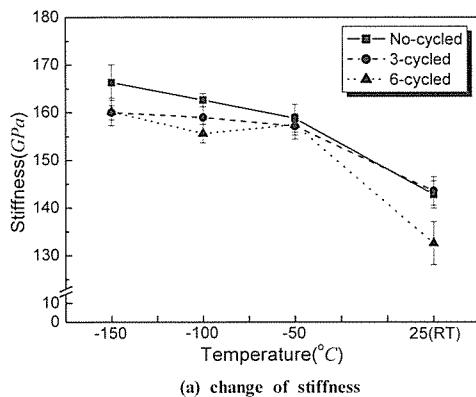
3.3 Graphite/epoxy 일방향 복합재의 인장시험

위성 발사체의 추진제 탱크는 제작, 시험 시부터 발사 시까지 수회 또는 수십 회의 액체연료의 주입과 방출을 겪는다. 따라서 본 실험에서는 3.2 절의 Fig. 2와 같은 열-하중 사이클을 각각 3회, 6회의 극저온 저-사이클(low-cycle)을 수행한 시편에 대하여 -50°C, -100°C, 그리고 -150°C에서 인장 강성과 강도를 측정하였다. 또한, 극저온 사이클의 영향을 알아보기 위해 상온에서 동일한 하중조건과 사이클을 수행한 복합재 시편의 강성과 강도를 측정하여 비교하였다.

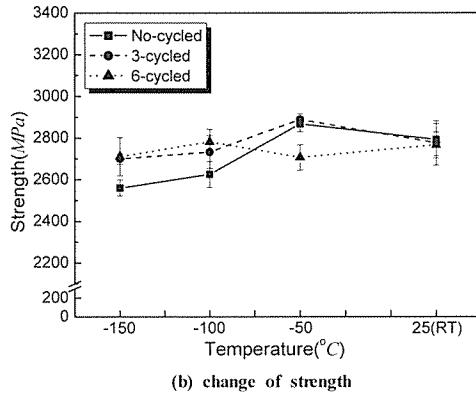
극저온 인장시험 시에는 그립과 그립면(grip face) 사이의 윤활유(grease) 및 수증기가 융결하여 그립의 미끌림을 방해하게 되는데, 이로 인해 그립이 시편을 제대로 잡지 못하고 미끌리는 현상이 발생하게 된다. 따라서 이를 방지하기 위해 극저온 인장시험 시, 상온에서 시편에 약간의 초기하중(pre-load)를 가한 후 각 온도지점으로 냉각시켰다. 인장시험에서는 1.0mm/min의 변위 제어로 하중을 가하였으며, 열-하중 사이클에서는 0.2mm/min의 하중율을 주어 열평형 시에 발생하는 열응력을 제거하였다.

4. 실험결과 및 고찰

Fig. 3은 각 열-하중 사이클 후의 상온, -50°C, -100°C, -150°C에서의 인장 강성과 강도를 측정한 결과이다. Fig. 3(a)에서 사이클을 수행하지 않았을 때의 강성은 대체적으로 저온으로 갈수록 증가하는 경향이 보이며 특히, -150°C에서는 상온에서보다 약 16% 증가하였다. 또한, 상온에서 -50°C 까지는 강성 증가율이 상대적으로 높지만 이후로 -150°C 까지는 다시 둔화되는 경향을 보인다. 따라서 강성 증가는 저온에서 섬유의 취성 증가가 가장 큰 요인으로 분석되며, 특히 상온으로부터 -50°C 까지 온도가 감소할 때 섬유의 취성 증가율이 가장 높은 것으로 사료된다.



(a) change of stiffness



(b) change of strength

Fig. 3 Results of stiffness and strength of Gr/Ep UD specimen cycled with load at RT/-50°C/-100°C/-150°C.

3회 열-하중 사이클을 수행한 결과를 살펴보면, 강도와 강성은 사이클을 수행하지 않았을 때와 비슷한 경향을 보였으나, 저온에서의 강도 감소율과 강성 증가율이 다소 둔화됨을 알 수 있으며, 6회 열-하중 사이클을 수행한 후에는 상온과 -50°C, -100°C, 그리고 -150°C에서 강도 변화가 거의 없음을 확인할 수 있다. 그러나 강성은 3회 열-하중 사이클을 가한 경우와 거의 일치하였다.

따라서 각 사이클에서 온도에 따른 물성 변화를 정리하면 먼저, 강도의 경우에는 온도가 낮아질수록 전반적으로 감소하는 경향을 보였다. 그러나 열-하중 사이클이 증가할수록 강도 감소율이 작아졌으며 6회 열-하중 사이클 이후에는 각 온도 사이클에 따른 강도 변화가 거의 없었다. 그리고 강성의 경우에는 온도가 낮아질수록 전체적으로 증가하는 경향을 보였으며, 강성은 상온을 제외한 각 저온 지점과 열-하중 사이클의 횟수에 큰 영향을 받지 않음을 확인 할 수 있다.

한편, Fig. 3(b)에서 사이클을 수행하지 않았을 때의 강도는 상온보다 -50°C에서 다소 증가하는 경향을 보이다가 -100°C와 -150°C에서는 다시 상온 강도보다 감소함을 보였다. 따라서 시편의 강도 변화를 섬유와 모재의 열팽창계수 차이로 생기는 열

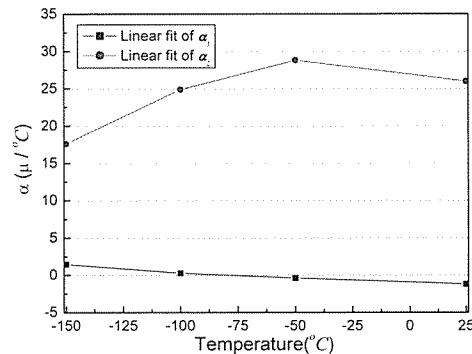
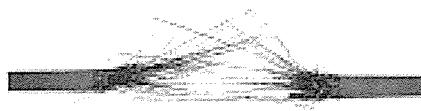


Fig. 4 Coefficient of thermal expansion of HFG CU-125NS Gr/Ep laminate composite.



(a) failure type at RT



(b) failure type at -150°C

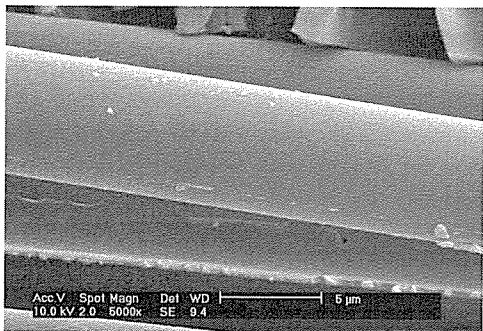


(c) failure type at -150°C after 6-cycling from RT to -150°C

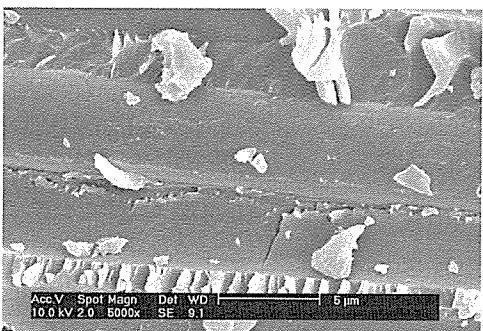
Fig. 5 Failure types of Gr/Ep UD specimens for each condition.

응력의 관점으로 분석하기위해 열팽창계수가 영(zero)에 가까운 티타늄 실리케이트(titanium silicate)를 이용하여 시편의 섬유 방향(a1)과 섬유 수직 방향(a2)으로의 열팽창계수를 측정하였으며 결과는 Fig. 4와 같다.

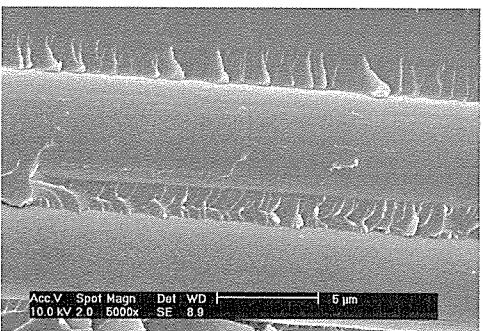
Fig. 4에서 섬유 방향의 열팽창계수는 온도가 감소함 따라 선형적으로 증가하는 경향을 보인다. 그러나 상온으로부터 -50°C 부근 까지 시편은 음의 열팽창계수 값을 갖는 반면 -100°C와 -150°C에서는 양의 열팽창 계수 값을 가짐을 확인할 수 있다. 섬유 수직 방향의 열팽창계수는 상온에서 -50°C 부근까지는 약간 증가하다가 다시 저온으로 갈수록 감소하는 경향을 보인다. 두 그래프를 고찰해보면 상온으로부터 -50°C 부근까지와 -50°C 부근에서 -150°C 부근까지 각각의 섬유 방향과 섬유 수직 방향의 열팽창계수 거동이 다소 달라지는 것을 확인할 수 있다. 따라서 이러한 열팽창계수 변화 특성이 -50°C에서는 섬유와 모재 간의 계면강도(interfacial strength) 등에 영향을 주어 시편의 인장 강도를 증가시키는 요인 중의 하나가 되었다고 사료된다.



(a) fractured Gr/Ep UD specimen at RT



(b) fractured Gr/Ep UD specimen at -150°C



(c) fractured Gr/Ep UD specimen cycled for 6 times from RT~-150°C

Fig. 6 SEM images of fractured Gr/Ep UD specimens.

또한, Fig. 5는 각각 사이클을 수행하지 않았을 때 상온과 -150°C, 그리고 상온~-150°C에서 6회 사이클을 수행하였을 때, 인장 시험에서 파손된 시편 형상을 보여주고 있다.

Fig. 5에서 각 온도 지점에서 파손 형상이 다소 다른 것을 확인할 수 있는데, 상온파손은 일반적으로 섬유가 부채 살 모양으로 퍼지는 반면 저온에서 파손된 시편은 섬유가 부분적으로 뭉쳐서 파손된 모습을 볼 수 있다. 특히, 6회의 극저온 사이클을 수행한 시편은 마치 절단된 것처럼 파손됨을 확인할 수 있다. 따라서 섬유와 모재의 계면 결합상태

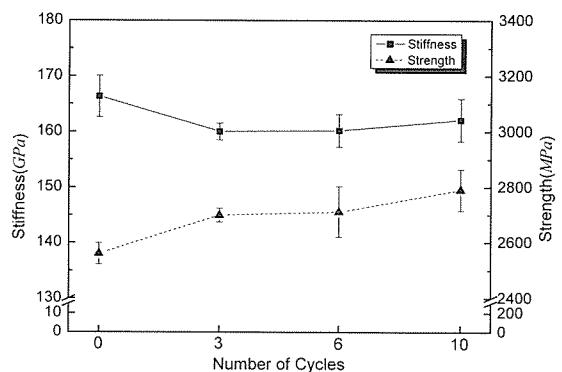


Fig. 7 Change of stiffness and strength at -150°C for the number of cycles (RT ~ -150°C).

(interfacial bonding)와 파손 강도와의 관계를 알아보기 위해서 주사 전자 현미경(scanning electron microscopy, SEM)을 이용하여 파손된 인장 시편의 계면을 관찰하였다.

Fig. 6(a)에서 상온 파손 시편의 섬유와 모재의 계면은 깨끗이 없어진 반면에, -150°C에서의 인장 시편과 상온 ~ -150 °C의 6회 사이클을 수행한 시편의 계면은 존재함을 확인할 수 있다. 그러나 -150°C 인장 시편의 모재 내에는 미소균열 진전만이 눈에 띄는 반면, 6회 사이클을 수행한 시편은 오히려 섬유와 모재의 계면이 보다 밀접하게 연결되어 있음을 확인할 수 있다. 이는 극저온 사이클을 수행할수록 모재 내에 미소 균열은 진전되나, 계면에서 섬유의 표면 방향으로 잔류 압축 응력(radial compressive stress)이 생기게 되어, 결과적으로는 모재에서 섬유로의 하중 전달(load transfer) 역할을 보다 충실히 수행했을 뿐만 아니라, 복합재 시편의 계면 강도를 증가시키는 효과를 가져왔다고 사료된다[9].

또한, 극저온 저-사이클(low-cycle) 횟수가 강성과 강도에 미치는 영향을 알아보기 위해, 추가로 상온 ~ -150°C의 10회 사이클을 수행한 시편의 인장 강성과 강도를 측정하였다. Fig. 7은 앞의 Fig. 3의 결과에 10회 사이클 결과를 추가하여 -150°C에서 사이클에 따른 복합재의 물성 변화를 나타낸 것이다. 그럼에서 볼 수 있듯이 강성과 강도가 3회, 6회 그리고 10회 극저온 사이클 후 변화가 거의 없음을 확인할 수 있으며, 이는 앞의 고찰과 같이 강성의 경우 10회 사이클까지는 섬유의 취성의 변화가 거의 없었고, 강도의 경우 역시, 10회 극저온 사이클 후의 미소균열진전 등에도 불구하고, 계면의 잔류압축 응력으로 인해 섬유와 모재의 계면 결합상태 및 계면 강도가 증가했기 때문이라고 사료된다.

5. 결 론

본 연구에서는 극저온 환경에서 극저온 열-하중 사이클에

따른 탄소섬유강화 복합재의 인장 물성 변화를 고찰하였다. 이를 위해 환경 챔버와 3조 인장 시험용 그림, 저온에서의 변형률 측정 방법, 시편의 템 결정 등의 극저온 인장 실험 방법을 정립하였고 Gr/Ep 일방향 복합재 시편에 대하여 상온 ~ -50°C, -100°C, 그리고 -150°C에서 시편 상온과 순하중의 절반을 가하여 3회, 6회, 그리고 10회의 열-하중 사이클을 수행한 후 복합재의 인장 강도와 강성을 측정하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 온도가 낮아질수록 복합재의 인장 강성은 증가하는 추세를 보였다. 그러나 -50°C 부근 이하에서는 강성 증가율이 점차 감소됨을 확인할 수 있었다. 또한, 저온 사이클에서는 열-하중 사이클 횟수에 관계없이 거의 일정한 경향을 보였다.
2. 복합재의 인장 강도는 온도가 낮아질수록 전반적으로 감소하는 경향을 보였으나 열-하중 사이클이 증가할수록 강도 감소율이 작아졌으며 6회 열-하중 사이클 이후에는 온도에 따른 강도변화가 거의 없었다.
3. 극저온 저-사이클을 겪는 탄소섬유강화 복합재의 기계적 물성은 사이클 초기 값에 일정해지는 경향을 보였으며, 이는 극저온 사이클을 수행할수록 섬유와 모재의 계면에 생기는 잔류 압축 응력 때문이라고 사료된다.

후기

본 연구는 소형위성 발사체(KSLV-I) 개발 사업의 일환으로 한국항공우주연구원에서 위탁연구 지원을 받아 수행된 것이며, 지원에 대해 감사드립니다.

참고문헌

- 1) R. Heydenreich, "Cryotanks in future vehicles," *Cryogenics*, Vol. 38, 1998, pp. 125-130.
- 2) J. B. Schutz, "Properties of composites materials for cryogenic applications," *Cryogenics*, Vol. 38, 1998, pp. 3-12.
- 3) D. C. Freeman Jr., T. A. Talay and R. E. Austin, "Reusable launch vehicle technology program," *Acta Astronautica*, Vol. 41, No. 11, 1997, pp. 777-790.
- 4) Brian W. Grimsley, Roberto J. Cano, Norman J. Johnson, Alfred C. Loos and William M. McMahon, "Hybrid composites for LH₂ Fuel Tank Structure," *International SAMPE Technical Conference Series*, Vol. 33, 2001, pp. 1224-1235.
- 5) Karen S. Whitley and Thomas S. Gates, "Thermal/mechanical response and damage growth in polymeric composites at cryogenic temperatures," *AIAA*, 2002.
- 6) T. Aoki, T. Ishikawa, H. Kumazawa and Y. Morino, "Cryogenic mechanical properties of CF/polymer composites for tanks of reusable rockets," *AIAA*, 2000.
- 7) John F. Timmerman, Matthew S. Tillman, Brian S. Hayes and James C. Seferis, "Matrix and fiber influences on the cryogenic microcracking of carbon fiber/epoxy composites," *Composites part A*, Vol. 33, 2002, pp. 323-329.
- 8) G. Hartwig, R. Hubner, S. Knaak and C. Pannkoke, "Fatigue behaviour of composites," *Cryogenics*, Vol. 38, 1998, pp. 75-78.
- 9) Jang-Kyo Kim and Yiu-Wing Mai, *Engineered interface in fiber reinforced composites*, 1st ed., Vol. 7, Elsevier, 1998, pp. 308-311.