

# *Композиты и наноструктуры (Composites and Nanostructures)*

*Научно-технический журнал*

<http://www.issp.ac.ru/journal/composites>

ISSN 1999-7590

Издаётся с 2009 г.

**Главный редактор профессор С.Т. Милейко**

**Редакционная коллегия**

Альмов М.И., чл.-корр. РАН; Андреевский Р.А., проф.; Аннин Б.Д., академик; Бахвалов Ю.О., д-р. техн. наук; Викулин В.В., проф.; Георгиевский Д.В., проф.; Глезер А.М., проф.; Колобов Ю.Р., проф.; Костиков В.И., чл.-корр. РАН.; Куперман А.М., проф.; Лурье С.А., проф.; Патлахан С.А., проф.; Победря Б.Е., проф.; Сапожников С.Б., проф.; Севастьянов В.Г., чл.-корр. РАН; Сорина Т.Г., канд. техн. наук; Столин А.М., проф.; Шмотин Ю.Н., канд. техн. наук

**Редакционный совет**

Л.Р. Вишняков, проф. (Украина); С.В. Ломов, проф. (Бельгия); А.Р. Bunsell, проф. (Франция); К.К. Chawla, проф. (США); T-W Chou, проф. (США); Sh. Du, проф. (КНР); T. Ishihara, д-р (Япония); A. Kohyama, проф. (Япония); W.M. Kriven, проф. (США); L.M. Manocha, проф. (Индия); V.M Orera, проф. (Испания); H. Schneider, проф. (Германия); K. Schulte, проф. (Германия); G.C. Sih, проф. (США); M. Singh, д-р (США); H.D. Wagner, проф. (Израиль)

**Учредители:**

ИФТТ РАН;  
ООО «Научно-техническое предприятие  
«Вираж-Центр»

**Редакция:** ИФТТ РАН

Россия, 142432, г. Черноголовка  
Московской обл.

Тел./Факс: +7(495)22493

<http://www.issp.ac.ru>

**Ведущий редактор:** Н.А.Прокопенко

**Издательство:** ООО НТП «Вираж-Центр»

Россия, 105264, Москва,  
ул. Верхняя Первомайская, д. 49, корп. 1 офис 401.  
Почтовый адресс: Россия, 105043, Москва, а/я 29  
Тел.: 7 495 290-34-73

<http://www.machizdat.ru>

e-mail: virste@dol.ru

**Директор журнала:** М.А.Мензуллов

**Вёрстка:** А.А.Мензуллов

Отпечатано: ООО «РПЦ ОФОРТ» г. Москва,

пр-кт Будённого, 21

Заказ №

Тираж 100

Цена – договорная

Журнал зарегистрирован Федеральной службой по надзору в сфере связи и массовых коммуникаций.

Свидетельство о регистрации средства массовой информации № ФС77-33449 от 08.10.2008.

*Авторы опубликованных материалов несут полную ответственность за достоверность приведённых сведений, а также за наличие в них данных, не подлежащих открытой публикации. Материалы рецензируются.*

*Перепечатка, все виды копирования и воспроизведения материалов, публикуемых в журнале, осуществляются только с разрешения редакции.*

**На первой стр. обложки:** Рис. 1. СЭМ-микрофотографии порошков SA2S после высокотемпературной обработки

Из статьи: ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ ПРИ СИНТЕЗЕ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ АЛЮМОСИЛИКАТНОЙ СТЕКЛОКЕРАМИКИ, АРМИРОВАННОЙ НИТРИДОМ КРЕМНИЯ

# *Composites and Nanostructures*

<http://www.issp.ac.ru/journal/composites/>

ISSN 1999-7590

---

**Editor-in-Chief**  
**Professor Sergei T. Mileiko**

## Editorial Board

Professor M.I. Alymov (Russia); Professor R.A. Andriyevskii (Russia); Professor B.D. Annin (Russia); Dr Yu.O. Bakhvalov, (Russia); Professor A.R. Bunsell (France); Professor K.K. Chawla (USA); Professor T-W Chou (USA); Dr T. Ishihara (Japan); Professor Sh. Du (China); Professor D.V. Georgievskii (Russia); Professor A.M. Gleser (Russia); Professor A. Kohyama (Japan); Professor Yu.R. Kolobov (Russia); Professor V.I. Kostikov (Russia); Professor W.M. Kriven (USA); Professor A.M. Kuperman (Russia); Professor S.V. Lomov (Belgium); Professor S.A. Lurie (Russia); Professor L.M. Manocha (India); Professor V.M. Orera (Spain); Professor S.A. Patlazhan (Russia); Professor B.E. Pobyedrya (Russia); Professor S.B. Sapozhnikov (Russia); Professor H. Schneider (Germany); Dr Shmotin Yu. N. (Russia); Dr T.G. Sorina (Russia); Professor A.M. Stolin (Russia); Professor K. Schulte (Germany); Professor V.G. Sevastyanov (Russia); Professor G.C. Sih (USA); Dr M. Singh (USA); Professor V.V. Vikulin (Russia); Professor L.R. Vishnyakov (Ukrain); Professor H.D. Wagner (Israel)

---

### **Established by:**

Solid State Physics Institute  
 Russian Academy of Sciences  
 (ISSP RAS)  
 and  
 Science Technical Enterprise  
 «Virag-Centre» LTD

### **ISSP RAS:**

2, Institutskaya str., Chernogolovka, Moscow district., Russia,  
 142432

**Tel./Fax:** +7(49652)22493

<http://www.issp.ac.ru/journal/composites/>

**Editor:** Nelli Prokopenko

### **Publishing House:**

STE Virag-Centre LTD  
 49/1, Verchnyaya Pervomayskaya str., Moscow,  
 Russia, 105043.  
 Phone: 7 495 290 34 73  
<http://www.mashizdat.ru>

### **Director of journal**

M.A. Menzullov

### **Making-up**

A.A. Menzullov

**Photo on the cover:** Fig. 1. SEM microphotographs of SA2S powders after high-temperature processing

APPLICATION OF SPARK PLASMA SINTERING FOR SYNTHESIS OF COMPOSITE MATERIALS BASED  
 ON ALUMINOSILICATE GLASS-CERAMICS REINFORCED WITH SILICON NITRIDE

---

## СОДЕРЖАНИЕ

**С.В.Дубинский, Ф.С.Севастьянов, А.А.Сафонов, С.Г.Абаймов, Н.В.Розин\*, Б.Н.Федулов**

МЕТОД РАСЧЁТНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРОЧНОСТНЫХ СВОЙСТВ КОНСТРУКЦИЙ С УЧЁТОМ

ОБРАЗОВАНИЯ МИКРО И МАКРО ПОР ПРИ ВАКУУМНОЙ ИНФУЗИИ ..... 151

Влияние разброса технологических параметров на рассеяние упруго-прочностных характеристик в композитных конструкциях оказалось одной из наиболее сложных проблем на пути реализации преимуществ композитов в части повышения весового совершенства и экономического эффекта для крупногабаритных силовых конструкций, в особенности изготавливаемых с использованием технологий жидкостного формования (RTM, вакуумная инфузия и т.д.)

В настоящей работе представлен метод расчёта эффективных механических свойств композиционного материала в конструкции, изготовленной методом вакуумной инфузии и содержащей случайные технологические дефекты (микро/макро поры). Метод основан на использовании уравнения Дарси для описания процессов пропитки вязким связующим армированных волокнистых структур, эмпирических законах влияния скорости пропитки на образование микро- и макропор и на микромеханической модели Чамиса. Для проверки предложенного подхода выполнен ряд технологических экспериментов. Разработанный метод может применяться как для оболочечных, так и для существенно трёхмерных элементов без ограничений по геометрии (с. 151–159; ил. 5).

**Гуськов А.П. ....** ..... 160

РАСПАД РАСТВОРА ПРИ ФОРМИРОВАНИИ ЭВТЕКТИЧЕСКИХ КОМПОЗИТОВ .....

В отличие от самой популярной теории формирования эвтектических композитов (ЭК) Ханта и Джексона (ХД), в основе которой лежит квазивновесное приближение, а природа распада раствора на периодическое чередование фаз не имеет удовлетворительного объяснения, в настоящей работе показано, что в процессе фазового перехода раствор, находясь в неравновесном состоянии, может попасть в неустойчивое состояние. В работе строится фазовая диаграмма, в которой показана граница такого состояния, т.е. граница области спинодального распада раствора. Используя построенную фазовую диаграмму, дается постановка и решение задачи диффузии, в которой учитывается неустойчивое состояние раствора. Показано, что при попадании раствора в область спинодального распада, межфазная граница твердой фазы может потерять устойчивость, и что взаимодействие неустойчивости межфазной границы, неустойчивого раствора и кинетики присоединения частиц к растущей твердой фазе ведет к формированию периодической структуры ЭК (с. 160–173; ил. 3).

**А.С.Чайникова, Д.В.Гращенков, М.Л.Ваганова, С.Ю.Модин**

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ ПРИ СИНТЕЗЕ

КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ АЛЮМОСИЛИКАТНОЙ

СТЕКЛОКЕРАМИКИ, АРМИРОВАННОЙ НИТРИДОМ КРЕМНИЯ .....

174  
Опробована методика получения стеклокерамических композиционных материалов на основе Sr-анортитовой стеклокерамики, армированной частицами  $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$  и  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ , с применением золь-гель метода и искрового плазменного спекания (SPS). Показано, что композиты с плотностью, близкой к теоретической могут быть получены методом SPS при температурах, меньших, чем при традиционном спекании таких материалов на 350 - 400 °C. Изучено влияние предварительного совместного помола исходных смесей на синтез и структуру композитов. Установлено, что при применении метода SPS, совместный помол не оказывает влияния на температуру спекания материалов, их фазовый состав и механические свойства, но повышает равномерность распределения компонентов в материале, что способствует увеличению их стойкости к окислению (с. 174–186; ил. 6).

**Г. П. Егоров, А. А. Волков**

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРИТИЧЕСКОГО УРОВНЯ ВНУТРЕННИХ НАПРЯЖЕНИЙ В ТОНКИХ ПЛЕНКАХ .....

187  
Проблема измерения и учета внутренних механических напряжений остро стоит перед исследователями и производителями тонкопленочных устройств, так как повышенный (критический) уровень напряжений может привести к негативным последствиям (растрескивание, отслоение от подложки). Для измерения значений критического напряжения авторами использована методика, основанная на использовании устройства с емкостным датчиком. Устройство позволяет измерять критические напряжения в тонких пленках (регистрировать момент разрушения) непосредственно во время осаждения. Предлагаемая методика состоит из двух последовательных преобразований. Показано, что выбранные параметры измерительных преобразований с небольшой погрешностью (около 5%) по величине измеряемых напряжений позволяют исследовать кинетику формирования напряжений с высокой чувствительностью. Показаны границы применения: отношение толщин подложка/пленка должно быть больше 150, максимальный прогиб должен быть меньше 4 мм. Впервые экспериментально удалось определить критические значения напряжений  $\sigma_{kprim}$ , и соответствующие им уровни деформаций  $\Delta\varepsilon_{kprim}$ , при достижении которых наблюдалось отслоение для пленок Al, Ti, Cu и Ta, осажденных на медную подложку, а также для пленок Ta, осажденных на стеклянную подложку. Отмечается, что предложенная методика может быть использована при определении критических напряжений и деформаций не только для ионного осаждения в вакууме, но и для любого метода получения тонких пленок, а на основании полученных результатов могут быть разработаны рекомендации по определению и учету напряжений в тонких пленках на различных стадиях технологического процесса (с. 187–203; ил. 13).

**М.Голубев**

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФФЕКТИВНЫХ УПРУГИХ ПОСТОЯННЫХ ОДНОНАПРАВЛЕННОГО

ТРЁХКОМПОНЕНТНОГО КОМПОЗИТА .....

204  
Рассматривается задача микромеханики для одноправленного трёхкомпонентного композитного материала, состоящего из углеродных волокон и двух типов полимерной матрицы – термореактивной и термопластичной. Используется микромодель материала первого уровня, учитывающая только относительные объёмные содержания волокон и матриц и игнорирующую геометрию микроструктуры композита. Определены упругие постоянные трёхкомпонентного композита в зависимости от относительного объёмного содержания его компонентов и исследован вопрос о рациональном объёмном содержании термореактивной и термопластичной матрицы в материале (с. 204–210; ил. 4).

## CONTENS

**S.V.Dubinskiy, F.S.Sevastyanov, A.A.Safonov, S.G.Abaimov, N.V.Rozin, B.N.Fedulov**

EVALUATION OF MECHANICAL PROPERTIES IN VACUUM INFUSED STRUCTURES WITH MICRO AND MACRO VOIDS ..... 151

The scatter in mechanical properties caused by uncertainties in raw materials and process induced defects appeared to be one of the most important issues on the way of cost- and weight effective composites production for primary large scale structures especially using liquid molding processes (RTM, vacuum infusion, e.t.c.).

In current paper the method to evaluate the effective mechanical properties of vacuum infused structure with micro/macro voids was proposed. The method is based on Darcy law for resin flow in porous media, empirical relationship between flow rate and void formation and Chamis micromechanical theory. The proposed approach was verified experimentally and may be applied for 2-D and 3-D structures of any complex geometry (p. 151-159; fig. 5).

**A.P.Guskov**

THE DECOMPOSITION OF THE SOLUTION DURING THE FORMATION OF EUTECTIC COMPOSITES ..... 160

Hunt and Jackson's (HJ) theory formation of eutectic composites (EC) is currently the most popular. This theory explains the formation of the EC in the framework of equilibrium thermodynamics and it sets initially periodic alternation of eutectic phase solid solution, which is not explained. In contrast to the HD's theory the present work shows that the solution can get into an unstable state during the phase transition. The boundary of such state is built here. This work show that the interaction of the interface instability, unstable solution and the kinetic of attachment of particles to the growing solid phase leads to the formation of the periodic structure of EC (p. 160–173; fig. 3).

**A.S. Chainikova, D.V. Grashchenkov, M.L. Vaganova, S.Y. Modin**

APPLICATION OF SPARK PLASMA SINTERING FOR SYNTHESIS OF COMPOSITE MATERIALS BASED ON ALUMINOSILICATE GLASS-CERAMICS REINFORCED

WITH SILICON NITRIDE ..... 174

Glass-ceramic composite materials based on Sr-anorthite glass-ceramics reinforced with  $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$  and  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$  particles were synthesized using the sol-gel method and spark plasma sintering (SPS). It was shown that composites with density close to theoretical can be synthesized by SPS at temperatures lower than by traditional sintering and hot pressing of these materials at 350 - 400 °C. An effect of prior co-milling of the component mixtures on the synthesis and structure of the composites was studied. It is found that co-milling has no influence on the sintering temperature, phase composition and mechanical properties of the materials, but it improves the distribution of the components in the materials, that contributes to an increase in their oxidation resistance, if SPS method is used. (p. 174–186; fig. 6).

**G.P. Egorov, A.A. Volkov**

THE CRITICAL STRESS MEASUREMENT IN THIN FILMS ..... 187

Measurement of intrinsic stresses in thin films is a challenging issue due to to negative effects (cracking, delamination) that appear when critical values are attained. Experimental method based on the capacitance gauge device usage was employed to evaluate (measure) critical stresses. The device allows to indicate the failure point directly during the deposition process. Proposed experimental method involves two subsequent steps. It was demonstrated that selected parameters of the measuring steps enable to investigate stress generation kinetics with high sensitivity and relatively small stress error of about  $\epsilon\sim 5\%$ . The usage domain of proposed experimental method was obtained: substrate/film thickness ratio should be greater than 150, the maximum deflection should be less than 4 mm. For the first time, critical stress and deformations values corresponding to the thin film delamination were obtained for thin films of Al, Ti, Cu and Ta sputtered on copper substrate and for Ta thin films sputtered on silica-based substrate. Proposed experimental method can be used for critical stress measurement in thin films produced not only by vacuum ion deposition, but with other thin film formation methods. Finally, recommendations for the measurement of intrinsic stresses in thin films can be derived based on the obtained results in various process flow stages (p. 187–203; fig. 13).

**M.Golubev**

EVALUATION OF EFFECTIVE ELASTIC CONSTANTS IN UNIDIRECTIONAL THREE-COMPONENT

COMPOSITE MATERIA ..... 204

The problem of micromechanics is considered in application to unidirectional three-component composite material consisting of carbon fibers and two types of polymeric matrix – thermoset and thermoplastic. The first-order material model allowing for fiber and matrices volume fractions only and ignoring actual geometry of material microstructure is applied. As a result, elastic constants of the three-component composite material are determined as function of the component volume fractions and the problem of rational relationship between the fractions of thermoset and thermoplastic matrices is studied (p. 204–210; fig. 4).