

*gr*

①

REPORT 483

AD 661750

ADVISORY GROUP FOR AERONAUTICAL RESEARCH AND DEVELOPMENT

64 RUE DE VARENNE, PARIS VII

REPORT 483

COMPOSITE MATERIALS  
MATERIAUX COMPOSITES

by

G. DIXMIER and GEORGE GERARD

N65-28862

ACCESSION NUMBER

*57*

(PAGES)

MARK OR TITLE OR AD NUMBER

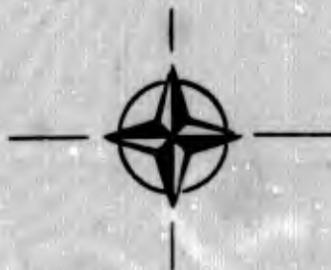
(THIRD)

(CODE)

(CATEGORY)

QUALITY FORM 008

JULY 1964



NORTH ATLANTIC TREATY ORGANIZATION

REC'D  
DEC 4 1967  
RECEIVED  
A

Reproduced by the  
CLEARINGHOUSE  
for Federal Scientific & Technical  
Information Springfield Va. 22151

For public release and sale; its  
distribution is unlimited.

59

REPORT 483

NORTH ATLANTIC TREATY ORGANIZATION  
ADVISORY GROUP FOR AERONAUTICAL RESEARCH AND DEVELOPMENT

**COMPOSITE MATERIALS**

An Appreciation of the Fundamental Research Problems  
in NATO with a Proposal for Cooperative Research

**MATERIAUX COMPOSITES**

Un aperçu sur les problèmes de recherche fondamentale dans les pays  
de l'OTAN avec des propositions de recherche coopérative

by

G. Dixmier & George Gerard

This Report has been prepared by G. Dixmier and George Gerard on behalf of the  
Structures and Materials Panel of AGARD

Rapport préparé pour la Commission Matériaux et Structures de l'AGARD

**BLANK PAGE**

## SUMMARY

28862

Composite materials are becoming increasingly important in various areas of aerospace design. Specific aspects of composite materials have been brought to the fore by the successful use of reinforced plastics as high strength materials. This achievement has called attention to the mechanism of the reinforcement of a low modulus matrix by high modulus, high specific strength fibrous materials. The hope has arisen of adapting this achievement to other structural requirements by reinforcing metal matrices with high rigidity, high tensile strength reinforcements such as whiskers and metallic filaments for various temperature applications.

The studies of the AGARD Materials Committee have made it possible to prepare a list of research problems which are considered to be most important for the promotion of the rapid development of composite materials for aerospace applications.

Author

## SOMMAIRE

Les matériaux composites prennent une importance accrue dans les différents domaines de la construction aérospatiale.

Ce qui a révélé les aspects particuliers du caractère composite, c'est la réussite comme matériaux à haute résistance des plastiques renforcés et armés. Cette réussite a mis en relief le mécanisme du renforcement d'une matrice à faible module par des matériaux fibreux à haut module et à résistance spécifique élevée. L'espoir est donc né de transposer cette réussite à d'autres problèmes de matériaux structuraux en renforçant des matrices métalliques par des renforcements à haute rigidité et à haute résistance, tels que 'whiskers' et filaments métalliques pour des applications à différentes températures.

Les travaux de la Commission des Matériaux de l'AGARD ont permis d'élaborer une liste des problèmes de recherches qui sont apparus après enquête des experts comme les plus importants pour promouvoir un progrès rapide des matériaux composites destinés à la construction aérospatiale.

66-419.8:629.131.19

## AVANT PROPOS

Ayant reconnu la grande importance des matériaux composites, la Commission 'Matériaux et Structures', lors de sa 15<sup>ème</sup> réunion tenue à Washington à l'automne 1962, put écouter à ce sujet une conférence d'introduction de Mr. Harold W. Perry du 'Naval Ordnance Laboratory'. Les discussions qui suivirent firent ressortir le fait que les matériaux composites constituaient un important domaine de recherche et conduisirent à la formation d'un Groupe de Travail de la Commission, lequel décida (Paris, Février 1963) qu'une revue des activités de recherche des nations de l'OTAN serait effectuée, en tant que premier pas vers la définition d'objectifs de recherche.

Quatre coordinateurs furent chargés de faire le relevé des travaux effectués dans les pays de l'OTAN:

Mr. G. Dixmier (France)	Prof. C. Gurney (G.B.)
Dr. G. Gerard (U.S.)	Dr. A. Matting (Allemagne).

Les coordinateurs rendirent compte des résultats de leurs explorations, assortis de recommandations de recherche, lors de la 17<sup>ème</sup> réunion de la Commission à Londres en Septembre 1963. La Commission recommanda alors qu'un rapport unique rassemble les résultats des rapports des quatre coordinateurs et constitue ainsi un outil de travail pour la Commission. C'est ce rapport unifié qui est présenté ici.

Dans l'intention de définir les règles de base gouvernant la présentation des rapports individuels, voici l'une des indications données par le Groupe de Travail aux coordinateurs:

'Composites à usages structuraux. Mettre en évidence la nature et le mode de conduite de tout travail de base portant sur quelque type que ce soit de matrice, renforcement ou combinaison, qui pourrait conduire la Commission à la définition des problèmes fondamentaux importants qui entravent le développement de matériaux structuraux efficaces. Les composites destinés à d'autres utilisations importantes (telles que les tuyères de fusées) ne seront pas négligés dans la mesure où ils peuvent contribuer à la compréhension des problèmes de base. Mais d'autre part, les composites destinés à des usages tels que l'ablation ne sont pas concernés à l'heure présente'.

Le rapport unifié présenté ici constitue une sélection de problèmes saillants et d'activités de recherche dans le domaine des composites. Son intention n'est pas d'être une vue d'ensemble complète de l'état actuel de la question, mais plutôt d'essayer de définir et de mettre en lumière les points importants sur lesquels il serait opportun de mener des recherches.

Le rapport lui-même est en deux parties. La première concerne le rôle et les propriétés importantes de la matrice, du renforcement, de l'interface et du composite, ainsi que les recherches en cours. Les recommandations de recherche pour chacun de ces quatre domaines sont présentées sous forme coordonnée dans la seconde partie.

N.E. Promisel  
Président du Groupe des Matériaux  
Commission Structures et Matériaux

## FOREWORD

Having identified composite materials as of great importance, the Structures and Materials Panel heard a pilot lecture in the field from Mr. Harold W. Perry of the Naval Ordnance Laboratory on composite materials at its Fifteenth Meeting in Washington, D.C., in the Autumn of 1962. Subsequent discussions by the Panel confirmed composites as an important research area and led to the establishment of a Panel Working Group which decided (Paris, Feb. 1963) that a survey identifying NATO country research activities on composite materials should be conducted as a first step toward the establishment of research objectives.

Four coordinators were appointed to survey the NATO countries:

Mr. G. Dixmier (Fr.)	Prof. C. Gurney (U.K.)
Dr. G. Gerard (U.S.)	Dr. A. Matting (Ge.).

The coordinators reported their results together with research recommendations at the Seventeenth Panel Meeting in London, September 1963. The Panel recommended that a single report consolidate the four coordinators' reports to serve as a working paper. The material presented herein is the consolidated report.

The following statement of the charter of the Working Group was given to the coordinators as a ground rule to govern the conduct of the individual surveys:

Load Carrying Composites - Discover the nature of and point of conduct of all basic work of principle on any kind of matrix, reinforcement or combination which might guide the Panel to the discovery of the significant fundamental problems that impede the development of adequate structural material solutions in composite materials. Composites for other major purposes (such as high-temperature rocket nozzles) need not be ignored if they can contribute to the basic problems or understanding. On the other hand, composites for purposes such as ablation are not of concern at this time'.

The consolidated report reflects a selection of salient problem areas and research activities on composites. It is not intended to be a comprehensive state-of-the-art presentation on composite materials. Rather it is an attempt to identify and highlight significant research opportunities.

The report itself has two major parts. The first is concerned with the role, important properties and current research activities on the matrix, the reinforcement, the interface and the composite. The second presents research recommendations in each of these four areas in a coordinated form.

N.E. Promisel  
Chairman, Materials Group  
Structures and Materials Panel

## TABLE DES MATIERES

	Page
<b>SOMMAIRE</b>	iii
<b>AVANT PROPOS</b>	iv
<b>PARTIE A</b>	
<b>ACTIVITES DE RECHERCHES SUR LES COMPOSITES</b>	
<b>1. LA MATRICE</b>	<b>2</b>
1.1 Rôle de la Matrice	2
1.2 Propriétés Importantes de la Matrice	4
1.2.1 Propriétés Mécaniques	4
1.2.2 Propriétés Physiques et Electriques	4
1.2.3 Stabilité	6
1.3 Activités de Recherches sur les Matrices	6
1.3.1 Matrices Organiques	6
1.3.2 Matrices Métalliques	6
<b>2. RENFORCEMENTS</b>	<b>8</b>
2.1 Rôle des Renforcements	8
2.2 Propriétés Importantes des Renforcements	10
2.3 Activités de Recherche sur les Renforcements	10
2.3.1 Filaments de Verre	10
2.3.2 Autres Types de Filaments	16
2.3.3 Whiskers et Fibres	18
2.3.4 Fils Métalliques	18
<b>3. L'INTERFACE</b>	<b>20</b>
3.1 Rôle de l'Interface	20
3.2 Propriétés Importantes de l'Interface	22
3.3 Activités de Recherche sur l'Interface	24
3.3.1 Nature et Arrangement des Atomes à la Surface du Solide	26
3.3.2 Force des Liaisons à l'Interface	28
3.3.3 Adhérence des Résines, Utilisées Comme Matrice, Pour les Filaments de Verre	28
3.3.4 Mouillage de l'Alumine par les Métaux	32
<b>4. LE COMPOSITE</b>	<b>32</b>
4.1 Rôle du Composite	32
4.2 Caractéristiques Importantes des Composites	32
4.2.1 Méthodes Analytiques	32
4.2.2 Caractéristiques de Déformation	34
4.2.3 Caractéristiques de Résistance	34
4.2.4 Composites 'Sur Mesures'	34

## CONTENTS

	Page
SUMMARY	iii
FOREWORD	v
PART A	
IDENTIFICATION OF RESEARCH ACTIVITIES ON COMPOSITES	
1. THE MATRIX	3
1.1 Role of the Matrix	3
1.2 Important Matrix Properties	5
1.2.1 Mechanical Properties	5
1.2.2 Physical and Electrical Properties	5
1.2.3 Stability	7
1.3 Research Activities on Matrices	7
1.3.1 Organic	7
1.3.2 Metallic	7
2. REINFORCEMENTS	9
Role of Reinforcements	9
2.2 Important Reinforcement Properties	11
2.3 Research Activities on Reinforcements	11
2.3.1 Glass Filaments	11
2.3.2 Other Filament Types	17
2.3.3 Whiskers and Fibers	19
2.3.4 Wires	19
3. THE INTERFACE	21
3.1 Role of the Interface	21
3.2 Important Interface Properties	23
3.3 Research Activities on the Interface	25
3.3.1 Nature and Arrangement of Atoms on the Surface of the Solid	27
3.3.2 Strength of Interface Bonding	29
3.3.3 Adhesion of Resins when Employed as a Matrix for Glass Filaments	
3.3.4 Wetting of Alumina by Metals	
4. THE COMPOSITE	33
4.1 Role of the Composite	33
4.2 Important Characteristics of Composites	33
4.2.1 Analytical Methods	33
4.2.2 Deformation Characteristics	35
4.2.3 Strength Characteristics	35
4.2.4 Tailored Design	35

	Page
<b>4.3 Activités de Recherche sur la Mécanique des Composites</b>	<b>34</b>
4.3.1 Methodes Analytiques	36
4.3.2 Caractéristiques de Déformation	36
4.3.3 Caractéristiques de Résistance	36
4.3.4 Composites sur Mesure	36

## PARTIE B

### SONMAIRE DES RECOMMANDATIONS DE RECHERCHES SUR LES COMPOSITES

#### LISTE I - PROBLEMES DE RECHERCHES SUR LES MATERIAUX COMPOSITES

<b>1. RECHERCHE SPECIFIQUE</b>	<b>38</b>
1.1 Matrice	38
1.2 Renforcements	40
1.3 Interface	40
1.4 Composites	40

#### LISTE II - PROBLEMES DE RECHERCHES SUR LES MATERIAUX COMPOSITES

<b>2. RECHERCHES GENERALES</b>	<b>40</b>
2.1 Matrice	40
2.2 Renforcement	42
2.3 Interface	42
2.4 Composites	44

<b>GLOSSAIRE</b>	<b>46</b>
------------------	-----------

<b>QUESTIONNAIRE</b>	
----------------------	--

	Page
<b>4.3 Research Activities on Mechanics of Composites</b>	<b>35</b>
<b>4.3.1 Analytical Methods</b>	<b>37</b>
<b>4.3.2 Deformation Characteristics</b>	<b>37</b>
<b>4.3.3 Strength Characteristics</b>	<b>37</b>
<b>4.3.4 Tailored Design</b>	<b>37</b>

## PART B

### SUMMARY OF RESEARCH RECOMMENDATIONS ON COMPOSITES

#### LIST I - RESEARCH PROBLEMS IN COMPOSITE MATERIALS

<b>1. SPECIFIC RESEARCH</b>	<b>39</b>
<b>1.1 Matrix</b>	<b>39</b>
<b>1.2 Reinforcements</b>	<b>41</b>
<b>1.3 Interface</b>	<b>41</b>
<b>1.4 Composites</b>	<b>41</b>

#### LIST II - RESEARCH PROBLEMS IN COMPOSITE MATERIALS

<b>2. GENERAL RESEARCH</b>	<b>41</b>
<b>2.1 Matrix</b>	<b>41</b>
<b>2.2 Reinforcements</b>	<b>43</b>
<b>2.3 Interface</b>	<b>43</b>
<b>2.4 Composites</b>	<b>45</b>

**GLOSSARY**

**QUESTIONNAIRE**

## PARTIE A

## ACTIVITES DE RECHERCHES SUR LES COMPOSITES

G. Dixmier and George Gerard

## 1. LA MATRICE

## 1.1 Rôle de la Matrice

Le rôle de la matrice est de rendre solidaires les éléments qui constituent le renforcement et aussi de participer à la résistance du composite.

Dans les composites renforcés par filaments continus, la matrice répartit les charges entre les éléments résistants, et lorsque l'effort principal est une tension, elle transmet ces charges de fil à fil par cisaillement. Si l'effort principal est une compression, la matrice assure la rigidité de forme en soutenant le renforcement menacé par le flambage.

Le rôle ainsi défini est nécessairement schématique et se rapporte davantage à un composite à matrice organique qu'à une matrice métallique. Dans ce dernier cas le module d'Young de la matrice étant plus près du module du renforcement, la répartition des charges est plus équilibrée entre la matrice et son renforcement.

Si le renforcement est discontinu, les caractéristiques mécaniques de la matrice deviennent prépondérantes. En effet, la répartition des fibres ne peut pas être imposée de façon à ce que leur alignement se fasse suivant la direction des efforts principaux. Le défaut d'alignement altère l'équi-partition des charges entre les fibres résistantes et se trouve être ainsi à l'origine des ruptures prématurées en cascade de ces fibres. Au surplus les très nombreuses extrémités des fibres sont des lieux privilégiés pour l'accumulation des contraintes qui s'y développent en raison du changement brusque de rigidité. Si la matrice n'a pas un allongement à la rupture suffisant, tout un réseau de microfissures prend naissance et accélère le processus de rupture en cascade.

Même lorsque la texture du composite est faite à l'aide de filaments continus, l'allongement à la rupture de la matrice, s'il est insuffisant, est responsable des ruptures prématurées qui effectuent le renforcement fibreux.

Il apparaît ainsi que la connaissance de la courbe effort-déformation jusqu'à rupture de la matrice aux différentes températures d'emploi projetées, est une nécessité absolue pour prévoir le comportement mécanique et thermomécanique d'un composite.

Toutes les caractéristiques mécaniques de la matrice doivent être connues parce qu'elles peuvent être contradictoires. Il en est ainsi des matrices polymériques. Un grand allongement 'élastique' est corrélatif d'un module de rigidité faible donc d'une prédisposition au 'flambage' en flexion. Un grand allongement 'plastique' annonce une tendance au fluage dès que la température d'emploi dépasse une certaine température, 150° par exemple pour certaines résines époxydes.

## PART A

## IDENTIFICATION OF RESEARCH ACTIVITIES ON COMPOSITES

G. Dixmier and George Gerard

## 1. THE MATRIX

## 1.1 Role of the Matrix

The role of the matrix is to integrate the elements of which the reinforcement is composed and to contribute to the strength of the composite.

In composites reinforced with continuous filaments, the matrix transfers loads among the filaments. When the principal stress is tension, it transmits these stresses from filament to filament by shearing. If the principal stress is compression, the matrix ensures rigidity of the composite form by supporting the reinforcements against buckling.

The role thus defined is necessarily schematic and relates more to a composite with an organic matrix than to one with a metallic matrix. In the latter case, the Young's modulus of the matrix is closer to the modulus of the reinforcement and the distribution of loads is better balanced between the matrix and the reinforcement.

If the reinforcement is discontinuous, the mechanical characteristics of the matrix become more important. In fact, the fibers cannot generally be distributed in such a way that they are aligned in the direction of the principal stresses. There is then an unequal distribution of load among the fibers and there can be a premature fracture of some of the fibers. In addition, the very numerous fiber ends are points of stress concentration due to the sudden change in rigidity. If the matrix does not have sufficient elongation at rupture, a whole network of tiny cracks appears and accelerates the overall fracture process.

Even when the composite is made with continuous filaments, the elongation at rupture of the matrix may be insufficient and thus responsible for premature fractures affecting the reinforcement.

So it seems that knowledge of the complete stress-strain curve to fracture of the matrix at the different temperatures anticipated is absolutely necessary for predicting the mechanical and thermomechanical behavior of a composite.

All the mechanical characteristics of the matrix should be known, because they may be contradictory. This is true of the polymeric matrices. Great 'elastic' elongation goes hand in hand with a low modulus of rigidity and, therefore, a predisposition to 'buckling' under flexural stress. Great 'plastic' elongation indicates a tendency toward 'creep' as soon as a certain working temperature is exceeded, for example 150°C for certain epoxide resins.

Les composites ne sont pas recherchés uniquement pour leur résistance mécanique mais aussi en raison de leurs propriétés d'isolants thermiques, électriques, de leur légèreté et surtout de leur facilité de mise en oeuvre (moulage, formage, bobinage, etc.).

Or, ces propriétés particulières et spécialement recherchées pour les applications aéronautiques, sont le plus souvent propres à la matrice,

Le matériau de la matrice doit donc être étudié en lui-même et parallèlement en fonction de son rôle mécanique.

## 1.2 Propriétés Importantes de la Matrice

Les propriétés suivantes sont d'un intérêt général pour des applications variées.

### 1.2.1 Propriétés Mécaniques

Module d'Young

Module de Coulomb (cisaillement)

Coefficient de Poisson

Courbes effort-déformation complète jusqu'à rupture pour différentes températures et différentes vitesses d'élongation.

Courbes de fluage jusqu'à rupture à différentes températures (en tension ou compression suivant l'application).

### 1.2.2 Propriétés Physiques et Electriques

Température de fusion

Température de transformation du second ordre

Conductibilité thermique

Diffusivité thermique

Enthalpie de fusion

Enthalpie de sublimation

% retrait de polymérisation ou de polycondensation

Pouvoir inducteur spécifique

Tangente de perte à diverses fréquences

Température de début de pyrolyse

Volume spécifique des gaz produits par pyrolyse.

Composites are not sought only for their mechanical strength, but also for their thermal and electrical insulation properties, their lightness, and especially because of the ease with which they can be formed (molding, shaping, winding, etc.).

Now, these special properties especially sought after for aerospace applications are most often peculiar to the matrix. The *matrix material* should therefore be studied alone and at the same time in its mechanical role.

## 1.2 Important Matrix Properties

The following properties are of general interest in various applications:

### 1.2.1 Mechanical Properties

Young's modulus

Shear (Coulomb) modulus

Poisson's ratio

Complete stress-strain curve to fracture at various temperatures and strain rates

Creep curves to fracture at various temperatures (above in tension or compression depending upon application).

### 1.2.2 Physical and Electrical Properties

Melting point

Second-degree transformation temperature

Thermal conductivity

Heat of fusion

Heat of sublimation

Shrinkage due to polymerization or polycondensation

Specific inductive capacity

Loss tangent at various frequencies

Temperature at which pyrolysis begins

Specific volume of gases produced by pyrolysis.

### 1.2.3 Stabilité

## 1.3 Activités de Recherches sur les Matrices

### 1.3.1 Matrices Organiques

Les matrices organiques sont bien connues et très largement utilisées; on ne définira donc pas spécifiquement d'activités de recherche dans ce domaine.

Ce sont des hauts polymères dont les types les plus fréquemment utilisés sont:

Les résines phénoliques	}	thermodurcissables
Les résines mélamines		
Les résines polyesters		
Les résines époxydes		
Les résines silicones		
Les résines acryliques		

et plus récemment les polystyrol et polyamides.

### 1.3.2 Matrices Métalliques

Les matrices métalliques ne sont pas couramment utilisées, et nous donnons par conséquent une liste de quelques activités de recherches en cours, révélées par notre revue des travaux dans les pays de l'O.T.A.N.

Forsyth et ses collaborateurs ont expérimenté au R.A.E. Farnborough des matrices en aluminium pur ou en alliage d'aluminium renforcées par des fils métalliques.

A l'Université de Cambridge, Kelly a renforcé une matrice de cuivre par des fils de tungstène. Un travail similaire a été fait à NASA Lewis Laboratory.

La B.N.F.M.R.A. a utilisé comme matrice des alliages à base de nickel en vue d'élaborer des composites pour ailettes de rotors de turbine.

Gratchley chez Rolls-Royce a renforcé à l'aide de fils d'acier discontinus une matrice d'aluminium élaborée à l'aide de paillettes d'aluminium.

A la General Electric (Philadelphie), Sutton et son groupe ont renforcé une matrice d'argent à l'aide de 'Whiskers' d'alumine et ont constaté des résistances mécaniques en tension, atteignant par exemple 17,5 Kg/mm<sup>2</sup> à une température d'élevant à 98% de la température de fusion de l'argent (37% en volume de renforcement). Ce groupe est aussi en train d'explorer l'usage de matrices de nickel à base de nickel (René 41) renforcées par des Whiskers d'alumine.

Horizons Inc., aux Etats-Unis, expérimente des matrices de nichrome et de fer alpha renforcées par des fibres d'alumine monocristallines, et ont réussi à produire des composites de résistance mécanique considérable par l'utilisation de techniques de frittage.

### 1.2.3 Stability

## 1.3 Research Activities on Matrices

### 1.3.1 Organic

Organic matrix materials are widely known and utilized and therefore research activities are not specifically delineated in the following. They generally are high polymers, the most frequently used types of which are:

The phenolic resins  
The melamine resins  
The polyester resins  
The epoxide resins  
The silicone resins  
The acrylic resins

and more recently, the polystyrols and the polyamides.

### 1.3.2 Metallic

Metallic matrices are not widely used currently so some current research activities revealed by the survey of NATO countries are listed.

Forsyth and his assistants have experimented in the Farnborough R.A.E. with matrices of *pure aluminum alloy* reinforced with wires.

At the University of Cambridge, Kelly has reinforced a *copper* matrix with tungsten wires. Similar work has been conducted at NASA Lewis Laboratory.

The B.N.F.M.R.A. has used *nickel base* alloys for making composites for the blades of turbine rotors.

Gratchley, with Rolls-Royce, has reinforced with discontinuous steel wires an *aluminium* matrix developed with the use of aluminium flakes.

At General Electric, Philadelphia, Sutton and his group have reinforced a *silver* matrix with alumina ( $Al_2O_3$ ) filaments and have observed tensile strengths as high as 25,000 lb/in<sup>2</sup> (17.5 kg/mm<sup>2</sup>) at 98 percent of the melting point of silver (37 volume percent reinforcement). This group is also investigating the use of *nickel* and *nickel-base* (René 41) matrices reinforced with alumina whiskers.

Horizons, Inc. in the United States is experimenting with *nichrome* and *alpha iron* matrices reinforced by alumina fibers and have successfully produced composites of impressive strength levels by use of sintering processes.

A l'Illinois Institute of Technology Research, Parikh et ses collaborateurs ont exploré une grande variété de matériaux pour matrice. Ils ont étudié des composites d'aluminium renforcés par des fils de tungstène de 1 mil (1 mil = 25,4 microns); d'argent renforcé par des fibres de 3 mil, et de 8 mm de longueur, en acier doux, molybdène ou acier inoxydable; et une matrice d'alumine renforcée par des fils coupés de 5 mil, en molybdène, tungstène et tantale.

## 2. RENFORCEMENTS

### 2.1 Rôle des Renforcements

Ce rôle se définit par son titre même, il consiste à accroître les caractéristiques mécaniques et élastiques de la matrice et à pallier la défaillance de ces mêmes caractéristiques lorsqu'elles sont affaiblies par l'élévation de la température.

Nous nous limitons ici au cas des renforcements fibreux, continus ou discontinus. Mais en fait, on a aussi la possibilité de faire des renforcements sous formes de strates, de paillettes, ou de particules.

Les renforcements fibreux sont donc choisis en raison de leur module d'Young élevé, de leur résistance à la rupture en traction élevée, leur densité étant, quoique généralement supérieure à celle de la matrice, pas trop élevée néanmoins. Il va de soi que si le domaine d'emploi est situé à des hautes températures, on considère ces caractéristiques prises à ses températures et on choisit des fibres ou des fils dont la réfractairité est appropriée.

A ce rôle de renforcement mécanique direct, il faut ajouter et souligner le rôle de renforcement indirect qui consiste à freiner sinon à stopper la propagation et le développement des fissures qui naissent dans la matrice et sont à l'origine des ruptures prématurées.

Les renforcements fibreux peuvent être discontinus, avec des longueurs et diamètres très variables. On les appelle alors proprement 'fibres' (naturelles, artificielles, ou synthétiques). La nature de ces fibres est très variable:

fibres minérales:	amiante, veranne, verre ou silice
fibres céramiques:	fibres et whiskers réfractaires
fibres métalliques:	whiskers, fibres et fils coupés
fibres organiques:	rayonne, coton, sisal, chanvre, etc.

Pour de nombreuses applications, les renforcements sont continus; on les appelle alors 'filaments'. Ces filaments peuvent être groupés pour former des 'fils de base', assemblables eux-mêmes sous forme de 'fils' ou 'rovings' (voir glossaire).

Les filaments continus sont obtenus en général par des procédés industriels. Ils peuvent être organiques (textiles de synthèse) tels le nylon, minéraux comme les filaments et les fils de verre et de silice, ou métalliques. Ces derniers étant obtenus par les procédés bien connus de tréfilage.

At Illinois Institute of Technology Research Institute, Parikh and others have investigated a variety of matrix materials. They have studied *aluminium* matrices reinforced by 1-mil tungsten wire; *silver* reinforced by 1/4 inch lengths of 3-mil mild steel, molybdenum or stainless steel wires; and an *alumina* matrix reinforced by 5-mil chopped wires of molybdenum, tungsten and tantalum.

## 2. REINFORCEMENTS

### 2.1 Role of Reinforcements

The reinforcement is the primary load carrying element and thus its role is defined by its very name; it is to significantly increase the mechanical and elastic characteristics of the matrix and to offset the lack of these same characteristics at various temperatures.

We are restricting ourselves here only to filamentary reinforcements that are continuous or discontinuous. Actually there is the possibility of reinforcements in the form of films, flakes and particles.

Filamentary reinforcements are chosen for their high Young's modulus, their high tensile strength, and their low density, though it is generally greater than that of the matrix. It goes without saying that, if they are to be used at high temperatures, these characteristics are judged at these temperatures, and fibers or filaments with appropriate refractory qualities are chosen.

To this role of direct mechanical reinforcement must be added and emphasized the role of indirect reinforcement, which consists of curbing, if not stopping, the propagation and development of cracks in the matrix which can cause premature fracture.

Fibrous reinforcements may be discontinuous, with greatly varying lengths and diameters. They are called natural, artificial or synthetic fibers, and as appropriate, 'whiskers'. Discontinuous fibers vary greatly in nature and include the following:

mineral:	asbestos, verranine, chopped glass or silica
metallic:	whiskers, fibers and chopped wires
ceramic:	refractory whiskers and fibers
organic:	rayon in chopped strands, cotton, sisal, hemp, etc.

In many applications they are continuous, and it is appropriate to call them filaments. These filaments may be grouped together to form strands, and the strands may themselves be grouped together to form yarns or rovings (see Glossary). The continuous filaments in general are all obtained by industrial processes. They may be organic (synthetic textiles), such as nylon; minerals, such as glass and silica filaments; or metallic. The latter are obtained by the well-known wire-drawing process.

## 2.2 Propriétés Importantes des Renforcements

Les propriétés mécaniques et physiques suivantes sont d'une importance particulière pour les renforcements:

Module d'Young

Courbe effort-déformation complète jusqu'à rupture à différentes températures

Caractéristiques de fluage et de relaxation (qui peuvent être importantes, bien que les propriétés correspondantes de la matrice puissent devenir critiques les premières)

Variation statistique des propriétés mécaniques

Caractéristiques superficielles (physiques, chimiques et influence de l'environnement).

## 2.3 Activités de Recherche sur les Renforcements

Les renseignements suivants représentent les résultats de la revue effectuée dans les pays de l'O.T.A.N. Les renforcements à base de filaments de verre étant de loin les plus largement utilisés actuellement, des efforts importants de recherche sont toujours poursuivis dans ce domaine. Il peut en résulter un certain déséquilibre relativement à d'autres formes de renforcement qui, bien qu'encore dans leur enfance technologique, soit d'un grand intérêt aujourd'hui.

### 2.3.1 Filaments de Verre

Les rapports des experts portent surtout sur les renforcements réalisés à partir du verre textile, en raison des développements importants pris par l'application des matériaux composites verrerésine à la réalisation des engins spatiaux.

Cet emploi est justifié par les résistances spécifiques élevées en traction, des filaments de verre. Cette résistance atteint couramment  $350 \text{ kg/mm}^2$  à la sortie de la filière et certaines compositions font prévoir des résistances à la rupture de  $400 \text{ kg/mm}^2$  dans les mêmes conditions. Compte tenu d'une densité de l'ordre de 2,5, il n'existe pas actuellement d'autres matériaux équivalents dans le pratique.

Les récents développements de la technologie des filaments de verre aux U.S.A. comportent la nouvelle composition de verre S-994 de résistance mécanique améliorée ( $450 \text{ Kg/mm}^2$  à température ambiante et  $250 \text{ Kg/mm}^2$  à  $550^\circ\text{C}$ ). Pour des applications à haute température, la composition X-815 possède des résistances de  $140 \text{ Kg/mm}^2$  à  $800^\circ\text{C}$ . Une composition de verre à base de silice contenant 12% d'oxyde de beryllium à la même résistance que le verre E à l'ambiante avec un module d'élasticité augmenté de 50%.

La raison pour laquelle les laboratoires se sont penchés sur ce matériau est qu'il est théoriquement possible d'augmenter encore sa résistance. D'autre part, bien qu'en pratique on perd une partie de cette résistance (une perte de 50% des propriétés mécaniques est fréquente), il apparait raisonnable d'espérer une réduction notable de cette perte.

## 2.2 Important Reinforcement Properties

The following mechanical and physical properties are of particular importance to reinforcements:

Young's modulus

Complete stress-strain curve to fracture at various temperatures

Creep and relaxation characteristics (this can be important although the matrix characteristics may become critical first)

Statistical variation of reinforcement mechanical properties

Surface characteristics (physical, chemical and environmental response).

## 2.3 Research Activities on Reinforcements

The following presents the results of the survey conducted in the NATO countries on reinforcements. Since glass filament reinforcements are so widely used in composites today, there are and continue to be major research efforts on glass filaments. Therefore, the reader is cautioned about a possible imbalance in the survey relative to other forms of reinforcements which, although today in their technological infancy, are of major interest.

### 2.3.1 Glass Filaments

The coordinators' reports dealt especially with reinforcements made of textile glass, due to the important developments achieved in the use of glass-resin composite materials in making space craft.

This use is justified by the high specific tensile strengths of glass filaments. This strength commonly reaches 500,000 lb/in<sup>2</sup> (350 kg/mm<sup>2</sup>) just after they are spun, and certain compositions cause us to anticipate breaking strengths of 575,000 lb/in<sup>2</sup> (400 kg/mm<sup>2</sup>) under the same conditions. Taking into account a specific gravity of around 2.5, other equivalent materials do not currently exist in a practical technological form.

Recent developments in glass filament technology in the United States include the new glass composition S-994 with improved tensile strengths of 650,000 lb/in<sup>2</sup> (450 kg/mm<sup>2</sup>) at room temperature and 350,000 lb/in<sup>2</sup> (250 kg/mm<sup>2</sup>) at 1000°F. For high temperature applications the composition X-815 exhibits tensile strengths of 200,000 lb/in<sup>2</sup> (140 kg/mm<sup>2</sup>) at 1500°F. A silica based glass composition containing 12% beryllium oxide has the same strength as E glass at room temperature with a 50% increase in elastic modulus.

The reason why the laboratories have been inclined towards this material is that it is theoretically possible to increase its strength even more. In addition, though in practice one loses a part of this strength, (a loss of 50% of the tensile strength is frequent), it appears reasonable to suppose that a considerable reduction in this loss could be achieved.

(a) *Structure du Verre et Résistance Mécanique des Filaments de Verre*

Thomas à Cardiff a montré que des filaments de verre non endommagés, essayés dans une atmosphère de faible humidité pendant environ 10 secondes, donnent des résistances à la rupture de plus de  $350 \text{ Kg/mm}^2$  dans un grand domaine de diamètres (5 à 50 microns).

Le Professeur Gurney a étudié les causes d'affaiblissement du verre. Il estime que les meilleurs résultats obtenus par Thomas à Cardiff (plus de  $350 \text{ kg/mm}^2$ ) sont situés entre le 1/5 et le 1/10 de la résistance théorique.

La faiblesse des filaments non endommagés serait due à des vides submicroscopiques. En s'appuyant sur les travaux de Otto, le Professeur Gurney a montré par le calcul que l'existence de criques (considérées comme des cylindres elliptiques vides pour des facilités mathématiques) était suffisante pour expliquer la différence entre les résistances théoriques et les résistances pratiques.

La caractérisation de ces vides et leur observation relèvent des techniques des rayons X et de la microscopie électronique.

(b) *Relations entre la Morphologie Superficielle des Filaments de Verre et leur Résistance Mécanique*

Des travaux très importants tant au Royaume-Uni qu'en France et dans d'autres pays ont été entrepris et sont en cours sur les relations entre les défauts de surface et les propriétés mécaniques des filaments de verre.

Tout en ne rejetant pas l'influence des défauts internes, le laboratoire des Glaceries Saint-Gobain à Paris, dirigé par le Professeur Psyches, pense que ce sont les défauts de surface qui déterminent les ruptures prématurées des filaments de verre.

Ce laboratoire a particulièrement développé une méthode d'étude de la cinétique d'attaque des fibres ultra-fines (diamètres inférieurs à 1/10 de micron) dans des atmosphères gazeuses sous microscopes électroniques. Cette méthode qui exige une très grande habileté expérimentale apparaît comme fructueuse pour suivre l'évolution des dommages en atmosphère de vapeurs chimiquement actives et pour expliciter le mécanisme de cette évolution.

Les dégâts subis par les filaments au cours de la manipulation des fils depuis leur élaboration à la sortie de la filière jusqu'à leur utilisation, donnent du poids aux théories qui font dépendre la résistance des filaments des défauts superficiels.

Mindlin entre autres chercheurs a montré comment les composantes tangentielles de la vitesse d'impact dans diverses manipulations des fils pouvaient provoquer des fissurations.

On peut imaginer que ces fissurations provoquées par les contraintes de frottement tangentielles, sont facilitées par l'existence de singularités morphologiques de surface que l'examen au microscope électronique a pu révéler dans quelques examens effectués à l'O.N.E.R.A.

(a) *Glass Structure and the Mechanical Strength of Glass Filaments*

Thomas at Cardiff has shown that undamaged glass filaments when tested in low humidity air for about 10 seconds give consistent fracture strength of over 500,000 lb/in<sup>2</sup> (350 kg/mm<sup>2</sup>) over a large range of diameters (2 to 20 × 10<sup>-4</sup> in).

Gurney has considered sources of weakness in glass and considers Thomas' results to be between one fifth and one tenth of the theoretical strength. Treating the source of weakness of undamaged filaments as submicroscopic crack-like voids, theoretical calculations indicate that such voids can account for the difference between practical and theoretical strengths. Experimentally, X-ray and electron microscopy of such voids indicate that they are probably caused by elongated bubbles.

(b) *Surface Morphology of Glass Strands and their Mechanical Strength*

Very important work has been undertaken in several countries, and is still in progress, on the relations between surface defects and the mechanical properties of glass strands.

While not rejecting the influence of internal defects, the St. Gobain Glassworks Laboratory in Paris, directed by Prof. Peyches, believes that it is surface defects that cause premature fracture of the glass strands.

This laboratory has, in particular, developed a method of studying kinetic action on ultrafine fibers (diameters less than 1/10 micron) in gaseous atmospheres under the electronic microscope. This method, which requires very great experimental skill, appears to be fruitful for observing the evolution of damage in an atmosphere of chemically active vapors and for determining the precise mechanism of this evolution.

The damage suffered by the strands, from the time they are spun until they are used, during handling, gives weight to the theories that the strength of the strands depends on surface defects.

Various researchers have shown how the tangential components of the velocity of impact in handling of the strand can cause cracking. This cracking caused by tangential friction pressures is facilitated by the existence of morphological surface peculiarities. Electron microscope examination has succeeded in revealing this phenomenon in several examinations made at ONERA.

Dans son rapport le Professeur Gurney souligne que l'idée qui attribue aux composantes tangentielles du frottement sinon l'origine du moins certainement l'approfondissement des fissures, est corroborée par des expériences où les baguettes de verre polies à l'acide ont été endommagées en les plaçant dans des positions réciproques perpendiculaires et en les comprimant. Les baguettes ainsi comprimées ont été essayées en flexion de telle sorte que le point endommagé soit situé au point de contrainte maximum.

Si la direction du mouvement pendant la compression était normale à la surface de contact l'affaiblissement de la résistance à rupture était faible.

Par contre, si la direction du mouvement était oblique la résistance à la rupture tendait à être réduite au 1/8 environ de celle des baguettes non endommagées. La profondeur des criques varierait en raison des dimensions et comme l'a proposé Griffith la résistance à la rupture varierait en raison inverse de la racine carrée du diamètre des baguettes dans un intervalle de diamètre de 10 à 1.

(c) *Influence de la Composition sur la Résistance et sur le Module d'Elasticité E du Verre*

M. Lowenstein de la Deeglass Fibres au Royaume-Uni et la Société du Verre Textile en France ont étudié l'influence de la composition du verre sur le module d'élasticité et sur la résistance mécanique en traction des filaments et des fils de verre.

Lowenstein a trouvé que le verre contenant une forte proportion d'atomes formateurs de réseau comme Si Al et B tend à avoir un faible module d'Young par contre le module E s'élève avec une forte teneur en ions modificateurs tels que Mg, Ca, Ti.

Les ions les plus efficaces pour accroître E sont les suivants: Be, Hf, Zr, Ta, Th, Ce, Mg, Li et V.

Il y a une relation approximativement linéaire entre le module E et le logarithme de l'intensité du champ des ions introduits, mais cela seulement pour les ions dont la charge est trop faible ou le rayon trop grand pour qu'ils puissent prendre position dans le réseau de coordination tétraédrique.

Mais plus en verre est proche de la liaison ionique originelle plus il serait difficile d'étirer les fibres.

Le Beryllium apparaît comme l'élément le plus favorable, mais sa mise en oeuvre pose des problèmes de sécurité difficiles à résoudre.

Toutefois, Lowenstein pense qu'il est possible de réaliser des verres sans Beryllium ayant un E de  $15 \times 10^6$  lb/in<sup>2</sup> (10 500 kg/mm<sup>2</sup>).

La Société du Verre Textile à Chambéry qui dispose des techniques d'analyse de verre par fluorescence X et dose le bore par rayonnement de neutrons a pu en modifiant la composition de ses verres, atteindre des résistances à la rupture qui dépassent 400 kg/mm<sup>2</sup> alors que le verre E atteint avec peine 350 kg/mm<sup>2</sup>. Les mesures de résistance sont faites sur filaments et sur fils.

Gurney emphasizes that the idea that the tangential friction components are responsible for the deepening of the cracks, if not for creating them, is corroborated by experiments in which glass rods, polished with acid, have been damaged by placing them perpendicularly side by side and compressing them. The rods thus compressed were flexure-tested by placing the point of damage at the point of maximum stress.

If the direction of movement during the compression was perpendicular to the contact surface, the lessening of the breaking strength was slight; if the direction of movement was oblique, the breaking strength tended to be reduced to about 1/8 of the breaking strength of undamaged rods. The depth of the cracks varied according to the *dimensions of the rods*, and as proposed by Griffith, the breaking strength varies in a manner inversely proportional to the square root of the diameter of the rods in a diameter interval of 10 to 1.

(c) *Effect of the Composition on the Strength and Elastic Modulus of Glass*

Lowenstein of Deeglass Fibers in the United Kingdom and the Société du Verre Textile in France have studied the influence of the composition of the glass on its elastic modulus and on the mechanical or tensile strength of glass strands and yarns.

Lowenstein has found that glass containing a large proportion of lattice-forming atoms such as Si, Al and B, tends to have a low Young's modulus. On the other hand, the modulus of elasticity rises with a large content of modifying ions such as Mg, Ca, Ti. The ions which are most effective in increasing the modulus of elasticity are the following: Be, Hf, Zr, Ta, Th, Ce, Mg, Li, and V.

There is an approximately linear connection between the modulus of elasticity and the logarithm of the intensity of the field of the ions introduced, but this is true only of ions whose charge is too weak or whose radius is too great for them to be able to take position in the tetrahedral coordination lattice. However, the closer a piece of glass is to the original ion bond, the more difficult it will be to draw the fibers.

Beryllium appears to be the most likely element, but its use poses safety problems which are difficult to solve. However, Lowenstein believes that it is possible to make glasses having a modulus of elasticity of  $15 \times 10^6$  lb/sq<sup>2</sup> (10,500 kg/mm<sup>2</sup>) without beryllium.

The Textile Glass Company at Chambéry, which has at its disposal techniques for the fluorescent analysis of glass and conducts the quantitative analysis of boron by neutron radiation, has been able, by changing the composition of its glasses, to attain breaking strengths exceeding 575,000 lb/in<sup>2</sup> (400 kg/mm<sup>2</sup>), whereas E glass barely attains 500,000 lb/in<sup>2</sup> (350 kg/mm<sup>2</sup>). The strength measurements are made on strands and on yarns.

(d) *Influence de l'Environnement et des Traitements de Surface du Verre et des Filaments de Verre sur leur Résistance à la Traction*

Thomas à Cardiff a montré que la résistance des fibres et des baguettes de verre à l'ambiante est réduite si on les soumet à un traitement thermique préalable à température élevée. Un traitement thermique à 600°C réduirait la résistance à l'ambiante à 1/3 de sa valeur primitive. La résistance peut croître à nouveau si on expose les éprouvettes avant l'essai de traction à une atmosphère où règne une humidité de 100%.

En fait le traitement thermique aurait essentiellement pour effet de déshydrater donc de fragiliser le gel superficiel de silice et de faciliter ainsi l'approfondissement des criques et les concentrations de contraintes au fond de ces criques. Concentrations de contraintes qui nous paraissent être à l'origine des ruptures prématurées des baguettes ou des filaments de verre.

L'action de l'humidité sur le processus de rupture des verres a été nous l'avons dit plus haut étudié par le Laboratoire Central des Glaceries de Saint-Gobain. M. Atcloque pense que la présence des molécules d'eau au fond des criques superficielles aux points de concentration maximum des contraintes réduit localement la cohésion et ouvre ainsi la voie à la divergence et à la propagation des criques en profondeur.

Au B.G.I.R.A. Sugarman et ses collègues ont montré que l'on pouvait accroître la résistance d'un verre abrasé en le traitant à 350°C pendant 1 heure 1/2 dans un bain de nitrate de potassium. Ce traitement renforce la résistance ultérieure à l'abrasion.

### 2.3.2 *Autres Types de Filaments*

D'autres types de matériaux pour filaments sont souvent d'un intérêt considérable à cause de leurs importantes possibilités en ce qui concerne les utilisations à haute température. Comparés aux filaments de verre, les filaments de silice et de bore possèdent des résistances mécaniques bien plus élevées, approchant en gros le double de celle du verre E.

Proctor et ses collègues chez Rolls-Royce ont concentré leurs travaux sur la silice en fibres. Ces fibres sont obtenues par étirage continu des baguettes de silice dans un jet de chalumeau. La fibre de silice est revêtue par une couche mince d'aluminium. Les résistances en traction à l'ambiante sont d'environ 800.000 lb/in<sup>2</sup> (560 kg/mm<sup>2</sup>). Si la résistance est mesurée dans l'azote liquide on obtient environ 1400 kg/mm<sup>2</sup>. Le module d'Young dans l'azote liquide atteint 20 × 10<sup>6</sup> lb/in<sup>2</sup> (14.000 kg/mm<sup>2</sup>) à rupture.

La Société Quartz et Silice en France réalise également par un procédé analogue des filaments de silice. Les résistances atteintes à l'ambiante seraient de l'ordre de 800 kg/mm<sup>2</sup>.

Le 'Air Force Materials Central' aux U.S.A. s'intéresse au développement de filaments continus de bore et à obtenu quelques résultats importants. Les filaments de bore, aussi bien à haute température qu'à l'ambiante, sont particulièrement intéressants du point de vue de la rigidité à cause de leur module d'élasticité élevé (42.000 kg/mm<sup>2</sup> à l'ambiante).

(d) *Effect of the Environment and Surface Treatment of Glass and Glass Strands on Tensile Strength*

Thomas at Cardiff has shown that the strength of glass filaments and rods at ambient temperature is reduced if they are subjected to a previous heat treatment at a high temperature. A heat treatment at 600°C is said to reduce their strength from that at ambient temperature by 2/3. The strength can be increased again if the test tubes are exposed before the tension test to an atmosphere of a humidity of 100 percent.

In fact, the heat treatment is said to have essentially the effect of dehydrating, thus making the surface silica gel brittle and facilitating the deepening of the cracks and increasing the stress concentration at the bottom of these cracks. This stress concentration seems to be responsible for the premature fractures of glass rods or strands.

The effect of moisture on the glass fracture process has been studied by the Central Laboratory of the St. Gobain Glassworks. Atcloque believes that the presence of water molecules at the bottom of the surface cracks at the points of maximum stress concentration locally reduces the cohesion and thus opens the way for the deepening of the cracks.

In the B.G.I.R.A., Sugarman and his colleagues have shown that the strength of abraded glass can be increased by treating it for 1½ hours in the potassium nitrate bath at 350°C. This treatment increases subsequent resistance to abrasion.

### 2.3.2 *Other Filament Types*

Other types of filamentary materials are of considerable interest because of their important potential for high or elevated temperature use. As compared to glass filaments, silica and boron filaments exhibit considerably higher strengths approaching values roughly twice that of E glass.

Proctor and his colleagues at Rolls-Royce have concentrated their efforts on silica filaments. These filaments are obtained by the continuous drawing of silica rods in a flame blower. The silica filament is covered with a thin coat of aluminium. The tensile strengths at the ambient temperature are about 800,000 lb/in<sup>2</sup> (560 kg/mm<sup>2</sup>). If the strength is measured in liquid nitrogen, they obtain about 2,000,000 lb/in<sup>2</sup> (1,400 kg/mm<sup>2</sup>). The Young's modulus in liquid nitrogen reaches  $20 \times 10^6$  lb/in<sup>2</sup> (14,000 kg/mm<sup>2</sup>) at fracture.

The Société Quartz et Silice in France also makes silica filaments by a similar process. The strengths attained at the ambient temperature are said to be on the order of 1,150,000 lb/in<sup>2</sup> (800 kg/mm<sup>2</sup>).

The Air Force Materials Central in the United States is interested in developing continuous boron filaments and has obtained some very significant results. Boron filaments at both room and elevated temperatures are particularly attractive from a stiffness viewpoint because of their high modulus of elasticity, i.e.  $60 \times 10^6$  lb/in<sup>2</sup> (42,000 kg/mm<sup>2</sup>) at room temperature.

Sutton et ses collaborateurs de la General Electric ont préparé avec succès des filaments monocristallins d'alumine d'un diamètre de 1 micron, longs de 25 à 75 mm. La résistance mécanique de ces filaments dans les conditions optimales va de 1400 kg/mm<sup>2</sup> à 2800 kg/mm<sup>2</sup>.

Pour des applications en compression pouvant provoquer le flambage, l'efficacité des filaments peut dans une certaine mesure être augmentée par l'utilisation de filaments creux, aboutissant à la réduction de la densité efficace. La General Electric a préparé et essayé des filaments creux de verre de ce type.

### 2.3.3 Whiskers et Fibres

Comme on l'a vu dans les sections 2.3.1 et 2.3.2, les filaments continus ont des résistances mécaniques dépassant couramment 350 kg/mm<sup>2</sup>, et approchant potentiellement 700 kg/mm<sup>2</sup>. Les whiskers les plus parfaits de diamètre inférieur au micron peuvent dépasser considérablement cette dernière valeur et sont par conséquent d'un intérêt potentiel considérable sous forme de renforcements discontinus. De nombreuses organisations expérimentent les whiskers, mais nous ne discuterons ici que ceux qui présentent un intérêt pour les composites.

Les whiskers les plus facilement obtenus couramment sont ceux de saphir (alumine cristalline). Horizons Inc. aux U.S.A. utilise une laine de fibres très fines (diamètre inférieur au micron). La laine est mélangée avec la matrice métallique en poudre, un agent mouillant et un liant temporaire, et extrudée à température ambiante afin d'orienter les fibres dans une direction principale. L'opération finale est un frittage et un traitement mécanique à chaud.

Ce programme de recherche a prouvé que les whiskers de diamètres inférieurs au micron peuvent être utilisés pour renforcer des métaux. Il a également montré que les whiskers peuvent être soumis à des techniques de mise en oeuvre telles que l'extrusion à froid et le traitement mécanique à chaud sans perdre leur haute résistance mécanique.

Le Groupe Gordon au Erde a réalisé des whiskers au nitrure de Silicium dont l'allongement à rupture est de 2 à 3% et un module d'élasticité supérieur à 2450 kg/mm<sup>2</sup>. L'installation peut produire 9 mètres à l'heure, de whiskers d'une longueur de 5 mm et d'un diamètre de 1  $\mu$ . Gordon propose d'utiliser une matrice métallique pour fabriquer des ailettes de turbine à gaz et pour d'autres applications aux hautes températures.

Morley et Proctor de Rolls-Royce ont essayé des cristaux de saphir. Ils ont montré que par polissage à la flamme on pouvait faire passer la résistance de 35 kg/mm<sup>2</sup> à 700 kg/mm<sup>2</sup>.

### 2.3.4 Fils Métalliques

A cause de leur accessibilité, des fils fins d'une grande variété de métaux ont été utilisés, aussi bien sous forme de filaments continus que de fibres (fils coupés), en tant que renforcements dans différentes études de composites.

Sutton et al of General Electric have successfully produced single crystal alumina filaments of one micron in diameter in lengths of from 1 to 3 inches. These filaments exhibit tensile strengths under optimum conditions in the range of 2,000,000 lb/in<sup>2</sup> (1,400 kg/mm<sup>2</sup>) to 4,000,000 lb/in<sup>2</sup> (2,800 kg/mm<sup>2</sup>).

For compressive loading applications involving buckling, the efficiency of filaments can be improved somewhat by using hollow filaments to reduce the effective density. General Electric has produced and evaluated hollow glass filaments of this type.

### 2.3.3 Whiskers and Fibers

As discussed in Section 2.3.1 and 2.3.2, continuous filaments currently exceed strengths of 500,000 lb/in<sup>2</sup> (350 kg/mm<sup>2</sup>) with a potential approaching  $1 \times 10^6$  lb/in<sup>2</sup> (700 kg/mm<sup>2</sup>). The more perfect whiskers of submicron size can considerably exceed  $1 \times 10^6$  lb/in<sup>2</sup> (700 kg/mm<sup>2</sup>) and therefore have considerable potential as discontinuous reinforcements. Many organizations are experimenting with whiskers but we will discuss here only those that are of interest in composites.

The most readily produced whiskers currently are sapphire (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - single crystal alumina). Horizons, Inc. in the U.S.A. uses a very fine wool like fiber which is submicron in diameter. The wool is blended with a metal matrix powder, wetting agent and a temporary binder and extruded at room temperature to orient the fibers in a principal direction. The final operation consists of sintering and hot working.

This research program has proved that submicron whiskers can be utilized to reinforce metals. It has also shown that whiskers can be subject to processing techniques such as cold extrusion and hot working while retaining their high strength.

The Gordon Group at ERDE has made whiskers of silicon nitride, with an elongation at rupture of 2 to 3% and a modulus of elasticity greater than  $35 \times 10^6$  lb/in<sup>2</sup> (2450 kg/mm<sup>2</sup>). The facility can produce 9 meters per hour of 1 micron diameter whiskers, 5 mm long. Gordon recommends using a metallic matrix for manufacturing gas turbine blades and for other high-temperature applications.

Morley and Proctor at Rolls-Royce have tested sapphire (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) crystals. They have shown that by flame polishing the strength can be increased from 50,000 lb/in<sup>2</sup> (35 kg/mm<sup>2</sup>) to  $10^6$  lb/in<sup>2</sup> (700 kg/mm<sup>2</sup>).

### 2.3.4 Wires

Because of their availability, fine wires in a variety of metals, both as continuous filaments and as fibers (chopped wire), have been used as reinforcements in various composite studies.

Les travaux effectués à NASA Lewis Laboratory et à l'Université de Cambridge avec des fils continus de tungstène liés par une matrice de cuivre montrent que la résistance du composite est donnée par une simple proportionnalité des surfaces contraintes. Cela confirme entièrement les observations faites à l'ONERA sur les composites à matrice organique polymérique renforcée par des filaments ou fils de verre, lorsque la matrice mouille parfaitement les filaments de verre et que son allongement à rupture est égal ou supérieur à 6%.

Les mêmes travaux effectués à Cambridge avec des fils discontinus de tungstène illustrent bien l'effet de la discontinuité sur la résistance du composite. La résistance est amoindrie et cela d'autant plus que les fils sont plus courts et que la désorientation est plus grande par rapport à l'axe principal de l'effort. Les mêmes observations ont été faites à l'ONERA sur les composites à base de fibre de verre et de matrice organique. L'abaissement des propriétés mécaniques de ces derniers composites est plus accentué en raison du plus grand écart entre les modules de renforcement et de la matrice.

Mais d'autre part, si des fils discontinus de tungstène, bien orientés dans une matrice de cuivre, ont un rapport longueur diamètre supérieur à 75, les travaux de la NASA ont montré que la résistance totale des fibres est utilisée. Les composites à base de fibres sont alors aussi efficaces que ceux renforcés avec des filaments continus.

Gratchley chez Rolls-Royce en confirmant les résultats ci-dessus sur composites à base de matrice métallique, a observé aussi à quel point était important l'alignement des filaments discontinus.

Le rôle de l'alignement a été aussi confirmé sur les composites à base de matrice organique par les travaux de l'ONERA.

Pariikh, à l'Illinois Institute of Technology, a effectué un travail approfondi sur les fils coupés dans diverses matrices. Les recherches ont porté sur des fils de tungstène coupés dans une matrice d'aluminium, des fils coupés d'acier doux, de molybdène et d'acier inoxydable type 410 dans une matrice d'argent, et des fils coupés de molybdène, tungstène et tantale dans une matrice d'alumine.

A cause de sa faible densité, le beryllium, de résistance mécanique  $140 \text{ kg/mm}^2$ , est en cours d'étude comme renforcement sous forme de filaments continus de 125 microns de diamètre. Ce fil est commercialisé par Brush Beryllium Co, et plusieurs laboratoires expérimentent des composites à enveloppe de fils métalliques. Le Naval Ordnance Laboratory a utilisé avec succès le fil de beryllium dans une matrice de résine époxy, et a constaté que la résistance totale du renforcement était réalisée dans le composite.

### 3. L' INTERFACE

#### 3.1 Rôle de l'Interface

L'interface peut être définie comme le domaine où s'établissent les liaisons qui rendent solidaires mécaniquement matrice et renforcement. Ces liaisons qui assurent

The work done at NASA Lewis Laboratory and at Cambridge University with continuous tungsten wires in a copper matrix shows that the strength of the composite is related by a simple proportionality to the volume percent of reinforcement. This fully confirms the observations made at ONERA on composites with a polymeric organic matrix reinforced by glass strands or yarns, where the matrix wets the glass strands perfectly and where its elongation at rupture is at least 6 percent.

During the work at Cambridge with discontinuous tungsten wires the effect of discontinuity of the strength of the composite was clearly illustrated. The strength is decreased the shorter the wire and the greater the disorientation with respect to the main axis of the stress. The same observations were made at ONERA on composites using glass fibers and an organic matrix. The loss of strength of these last mentioned composites was even more marked due to the greater difference between the moduli of elasticity of the reinforcement and the matrix.

On the other hand, if well oriented discontinuous tungsten wires in a copper matrix have a length-diameter ratio of 75 or greater, NASA work has shown that the full strength of the fibers is utilized. The fiber composites were as efficient as those reinforced with continuous filaments.

Gratchley, at Rolls-Royce, while confirming the Cambridge results on composites with a metallic matrix, has also commented on the importance of the alignment of the discontinuous filaments. The effect of alignment on the strength of composites with an organic matrix base has been confirmed by the work at ONERA.

Parikh, at Illinois Institute of Technology, has worked extensively with chopped wires in various matrices. His investigations include 1 mil chopped tungsten wires in an aluminum matrix, 3 mil chopped mild steel, molybdenum and type 410 stainless steel wires in a silver matrix, and 5 mil chopped molybdenum, tungsten and tantalum wires in an alumina matrix.

Because of its low density, beryllium wire, 200,000 lb/in<sup>2</sup> (140 kg/mm<sup>2</sup>) tensile strength, in the form of continuous filaments of 5 mil diameter, is under study as a reinforcement. This wire is produced commercially by Brush Beryllium Co. and several laboratories are experimenting with wire wrapped composites. The Naval Ordnance Laboratory has successfully used beryllium wire in an epoxy matrix and found that the full strength of the reinforcement was realized in the composite.

### 3. THE INTERFACE

#### 3.1 Role of the Interface

The interface may be defined as the domain where the matrix and its reinforcement are mechanically integrated such that a stress transfer will take place. The bond

la transmission des charges peuvent être de nature physique (forces de Van der Waals) ou chimique (électrovalentes, covalentes, de coordinence...). Leur nature, leur importance relative déterminent la solidité de l'adhésion de la matrice au renforcement.

La résistance de la liaison à l'interface dépend du comportement de la matrice au cours de son durcissement et de l'effet des agents extérieurs (humidité) au cours du vieillissement.

La matrice des composites qui nous intéressent couramment est composée le plus souvent de matériaux organiques ou métalliques. Généralement ils sont mis en oeuvre à l'état liquide, mais ne deviennent réellement matrice qu'en passant à l'état solide. Dans certains cas, des techniques de frittage peuvent être également utilisées.

Le problème est donc de pouvoir prévoir quelles sortes de liaisons peuvent s'établir entre la surface du renforcement et la matrice. Il est nécessaire de distinguer deux étapes: la formation de l'interface surface du renforcement 'finish' et la formation d'une nouvelle interface finish-matrice.

On doit noter que la liaison assurée par l'interface est de nature physico-chimique, et par conséquent la plus grande partie des résultats présentés dans cette section reflète ce point de vue. Mais l'interface est transfert de charge entre renforcement et matrice il doit être étudié d'un point de vue mécanique, comme on le voit dans la dernière partie de cette section.

### 3.2 Propriétés Importantes de l'Interface

La première et nécessaire condition pour que la matrice transmette les charges aux fibres de renforcement, est qu'elle mouille parfaitement dans l'état liquide (état de mise en oeuvre) la surface solide de ces fibres.

De très nombreux travaux sur le mouillage des solides par les liquides, parmi les plus récents on peut citer ceux de Zisman, des Docteurs Louis Sharpe et Harold Schonhorn, on peut déduire qu'un liquide mouille parfaitement un solide si sa tension superficielle est inférieure à la tension superficielle critique du solide. Cette tension superficielle critique du solide a été définie par Zisman comme étant celle d'un liquide dont l'angle  $\theta$  dans l'équation

$$\tau = \gamma \cos \theta \quad (1)$$

est juste égal à zéro,  $\tau$  étant la tension d'adhésion du liquide sur le solide et  $\gamma$  la tension superficielle du liquide mouillant.

Or, les solides minéraux et métalliques ont des énergies libres de surface telles que les conditions de l'équation (1) sont toujours remplies en présence d'un liquide organique,  $\tau$  est toujours supérieur à  $\gamma$ .

Il ne peut en être autrement que si la surface du renforcement est souillée de telle sorte que l'énergie libre de surface soit réduite notablement. Or, il en est toujours pratiquement ainsi. Les gaz, les vapeurs se fixent sur les substances fibreuses utilisées pour le renforcement.

which assures the transmission of loads may be physical (Van der Waals Forces) or chemical in nature (electrovalent, covalent, coordination forces). The nature and strength of the bond determine the degree of adhesion of the matrix to the reinforcement. The strength of the interface bond is strongly dependent on the behavior of the matrix during curing and on the effects of external agents (moisture) during the aging process.

In the composites with which we are currently interested, the matrix is usually composed of organic or metallic materials. Generally, they are shaped in the liquid state and do not actually become a matrix until passing into the solid state. In certain cases, sintering processes are used.

The problem is, therefore, to be able to predict what sort of bonds can develop between the surface of the reinforcement and the matrix. In doing so, it is necessary to differentiate between two stages in the establishment of the interface: the wetting of the reinforcement or the finish-reinforcement interface, and the formation of the finish-matrix interface.

It should be noted that the bonding at the interface is physical-chemical in nature and hence most of the material presented in this section reflects this viewpoint. The interface is, of course, vital to the load transfer between reinforcement and matrix. It can also be studied from a mechanics viewpoint as is shown in the last part of this section.

### 3.2 Important Interface Properties

The first and necessary requirement for the matrix to be able to distribute the loads among the reinforcements is that in the liquid state (shaping state) it wet the solid surface of these fibers perfectly.

From a large number of works on the wetting of solids by liquids, among the most recent of which we can mention those of Zisman and L. Sharpe and H. Schonhorn, we can deduce that a liquid wets a solid perfectly if its surface tension is below the critical surface tension of the solid. This critical surface tension of the solid has been defined by Zisman as being that of a liquid whose angle  $\theta$ , in Equation (1),

$$\tau = \gamma \cos \theta \quad (1)$$

is precisely equal to zero.  $\tau$  is the liquid-to-solid adhesion tension and  $\gamma$  is the surface tension of the wetting liquid.

Now, mineral and metallic solids have free surface energies such that the conditions of Equation (1) are always met with an organic liquid;  $\tau$  is always greater than  $\gamma$ . It may be otherwise if the surface of the reinforcement is contaminated so that the free surface energy is substantially reduced. In practice, this is always the case as gases and vapors attach themselves to the filaments used for the reinforcement.

### 3.3 Activités de Recherches sur l'Interface

Le problème qui se pose serait donc, à première vue technique. Il s'agit en effet d'éliminer gaz et vapeurs pour assurer le mouillage par le 'finish' et la résine monomère. Cette élimination ne peut se faire aisément et complètement qu'à température élevée. On conçoit donc que la solution de mouillage la plus rationnelle serait d'enrober directement les filaments à la sortie de la filière avec une résine d'imprégnation. Le mouillage serait excellent et la fibre protégée des souillures et des dommages au cours des manipulations et des mises en oeuvre ultérieures nécessaires à la réalisation des composites.

Dans ces conditions le mouillage ainsi idéalement formulé ne poserait pas de problème de recherches de base il serait essentiellement technologique.

En fait cet idéal est difficile à réaliser industriellement. Un certain degré de souillure subsiste. Gaz et vapeur d'eau se fixent à l'état moléculaire solidement sur les zones plus réactives de la surface.

De plus les produits d'ensimage appliqués en émulsions aqueuses à la sortie de la filière enrobent les filaments et constituent ainsi avec la surface du verre une première interface.

Un problème double se pose: comme s'établit cette première interface et comment réagit-elle au moment de la formation de l'interface définitive qui lie renforcement et matrice.

La première interface s'établit et s'organise au fur et à mesure que les molécules de l'ensimage viennent en contact direct avec les atomes et molécules de la surface solide ou s'étalent sur les parties déjà recouvertes de molécules étrangères (gaz ou vapeurs).

La composition chimique de l'ensimage et la fonctionnalité des différentes molécules qui le constituent sont accessibles par l'analyse en particulier à partir des diagrammes d'absorption dans l'infra-rouge. Toute réserve étant faite pour les molécules très actives non volontairement introduites et qui existeraient à l'état de trace.

Par contre, si on connaît la composition globale du solide on ignore la composition (nature et répartition des atomes) de la surface.

Or, c'est cette composition et l'arrangement des atomes qui vont déterminer la nature, le nombre et la force des liaisons qui constitueront la première interface puis contribueront à la solidité de l'interface finale: renforcement-matrice.

L'interface finale est constituée à la fois par les liaisons établies entre la matrice et l'ensimage là où ce dernier est effectivement lié au renforcement et par les liaisons qui peuvent s'établir entre matrice et le solide nu, ou la matrice et le solide recouvert de gaz, là où l'ensimage fait défaut.

### 3.3 Research Activities on the Interface

The wetting problem posed above would at first glance appear to be technical. Actually, it is a question of eliminating gases and vapors in order to ensure wetting by the matrix or finish material. But this elimination can be done easily and completely only at a high temperature. The most rational wetting solution then would be to coat the filaments directly, immediately after they are formed. The wetting would be excellent and the filament would be protected from contamination and damage during subsequent handling and processing during the making of the composites.

Under these conditions, wetting in this ideal form would involve no basic research problem; it would be essentially technological. In fact, however, this ideal is difficult to attain industrially. A certain degree of contamination still takes place; gases and water vapor attach themselves firmly in the molecular state to the most reactive surface areas. Moreover, in glass filament technology, lubricants applied in aqueous emulsions after the strands are spun, coat them, and thus constitute an initial interface with the surface of the glass. A twofold problem is thus posed; how is this initial interface established and how does it react when the final interface connecting the reinforcement and the matrix is formed?

The initial interface is established and organized as the lubricating molecules come in direct contact with the atoms and molecules of the solid surface or spread over the parts already covered with foreign molecules (gases or vapors). The chemical composition of the lubricant and the function of the different molecules of which it is composed can be determined by analysis, particularly from infra-red absorption patterns. An exception is made with regard to very active molecules (dopes), introduced involuntarily, which can exist in the form of traces.

If we know the overall composition of the solid, we are unaware of the exact composition (nature and distribution of atoms) of the surface of the solid. Now, it is this composition and the arrangement of the resulting atoms that will determine the nature, the number and strength of the bonds which will form the initial interface and which will contribute to the strength of the final interface, reinforcement-matrix.

The final interface is formed by the loads established between the matrix and the lubricant, where the latter is effectively bonded to the reinforcement, and by the bonds that may be established between the matrix and the bare solid, or the matrix and the solid covered with gas, where there is no lubricant.

Aux problèmes de la première interface s'ajoute celui posé par le mouillage de l'ensimage par la matrice liquide. C'est le problème du mouillage d'un corps organique à l'état solide ou pâteux par un autre corps organique liquide. Ceci n'est possible que si la tension superficielle du liquide est inférieure ou égale à la tension superficielle critique du solide définie par Zisman. Il ne s'agit pas de poser un nouveau problème de recherche, mais de faire des mesures suivant des méthodes connues sur des couples de corps non encore expérimentés.

### 3.3.1 *Nature et Arrangement des Atomes à la Surface du Solide*

Avant d'aborder le problème lui-même, il est nécessaire de souligner que nous avons montré la nécessité de connaître la morphologie superficielle des fibres et filaments afin d'établir le rôle des défauts de surface dans l'affaiblissement des résistances mécaniques des matériaux fibrés.

Les défauts considérés sont des fissures, des changements brusques de section et toutes discontinuités pouvant être à l'origine d'une rupture prématurée amorcée par une certaine concentration très localisée d'énergie ou de contrainte.

Les surfaces des filaments de verre rapportées au poids du verre sont très inférieures à celles des poudres pour lesquelles on utilise la méthode BET\*. Si on pouvait améliorer suffisamment la sensibilité de cette méthode il serait peut-être possible de repérer la présence de défauts en particulier de fissures sur la surface du filament de verre.

Nous rappelons que le microscope électronique donne des images de défauts qui sont des germes possible de fissures et que la méthode imaginée avec cet appareil par le Laboratoire Central des Glaceries de Saint-Gobain; qui consiste à examiner ces germes de fissures puis à suivre leur développement en présence de la vapeur d'eau est l'exemple d'une technique élaborée spécialement pour expliquer le mécanisme de la rupture prématurée des filaments de verre.

Les renseignements ainsi recueillis sur la morphologie superficielle des fibres et filaments peuvent contribuer à expliquer la fixation de quantités non négligeables de molécules gazeuses, tenues au piège dans les fissures et crevasses.

Ils pourront servir de guides pour la mise au point des méthodes de dégazage et pour contrôler les procédés que l'on peut imaginer, ce qui d'ailleurs a été essayé, pour colmater les crevasses par un traitement approprié que précéderait l'ensimage. La connaissance de la morphologie superficielle ne renseigne pas sur les liaisons qui peuvent être établies, avec les molécules apportées par le milieu ambiant ou par l'ensimage. On ne peut les définir que si on connaît quels atomes sont effectivement localisés sur cette surface et quelles liaisons ils ont eux mêmes avec leurs voisins, ou encore dans quelle mesure ils ont des voisins.

Ceci conduit à dire qu'il est nécessaire de procéder à l'identification des composés superficiels et à établir les degrés d'ordre ou de désordre dans lesquels se trouvent ces composés. En un mot à connaître la composition et la structure superficielle.

---

\* Brunauer, Emmett and Teller

In addition to the problems of the initial interface, there is the problem posed by the wetting of the lubricant by the liquid matrix. This is the problem of the wetting of an organic body in the solid or pasty state by another liquid organic body. This is possible only if the surface tension of the liquid is less than or equal to the critical surface tension of the solid as defined by Zisman. It is not a question of posing a new research problem but of making measurements, using known methods, on pairings of bodies not yet tested.

### *3.3.1 Nature and Arrangement of Atoms on the Surface of the Solid*

Before going into the problem itself, it should be emphasized that we have shown the need in Section 2 to become acquainted with the surface morphology of the filaments in order to establish the effect of surface defects on the weakening of the mechanical strengths of the filaments. The defects considered are cracks, sudden cross-section changes, and any discontinuities which might cause a premature fracture when triggered by very localized stress concentrations.

The ratio, surface area to weight, of glass filaments is much smaller than that found with powders for which the method BET\* is much used. If one could sufficiently improve the sensitivity of this method it would perhaps be possible to discover cracks, or faults in general on the surface of a filament.

The electron microscope will show up defects which are possible sources of cracks, and the method developed by the General Laboratory of the St. Gobain Glassworks in France, to examine these sources of cracks and to then observe their development in the presence of water vapor, is an example of a technique especially developed for explaining the process of premature fracture of glass filaments.

Information gathered on the surface morphology of filaments may contribute to explaining the fixation of considerable quantities of gas molecules trapped in the cracks, pores and crevices. Such studies can serve as a guide for the perfection of de-gassing methods and for checking the processes that may be developed (which has already been tried, moreover) for filling the crevices, using an appropriate treatment preceding the lubrication.

Knowledge of the surface morphology provides no information on the bonds which may be established with molecules introduced by the surrounding atmosphere or by the lubrication. These can be defined only if it is known what atoms are actually on the surface, what relations they have with their neighbors, or to what extent they have neighbors.

This leads us to state that it is necessary to identify the compounds and atoms of the surface and to establish the degrees of order or disorder in which these are found; in short, to become fully acquainted with the surface composition and structure.

---

\* Brunauer, Emmett and Teller

Si on s'en rapporte aux enquêtes objet de ce rapport les techniques déjà utilisées seraient:

- (a) La sonde électronique (sonde de Castaing).
- (b) La diffraction des électrons lents (recommandée par le Professeur Castaing) "pour la composition et l'arrangement des premières couches superficielles."
- (c) L'étude des spectres de Rayons X pour les couches plus profondes.

Des organismes comme l'I.R.C.H.A. en France et le laboratoire du Professeur Guinier à Orsay (France) sont particulièrement bien préparés pour l'étude difficile de structure superficielle aux Rayons X.

### 3.3.2 Force des Liaisons à l'Interface

Cette force est fonction de leur nature physique ou chimique. Et cette nature est déterminée par l'étude de la face solide et des caractéristiques chimiques de l'ensimage et des souillures emprisonnées par l'ensimage.

Il faudra beaucoup de temps pour pouvoir dresser un tableau des diverses liaisons possibles dans une interface donnée. Cela pourrait être possible lorsque les recherches que nous voulons promouvoir auront abouti.

On peut par des méthodes de mesure signalées dans les rapports des experts, évaluer globalement les énergies de liaison de certaines interfaces.

En effet par microcalorimétrie il est possible de mesurer l'enthalpie de mouillage des fibres et filaments en phase vapeur et avec plus de difficulté en phase liquide.

L'enthalpie ainsi mesurée correspond au travail qu'il serait nécessaire de fournir pour séparer les deux faces de l'interface. Son importance donne ainsi une mesure globale de la force des liaisons.

Pour un verre de composition donnée il est possible de vérifier dans quelles conditions un traitement de surface peut modifier l'énergie superficielle. La méthode de l'amortissement pendulaire de Rebinder présente pour cela une bonne sensibilité.

Il y a lieu de signaler aussi la Chromatographie en phase gazeuse déjà appliquée pour caractériser l'ensimage. Cette technique peut contribuer à la connaissance des liaisons susceptibles de s'établir entre certaines molécules prises à l'état de vapeur et les atomes, groupe d'atomes, composés et autres arrangements polarisés situés à la surface du verre. Le verre jouant dans ce cas le rôle de phase stationnaire.

### 3.3.3 Adhérence des Résines, Utilisées comme Matrice, pour les Filaments de Verre

Il a pu être montré à l'ONERA que la résistance au cisaillement nécessaire pour transmettre à l'interface les charges du renforcement à la matrice était relativement faible. La contrainte de cisaillement minimum dans un élément de tension est de l'ordre d'une fraction de kilogramme force par  $\text{mm}^2$  étant entendu que l'interface ne comporte pas de défauts de continuité.

Referring to the research covered by this report, the techniques already used would be:

- (a) Electronic scanning (Castaing scanning).
- (b) Slow electron diffraction (recommended by Professor Castaing) for the composition and arrangement of the first surface layers.
- (c) The study of X-ray spectra for the deeper layers.

Organizations such as the I.R.C.H.A. in France and Professor Guinier's laboratory in Orsay, France, are especially well prepared for the difficult study of surface structure using X-rays.

### 3.3.2 *Strength of Interface Bonding*

This strength depends on the physical or chemical nature of the bonds, and this nature is determined by the study of the solid surface and the chemical characteristics of the lubricant, and the impurities trapped by the lubrication. It would require much time to draw up a table of the various bonds possible to a given interface. This might be possible when the research that we wish to promote has been completed.

By means of measuring methods indicated in the Coordinators' reports, we can make an overall evaluation of the 'binding' energies of certain interfaces. In fact, it is possible through microcalorimetry to measure the heat of wetting of the filaments in the vapor phase, and with more difficulty, in the liquid phase. The heat thus measured corresponds to the energy that would have to be expended to separate the two surfaces of the interface. Its importance thus gives an overall measurement of the strength of the bond.

For glass of a given composition, it is possible to verify under what conditions a surface treatment can modify the surface energy. Rebinder's pendular damping method offers good sensitivity. It is appropriate to draw attention to the use of chromatography, in the gas phase, which has been used for characterizing the lubricant. This technique can contribute to the knowledge of the possible bonds between certain molecules in the vapor state, and the atoms, groups of atoms, compounds and other polarized arrangements located on the surface of the glass. In this case, the glass plays the role of a stationary phase.

### 3.3.3 *Adhesion of Resins when Employed as a Matrix for Glass Filaments*

It has been shown at ONERA that the interface shear strength necessary to transmit loads from the reinforcement to the matrix is relatively small. The minimum shear stress in an element under tension is of the order of a fraction of a kilogram of force per  $\text{mm}^2$  if the interface is continuous.

Les discontinuités peuvent provenir de deux causes principales: le mouillage imparfait de l'ensimage par la résine et la rupture des liaisons à l'une des interfaces, verre-ensimage, ensimage-résine et aussi verre-résine.

La rupture est le résultat soit de l'action des forces de cisaillement lorsque l'une des interfaces ne comporte que des liaisons très faibles, soit d'une compétition entre les forces de liaisons et les forces de cohésion de la matrice.

En effet, l'interface verre-matrice comme l'a fort bien et d'une façon indiscutable montré le Professeur Matting est le lieu où se développent des contraintes au cours du durcissement de la résine, durcissement qui s'accompagne toujours d'un retrait.

Les très belles images obtenues par photoélasticimétrie montrent:

- (a) Que les concentrations de contraintes s'établissent en des points particuliers répartis tout au long des fibres ou des filaments.
- (b) Que ces contraintes déforment la fibre et rompent de ce fait la régularité des alignements des filaments dans les fils et des fils dans le composite. Ces 'désalignements' sont autant de causes de rupture prématurées qui se développent en cascade.
- (c) La présence de 'finish' ou d'ensimage tend à régulariser les contraintes sans qu'on sache si les forces de liaisons entre le finish ou l'ensimage et la matrice ne sont pas tombées au-dessous de la valeur nécessaire à la transmission des charges de filament à filament ou de fil à fil.

Ces travaux doivent être poursuivis pour les différents types de matrice, d'ensimage et d'états de surface du renforcement.

Pour ce qui concerne les liaisons qui constituent l'interface ensimage-résine elles peuvent être chimiques ou physiques. Si elles sont chimiques, on peut les caractériser connaissant par infra-rouge les groupements fonctionnels portés par les molécules des deux faces. Si elles sont du type Van der Waals, il est nécessaire d'avoir recours à des méthodes plus globales telle la mesure des tensions d'adhésion entre matrice (liquide) et verre ensimé.

Toutes les techniques d'analyse et de mesure des liaisons qui forment les interfaces définies ci-dessus doivent aboutir à la connaissance et à la mesure des valeurs globales des forces d'adhésion de la matrice au renforcement.

Pour être sûr que ces valeurs ne sont pas amoindries par des discontinuités de l'interface il pourrait être utile d'employer la technique de sondage par ultra-sons de hautes fréquences proposés par l'I.R.C.H.A. (France).

Les mesures directes des forces de résistance au cisaillement de l'interface, mesures qu'il est nécessaire d'effectuer sur des éprouvettes aisées à définir, sont possibles par la méthode de microtest de torsion mise au point à l'ONERA.

Discontinuity is attributable to one or both of two main causes: the imperfect wetting of the lubricant by the resin and/or the failure of the bonds of one of the interfaces, between glass and lubricant, lubricant and resin, or glass and resin. This failure results from the action of shearing forces acting on an interface with weak bonds, or from competition between the interface bonding and the matrix cohesion forces.

As Professor Matting has shown irrefutably, the glass-matrix interface is the place where stresses develop during the hardening of the resin, this hardening always being accompanied by shrinkage. Very fine pictures obtained by photoelasticity show that:

- (a) Stress concentrations occur at particular points distributed all along the filaments.
- (b) These stresses deform the fiber and thereby disturb the regularity of the alignment of strands in the yarns and the yarns in the composite. These irregular alignments can cause premature fracture which may develop successively through the composite.
- (c) The presence of finish or lubricant tends to equalize the stresses in such fashion that one does not know whether the interface-finish or lubricant-matrix bond forces have fallen below the value necessary for the transmission of load from strand to strand, or from yarn to yarn.

This work should be continued for the various types of matrices, lubricants and surface states of the reinforcement.

With regard to the bonds constituting the lubricant-resin interface, they may be chemical or physical. If they are chemical, they can be characterized by determining the functional groups of the molecules of the two surfaces by means of infra-red. If they are of the Van der Waals type, it is necessary to resort to more comprehensive methods such as the measurement of the adhesion between matrix (liquid) and lubricated glass.

All the techniques of analyzing and measuring the bonds formed by the interfaces defined above should lead to an understanding and knowledge of the overall values of the matrix-to-reinforcement adhesive forces. To be sure that these values are not diminished by discontinuities of the interface, it would be useful to employ the high frequency ultrasonic scanning technique recommended by the I.R.C.H.A. (France). Direct measurements of shearing resistance forces of the interface, measurements which must be made with test pieces that are easy to analyze are possible by the torsion microtest method perfected at ONERA.

### 3.3.4 Mouillage de l'Alumine par les Métaux

Les études fondamentales de Sutton à la General Electric sur le mouillage de l'alumine par le nickel ont montré que des additions de 1 atome % de titane, zirconium, et chrome au nickel abaissait de façon importante l'angle de contact (expériences effectuées entre 1460 et 1510°C). L'aluminium, le cuivre et l'indium ont peu d'effet. Des études additionnelles sont projetées afin de déterminer l'effet des réactions interfaciales sur la force de liaison entre le nickel ou les alliages de nickel et les renforcements d'alumine.

## 4. LE COMPOSITE

### 4.1 Rôle du Composite

Après avoir passé en revue les rôles essentiels des éléments constitutifs du composite, matrice, renforcement, et interface, nous en arrivons maintenant à traiter du composite lui-même. Ce faisant, notre point de vue tendra à passer de la physicochimie qui déterminait l'interface, à la mécanique du solide qui concerne les caractéristiques élastiques et de rupture du composite sous différentes conditions de charge. Nous devons aussi noter, étant donné qu'un composite est une combinaison de matériaux choisis afin d'obtenir un ensemble de propriétés spécifiées à l'avance, que le point de vue mécanique du solide est essentiel pour assurer le succès de la conception d'un composite adapté à des utilisations structurales.

Quand nous envisageons le composite global, nous avons devant nous le problème important de l'essai de ce matériau pour en vérifier les caractères. Les essais sont d'abord essentiels du point de vue de la vérification des prévisions théoriques concernant le comportement du composite à partir de la connaissance des propriétés mécaniques et physiques des éléments constitutifs. De plus, des essais sont nécessaires pour vérifier que tel matériau composite possède les caractères mécaniques, physiques et chimiques requis pour l'utilisation spécifique envisagée. Ils ne diffèrent donc pas essentiellement des méthodes utilisées pour contrôler les matériaux couramment utilisés dans l'aviation et la construction des véhicules spatiaux. Cependant, étant donné la nature essentiellement anisotropique de certains composites, des méthodes spéciales peuvent devenir nécessaires.

### 4.2 Caractéristiques Importantes des Composites

#### 4.2.1 Méthodes Analytiques

- (a) Prévision des caractéristiques physiques et mécaniques des composites à partir de la connaissance des caractéristiques individuelles du renforcement et de la matrice (densité, modules d'élasticité et de cisaillement, coefficient de Poisson, résistance en tension et en compression).
- (b) Le développement d'une théorie structurale anisotropique pour les composites, fondée sur les rigidités en flexion et en extension du composite.

### 3.3.4 *Wetting of Alumina by Metals*

Fundamental studies of the wetting of alumina ( $Al_2O_3$ ) by nickel by Sutton of General Electric have shown that one atomic percent additions of titanium, zirconium and chromium to the nickel, lowered the contact angle significantly in sessile drop experiments at temperatures between  $1460^{\circ}$  and  $1510^{\circ}C$ . Aluminium, copper and indium had little effect. Further studies are planned to determine the effect of interfacial reactions on the bond strength between nickel or nickel alloys and alumina reinforcements.

## 4. THE COMPOSITE

### 4.1 *Role of the Composite*

Having reviewed the essential roles of the constituent elements of the composite, i.e. matrix, reinforcement and interface, we come now to the composite itself. In doing so we tend to shift from the physical-chemical viewpoint, which dominated the interface, to a solid mechanics viewpoint concerned with elastic and failure characteristics of the composite under various loading conditions. We must also note that since a composite is a combination of materials selected to obtain specified design objectives, a solid mechanics approach is essential to the successful design of a composite tailored for structural applications.

The important question of testing a composite to verify various aspects of its performance is before us as we view the complete composite. Testing is first essential to verify theoretical predictions of the behavior of the composite, which have been made from knowledge of the mechanical and physical properties of its constituent elements. Secondly, testing is necessary to ensure that the composite material possesses the mechanical, physical and chemical characteristics required for the specific purpose contemplated. Though such testing might not differ essentially from that used to analyze materials commonly used in aviation and in the construction of space craft, in view of the essentially anisotropic nature of certain composites, special methods may be required.

### 4.2 *Important Characteristics of Composites*

The following items constitute fundamental problem areas associated with the characterization of the composite in terms familiar to the solid mechanics viewpoint.

#### 4.2.1 *Analytical Methods*

- (a) Prediction of the physical and mechanical characteristics of composites from a knowledge of the individual characteristics of the reinforcement and matrix (density, elastic modulus, shear modulus, Poisson's ratio, tensile and compressive strengths).
- (b) Development of anisotropic structural theory for composite materials based on the flexural and extensional rigidities of the composite.

#### 4.2.2 *Caractéristiques de Déformation*

- (a) Mécanismes de transfert de charge à travers la matrice pour les renforcements continus et discontinus.
- (b) Distribution des contraintes et effets de concentration aux interfaces renforcement-matrice.
- (c) Effets résultant de l'orientation relative de la charge et du renforcement.
- (d) Résistance au choc thermique.

#### 4.2.3 *Caractéristiques de Résistance*

- (a) Initiation des microfractures aux interfaces matrice-renforcement.
- (b) Progression des microfractures à travers le composite.
- (c) Aspects statistiques des propriétés de résistance mécanique.

#### 4.2.4 *Composites 'Sur Mesures'*

- (a) Compatibilités optimales matrice-renforcement pour différentes contraintes.
- (b) Orientation et géométrie optimales du renforcement pour des contraintes de tension ou de compression, ou des deux à la fois.
- (c) Choix des caractéristiques (densité, module) du renforcement et de la matrice et configuration transversale optimales pour utilisation en compression et résistance au flambage.
- (d) Choix des caractéristiques optimales (densité, résistance en tension) du renforcement et de la matrice pour utilisation sous tension (telles que dans les chambres sous pression).
- (e) Introduction de mécanismes de glissement pour obtenir une certaine ductilité et des capacités d'absorption d'énergie dans le composite.
- (f) Eléments de blocage des fissures pour des contraintes thermiques et de tension.

### 4.3 *Activités de Recherche sur la Mécanique des Composites*

En raison de la variété des matières qui viennent d'être mentionnées, il n'apparaît pas pratique de passer une revue détaillée des travaux individuels. Cependant un des buts de ce rapport est de donner une idée générale de l'état des connaissances actuelles sur la mécanique des composites ainsi que de l'intensité des efforts qui sont exercés dans ce domaine. En conséquence, un tableau a été établi dans cette intention. Les efforts de recherche dans les domaines où ils sont à un niveau peu élevé sont à encourager d'un point de vue aussi bien théorique qu'expérimental.

#### 4.2.2 *Deformation Characteristics*

- (a) Load transfer mechanisms for continuous and discontinuous reinforcements through the matrix.
- (b) Stress distribution and concentration effects at reinforcement-matrix interfaces.
- (c) Cross effects resulting from relative load-reinforcement orientation.
- (d) Thermal shock resistance.

#### 4.2.3 *Strength Characteristics*

- (a) Fracture initiation at reinforcement-matrix interfaces.
- (b) Fracture progression through composite.
- (c) Statistical aspects of strength properties.

#### 4.2.4 *Tailored Design*

- (a) Optimum reinforcement-matrix compatibilities for various loads.
- (b) Optimum reinforcement orientation and geometry for tensile, compressive and combined loads.
- (c) Selection of optimum reinforcement and matrix characteristics (density, modulus) and cross-sectional configuration for compressive buckling applications.
- (d) Selection of optimum reinforcement and matrix characteristics (density, tensile strength) for tensile applications such as pressure vessels.
- (e) Introduction of slip mechanisms to obtain some ductility and energy absorption capabilities in the composite.
- (f) Crack stoppers for tensile and thermal loads.

### 4.3 **Research Activities on the Mechanics of Composites**

Because of the large amount of material represented in the preceding section, a detailed survey of the work of individual investigators is not practical. However, since a general idea of the state of knowledge and the intensity of effort on the mechanics of composites is directly relevant to the report, a table to give this indication has been prepared. Research in the areas, currently at a low effort, is to be encouraged from both a theoretical and experimental viewpoint.

	Niveau des Connaissances			Niveau des Efforts de Recherches		
	haut	moyen	bas	haut	moyen	bas
<i>4.3.1 Méthodes Analytiques</i>						
(a) prévisions des caractéristiques du composite			x			x
(b) théorie des structures anisotropes	x (autres domaines)			x (autres domaines)		
<i>4.3.2 Caractéristiques de Déformation</i>						
(a) mécanismes de transfert de charge			x			x
(b) concentration et distribution des contraintes			x			x
(c) orientation relative de la charge et du renforcement			x			x
(d) résistance au choc thermique			x			x
<i>4.3.3 Caractéristiques de Résistance</i>						
(a) initiation des microfractures			x			x
(b) progression des microfractures			x			x
(c) aspects statistiques	x (autres domaines)			x (autres domaines)		
<i>4.3.4 Composites sur Mesure</i>						
(a) compatibilité matrice-renforcement			x			x
(b) orientation optimum du renforcement		x			x	
(c) choix des caractéristiques et configuration transversale optimum pour résistance au flambage			x (other fields)		x	
(d) caractéristiques optimum pour résistance en traction		x			x	
(e) introduction de mécanismes de glissement			x			x
(f) éléments de blocage des fissures			x			x

	Current Knowledge			Current Research Effort		
	high	medium	low	high	medium	low
<i>4.3.1 Analytical Methods</i>						
(a) prediction of composite characteristics			x			x
(b) anisotropic structural theory	x (other fields)				x (other fields)	
<i>4.3.2 Deformation Characteristics</i>						
(a) load transfer mechanisms			x			x
(b) stress distribution and concentration			x			x
(c) cross effects			x			x
(d) thermal shock resistance			x			x
<i>4.3.3 Strength Characteristics</i>						
(a) fracture initiation			x			x
(b) fracture progression			x			x
(c) statistical aspects	x (other fields)				x (other fields)	
<i>4.3.4 Tailored Design</i>						
(a) reinforcement-matrix compatibility			x			x
(b) optimum reinforcement orientation		x			x	
(c) optimum buckling characteristics		x (other fields)			x	
(d) optimum tensile characteristics		x		x		
(e) slip mechanisms			x			x
(f) crack stoppers			x			x

**PARTIE B****SOMMAIRE DES RECOMMANDATIONS DE RECHERCHES SUR LES COMPOSITES**

Le but de la commission structures et matériaux est de développer la recherche sur les matériaux composites ayant en vue la satisfaction des exigences toujours croissantes, de l'industrie aérospatiale. En accord avec les objectifs présentés dans l'introduction, les recommandations de recherche dans chacun des quatre domaines mentionnés dans la partie A sont par conséquent données ici sous forme coordonnée.

Nous avons appelé les Recherches d'application immédiates, Recherches Spécifiques. Elles ont trait à des matériaux existants qu'il s'agit d'optimiser, c'est-à-dire, d'une part, d'assurer la régularité de leurs caractéristiques, à la fois dans leur valeur propre et pour une meilleure adaptation au matériel construit.

Les Recherches Générales doivent aboutir à des matériaux nouveaux, ou pour le moins se traduire par un gain substantiel dans les connaissances relatives aux matériaux existants, ou encore par une utilisation nouvelle de ces mêmes matériaux améliorés.

Il est évident qu'il n'existe pas de frontière nettement définissable entre ces deux types de Recherches.

Pour les Recherches Spécifiques le souci dominant est l'amélioration à court terme, sinon dans l'immédiat, des fabrications en cours de développement industriel. On ne peut donc pas toujours être tributaire de recherches à caractère fondamental qui demandent des délais dont la durée est imprécise.

Par contre, les Recherches dénommées Générales ne peuvent atteindre leur but, sans progrès dans la connaissance des phénomènes physiques chimiques mécaniques fondamentaux qui déterminent le comportement des matériaux composites.

**LISTE 1 - PROBLEMES DE RECHERCHES SUR LES MATERIAUX COMPOSITES****1. RECHERCHE SPECIFIQUE****1.1 Matrice**

1.1.1 Courbe effort-déformation jusqu'à rupture à différentes températures et vitesses d'élongation.

1.1.2 Courbe de fluage à différentes températures.

1.1.3 Microtest de torsion pour déformation plastique.

1.1.4 Retrait de polymérisation ou de solidification.

## PART B

### SUMMARY OF RESEARCH RECOMMENDATIONS ON COMPOSITES

The Structures and Materials Panel's goal is to develop research on composite materials with a view toward meeting the ever increasing technological requirements for the construction of aerospace material. In accordance with the objectives presented in the Foreward, therefore, research recommendations for each of the four areas presented in Part A are given in a coordinated form here.

We have called research for immediate specific applications 'Specific Research'. It has to do with existing materials which must be brought to an optimum state of development. That is, on the one hand, it must ensure the reliability of their characteristics, and, on the other hand, it must enhance these same characteristics, both intrinsically, and in regard to improved adaptation to the composite.

The items listed under 'General Research' should lead to new materials or should at least result in a substantial increase in existing knowledge and improvement of techniques for the attainment of improved materials. It is very obvious that there is no clearly definable boundary line between these two types of research.

For the 'Specific Research' items, the primary concern is the prompt improvement of products in the process of industrial development. Here we cannot always depend on research of a fundamental nature which might require an indefinite amount of time. Items listed under 'General Research' are those which cannot reach their goal without an increase in knowledge of fundamental physical, chemical and solid-mechanic phenomena which govern the behavior of composite materials.

### LIST I - RESEARCH PROBLEMS IN COMPOSITE MATERIALS

#### 1. SPECIFIC RESEARCH

##### 1.1 Matrix

- 1.1.1 Complete stress-strain curve to fracture at various temperatures and strain rates.
- 1.1.2 Creep curves to fracture at various temperatures.
- 1.1.3 Torsion microtest for plastic deformation.
- 1.1.4 Determination of polymerization or solidification shrinkage.

## 1.2 Renforcements

(Les éléments suivants devront être déterminés pour chaque revêtement ou traitement affectant la surface du renforcement.)

1.2.1 Courbe effort-déformation complète des filaments, fils et rovings.

1.2.2 Effet de la température sur ce qui précède.

1.2.3 Distribution statistique des propriétés. (Les éléments précédents devant être déterminés pour chaque revêtement ou traitement affectant la surface du renforcement).

## 1.3 Interface

1.3.1 Mesure de la mouillabilité du renforcement et de l'adhésion des revêtements ou traitements de surface.

1.3.2 Protection de la surface du renforcement contre l'endommagement mécanique par le choix de l'ensimage.

1.3.3 Mesure de l'adhésion de la matrice liquide au renforcement avec ou sans 'finish' (compatibilité matrice-renforcement).

## 1.4 Composites

1.4.1 Variation de la résistance mécanique en fonction de la température.

1.4.2 Résistance mécanique en tension, flexion et compression.

1.4.3 Résistance au choc thermique.

1.4.4 Résistance à la fatigue.

1.4.5 Détermination de l'élongation correspondant à l'apparition de microfissures. Relation entre l'élongation et la rupture de la matrice.

1.4.6 Propagation des fissures.

1.4.7 Absorption d'énergie. (Sensibilité à l'entaille).

## LISTE II - PROBLEMES DE RECHERCHES SUR LES MATERIAUX COMPOSITES

## 2. RECHERCHES GENERALES

### 2.1 Matrice

2.1.1 Création de matériaux de matrice ayant une déformation suffisante à la rupture.

## **1.2 Reinforcements**

The following for each coating or treatment which affects the surface of reinforcement:

- 1.2.1 Measurement of the complete stress-strain curve of filaments, strands, yarns or rovings.
- 1.2.2 Effect of temperature on above.
- 1.2.3 Statistical distribution of properties.

## **1.3 Interface**

- 1.3.1 Measurement of the wettability and adhesion of coating or surface treatment to reinforcement.
- 1.3.2 Protection of the surface of the reinforcement by the choice of lubrications against mechanical damage.
- 1.3.3 Measurement of the adhesion of liquid matrix to reinforcement with or without finish (matrix-reinforcement compatibility).

## **1.4 Composites**

- 1.4.1 Variation in mechanical strength depending on temperature.
- 1.4.2 Tensile, flexural, and compressive strength.
- 1.4.3 Thermal shock resistance.
- 1.4.4 Resistance to fatigue.
- 1.4.5 Determination of the elongation corresponding to the appearance of microcracks. Relationship between elongation and fracture of the matrix.
- 1.4.6 Fracture propagation.
- 1.4.7 Energy absorption (notch sensitivity).

## **LIST II - RESEARCH PROBLEMS IN COMPOSITE MATERIALS**

### **2. GENERAL RESEARCH**

#### **2.1 Matrix**

- 2.1.1 Creation of matrix materials having a sufficient deformation at fracture.

2.1.2 Détermination du degré de réticulation (cross linking) des résines de la matrice.

2.1.3 Etudes de l'influence du degré de réticulation sur la rhéologie de la matrice.

2.1.4 Détermination du taux de développement des concentrations de contraintes en fonction du taux de retrait de polymérisation et du degré de réticulation. (Utilisation de la photoélasticimétrie.)

## 2.2 Renforcement

2.2.1 Etude des théories sur la déformation des filaments et des whiskers.

2.2.2 Recherche sur l'influence de la composition sur la résistance et sur le module d'élasticité du verre.

2.2.3 Caractérisation de l'état superficiel des renforcements.

(a) Théories sur la structure superficielle de 'l'écorce' des filaments étirés.

(b) Utilisation de la technique de diffraction des rayons X aux petits angles.

(c) Composition superficielle localisée (technique de la sonde Castaing).

(d) Arrangement des atomes en surface (diffraction des électrons lents).

2.2.4 Action de l'eau sur les fissures et action de finish, de l'eau et autres agents de durcissement sur la résistance à rupture des filaments.

## 2.3 Interface

2.3.1 Activité des deux faces avant leur contact.

(a) Nature des groupements fonctionnels libres sur la surface des filaments.

(b) Création de groupements fonctionnels pour faciliter le mouillage des fibres et des filaments.

(c) Tracé des courbes de Sorption (méthode BET) des filaments de verre.

(d) Mesure des chaleurs de mouillage par microcalorimétrie.

(e) Mesure comparée des énergies de surface par amortissement pendulaire (méthode Rebinders).

2.3.2 Forces des liaisons à l'interface.

(a) Mesure de la mouillabilité et de l'adhésion, de la matrice liquide au filament enrobé d'ensimage ou de finish.

(b) Mesure de la résistance au cisaillement de torsion des différentes interfaces (microtest de torsion).

2.1.2 Determination of the degree of crosslinking of the matrix resins.

2.1.3 Studies of the effect of the degree of crosslinking in the rheology of the matrix.

2.1.4 Determination of the rate of development of stress concentrations as a function of the rate of polymerization shrinkage and the degree of crosslinking. (Utilization of photoelasticity.)

## 2.2 Reinforcements

2.2.1 Study of filament and whisker deformation theories.

2.2.2 Research on the effect of the composition on the strength and modulus of elasticity of glass.

2.2.3 Research on effects of high temperature exposure on glass, from which its strength is often much below that at ambient temperature.

2.2.4 Characterization of the surface state of reinforcements.

(a) Theories on the surface structure of the skin of drawn filaments.

(b) Utilization of the technique of small-angle X-rays diffraction.

(c) Localized surface composition (Castaing scanning technique).

(d) Arrangement of atoms on the surface (slow atom diffraction).

2.2.5 Effect of water on cracks, and the effect of finish, water and other hardening agents on the breaking strength of the filaments.

## 2.3 Interface

2.3.1 Activity of the two faces before contact.

(a) Nature of the free functional groupings on the filament surface.

(b) Creation of functional groupings to facilitate the wetting of the filaments.

(c) Graph of sorption curves (BET method) for glass filaments.

(d) Measurement of wetting heats by microcalorimetry.

(e) Comparative measurement of the surface energies by pendular damping (Rebinder method).

2.3.2 Forces of contacts on the interface.

(a) Measurement of the wettability and adhesion of the liquid matrix to filaments subject to lubricant or finish.

(b) Measurement of the torsion shearing strength of the various interfaces (torsion microtest).

### 2.3.3 Transmission des charges à l'interface.

- (a) Distribution des concentrations de contraintes. (Etudes par microphoto-élasticimétrie.)
- (b) Défauts de liaison à l'interface. Examens par coupes fines au microscope électronique et sondage par ultra-sons de haute fréquence.

## 2.4 Composites

### 2.4.1 Méthodes analytiques.

Prédictions des caractères du composite.

### 2.4.2 Caractéristiques de déformation.

- (a) Mécanismes de transfert de charge.
- (b) Distribution et concentration des contraintes.
- (c) Effet de croisement.
- (d) Résistance au choc thermique.

### 2.4.3 Caractéristiques de résistance.

- (a) Initiation de la fracture par les microfissures.
- (b) Progression de la fracture jusqu'à rupture.

### 2.4.4 Composites 'sur mesures'.

- (a) Compatibilité matrice-renforcement.
- (b) Mécanisme de glissement.
- (c) Blocage des criques.

### 2.3.3 Transmission of loads through the interface.

- (a) Distribution of stress concentrations (microphotoelasticity studies).
- (b) Interface contact defects.
- (c) Electron microscope examination and high-frequency ultrasonic scanning of thin cross-sections.

## 2.4 Composites

### 2.4.1 Analytical methods.

Prediction of composite characteristics.

### 2.4.2 Deformation characteristics.

- (a) Load transfer mechanisms.
- (b) Stress distribution and stress concentrations.
- (c) Cross effects.
- (d) Thermal shock resistance.

### 2.4.3 Strength characteristics.

- (a) Fracture initiation by microcracking.
- (b) Fracture progression to gross failure.

### 2.4.4 Tailored design.

- (a) Reinforcement-matrix compatibility.
- (b) Slip mechanisms.
- (c) Crack stoppers.

## GLOSSAIRE

Anglais		Français
FILAMENT:	Fibre de verre élémentaire, de longueur infinie	UN FILAMENT
(STAPLE) FIBER:	La longueur d'une fibre est finie et relativement courte	UNE FIBRE
STRAND:	Groupe de filaments continus parallèles	UN FIL (DE BASE)
YARN:	Un ou plusieurs fils de base tordus	UN FIL
ROVING:	Groupe de plusieurs fils de base parallèles	UN ROVING
SIZE:	Traitement de protection de la surface du verre fibré, assurant également:	ENSIMAGE
BINDER:	Qui fait la liaison des filaments entre eux	UN LIANT UN ENSIMAGE
LUBRICANT:	La lubrification du verre	UN LUBRIFIANT
FINISH:	L'adhésion du verre à la matrice	UN FINISH
BOND:	Ce qui empêche les éléments de se séparer	UNE LIAISON

## GLOSSARY

English		Français
FILAMENT:	A single reinforcement element; also used herein as a generic term for continuous reinforcement. A binder and often a finish is applied to the filament.	UN FILAMENT
(STAPLE) FIBER:	A relatively short to short filament.	UNE FIBRE
STRAND:	A bundle of parallel filaments.	UN FIL DE BASE
YARN:	Several twisted strands. A finish is always applied to a yarn.	UN FIL
ROVING:	Several parallel or slightly twisted strands. A finish is always applied to a roving.	UN ROVING
BINDER:	A sizing, a surface treatment for a filament or fiber.	UN LIANT UN ENSIMAGE
LUBRICANT:	A lubrication for a glass filament or fiber.	UN LUBRIFIANT
FINISH:	A treatment employed to prepare the surface of the glass reinforcement so as to obtain a bond with the matrix.	UN FINISH
BOND:	The resistive capacity of an assembly of two elements to parting forces.	UNE LIAISON

## GLOSSARY

English		Français
FILAMENT:	A single reinforcement element; also used herein as a generic term for continuous reinforcement. A binder and often a finish is applied to the filament.	UN FILAMENT
(STAPLE) FIBER:	A relatively short to short filament.	UNE FIBRE
STRAND:	A bundle of parallel filaments.	UN FIL DE BASE
YARN:	Several twisted strands. A finish is always applied to a yarn.	UN FIL
ROVING:	Several parallel or slightly twisted strands. A finish is always applied to a roving.	UN ROVING
BINDER:	A sizing, a surface treatment for a filament or fiber.	UN LIANT UN ENSIMAGE
LUBRICANT:	A lubrication for a glass filament or fiber.	UN LUBRIFIANT
FINISH:	A treatment employed to prepare the surface of the glass reinforcement so as to obtain a bond with the matrix.	UN FINISH
BOND:	The resistive capacity of an assembly of two elements to parting forces.	UNE LIAISON

## QUESTIONNAIRE

### INTRODUCTION

Composite Materials are becoming increasingly important in various areas of aerospace design. Specific aspects of composite materials have been brought to the fore by the successful use of reinforced plastics as high strength materials. This achievement has called attention to the mechanism of the reinforcement of a low modulus matrix by high modulus, high specific strength fibrous materials. The hope has arisen of adapting this achievement to other structural requirements by reinforcing metal matrices with high rigidity, high tensile strength reinforcements such as whiskers and metallic filaments for various temperature applications.

The studies of the AGARD Materials Committee have made it possible to prepare a list of research problems which are considered to be most important for the promotion of the rapid development of composite materials for aerospace applications.

### AIM

The purpose of this questionnaire is:

- (a) to distribute, for information, a list of problems to agencies of the various NATO member countries. This distribution should assist these agencies to establish their own research programs on composites.
- (b) to propose a list of 20 research problems of a more basic nature, which could be undertaken within the framework of a program formulated by the AGARD Structures and Materials Panel. These could form the subject of a research 'pool'. That is to say, they could initiate periodical exchanges of information and presentations of results, under NATO auspices, among those participating in the research work.

### QUESTIONS

Would you kindly answer the following questions:

- (a) Are you engaged in research relating to the subjects defined in the 'Specific Research' (List I) summary?
- (b) As above, for the 'General Research' (List II)?
- (c) Would you agree to participate and contribute results to a research pool in work along these lines?
- (d) In the affirmative, please indicate the research items upon which you would contribute.
- (e) Lastly, in the event that you would wish to comment on Lists I or II, or propose other titles, such remarks would be thoroughly considered.

Replies to this questionnaire should be made to:

Executive Officer  
Structures and Materials Panel, AGARD  
64 rue de Varenne  
Paris VII

## QUESTIONNAIRE

### INTRODUCTION

Les matériaux composites prennent une importance accrue dans les différents domaines de la construction aérospatiale.

Ce qui a révélé les aspects particuliers du caractère composite c'est la réussite comme matériaux à haute résistance des plastiques renforcés et armés. Cette réussite a mis en relief le mécanisme du renforcement d'une matrice à faible module par des matériaux fibreux à haut module et à résistance spécifique élevée. L'espoir est donc né de transposer cette réussite à d'autres problèmes de matériaux structuraux en renforçant des matrices métalliques par des renforcements à haute rigidité et à haute résistance, tels que 'whiskers' et filaments métalliques pour des applications à différentes températures.

Les travaux de la Commission des Matériaux de l'AGARD ont permis d'élaborer une liste des problèmes de recherches qui sont apparus après enquête des experts comme les plus importants pour promouvoir un progrès rapide des matériaux composite destinés à la construction aérospatiale.

### BUT

Le but du présent questionnaire est de:

- (a) Diffuser à titre d'information la liste de ces problèmes aux organismes intéressés des différents pays membres de l'OTAN. Cette diffusion devant aider ces organismes à établir leurs propres programmes de Recherche sur les composites.
- (b) Proposer une liste de vingt problèmes de Recherches de caractère plus fondamental qui seraient développés dans le cadre d'un programme élaboré par la Commission des Matériaux et Structures de l'AGARD. De ce fait, ils pourraient être l'objet d'un 'pool' de Recherche, c'est-à-dire qu'ils donneraient lieu à des échanges périodiques d'information - voire à des communications de résultats sous l'égide de l'OTAN entre les participants à ces recherches.

### QUESTIONS

Nous vous demandons donc de bien vouloir répondre aux questions suivantes:

- (a) Poursuivez-vous des Recherches qui se rapportent aux sujets exprimés dans le tableau Recherches Spécifiques (Liste I)?
- (b) idem. les Recherches Générales (Liste II)?
- (c) Seriez-vous d'accord pour participer et fournir des résultats à un pool de Recherches tel qu'il a été indiqué ci-dessus?
- (d) Dans l'affirmative, veuillez nous indiquer les titres des Recherches auxquelles vous voulez participer.
- (e) Toutes remarques ou additions que vous voudrez bien faire concernant les Listes I et II seront étudiées très sérieusement et retenues le cas échéant.

Les réponses à ce questionnaire doivent être adressées à

Executive Officer  
Structures and Materials Panel AGARD  
64, rue de Varenne  
Paris 7ème