

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2023-3-81-90>

УДК 538.91; 669

ОПТИМИЗАЦИЯ МЕТОДИКИ ВЫСОКОЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ ПОРОШКОВЫХ СМЕСЕЙ СИСТЕМЫ Ti-Al-Nb В ПРИСУТСТВИИ СТЕАРИНОВОЙ КИСЛОТЫ И ТОЛУОЛА

Е. А. Кожаметов, Н. М. Мухамедова, А. Ж. Миниязов, А. С. Уркунбай*

Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

*E-mail для контактов: urkunbay@nnc.kz

В настоящей работе изучалось влияние агентов управления технологическим процессом на морфологию и структурно-фазовое состояние порошковых смесей системы Ti-Al-Nb. Для совершенствования методики измельчения порошковых смесей системы Ti-Al-Nb в планетарно-шаровой мельнице были приготовлены два вида порошков с добавлением агентов управления технологическим процессом на основе стеариновой кислоты и жидкого толуола. Процесс измельчения составов с добавлением агентов проводили при 550 об/мин в течение 30, 60, 120, 180 минут.

В ходе исследований было установлено, что эволюция морфологий частиц с применением стеариновой кислоты и жидкого толуола имела схожий характер. Эффект агента как регулятора процесса стеариновой кислоты на эволюцию морфологии порошков был больше, чем у жидкого толуола, поскольку он более эффективнее ингибировал процесс холодной сварки порошков. При высокоэнергетическом измельчении с применением толуола в течении 120 и 180 мин образуются нежелательные карбидные фазы.

Ключевые слова: Высокоэнергетическое измельчение (ВИ), холодная сварка, химические агенты, система Ti-25Al25Nb (ат.%), диффузия.

ВВЕДЕНИЕ

Сплавы на основе алюминидов титана находят все более широкое применение в промышленных и научных областях [1]. Среди всего разнообразия сплавов, Ti₂AlNb представляют повышенный интерес, благодаря комплексу уникальных механических свойств, таких как высокая удельная прочность, модуль упругости, сохраняющиеся до высоких температур, высокая жаропрочность, жаростойкость и сопротивление к ползучести [2]. Ограниченность использования традиционных сплавов на основе фазы Ti₂AlNb, получаемых по технологии плавки/лития, заключается в большом различии между температурами плавления и коэффициентами диффузии Ti, Al, Nb, что усложняет обеспечение однородности микроструктуры. При этом воспроизводимость испытаний является весьма сложной задачей. [3].

Методы порошковой металлургии, в отличие от традиционных, позволяют значительно улучшить сегрегацию компонентов и получать однородную микроструктуру [4–8]. Однако, при проведении спекания, мелкозернистая структура укрупняется из-за длительного времени воздействия на порошки, что ограничивает дальнейшее улучшение комплексных механических свойств подобных сплавов. Для решения данной проблемы необходимо использовать предварительную обработку. Предварительная обработка элементарных порошков методом высокоэнергетического измельчения (ВИ) эффективно сокращает время процесса спекания, в результате чего позволяет получать сплавы системы Ti-25Al25Nb (ат.%) с мелкозернистой структурой [1–5].

ВИ – это процесс, который зависит от высокой энергии, обеспечиваемой системой шаровой мельни-

цы для достижения диффузии атомов твердых порошков. Процесс ВИ не ограничен степенью атомарного твердого раствора и может эффективно избежать нежелательных явлений, вызванных различиями в температуре плавления и коэффициентах диффузии элементов. Основными параметрами, влияющими на процесс высокоэнергетического измельчения, являются: ускорение вращения, длительность процесса, соотношение массы размольных шаров к измельчаемому порошку [9].

ВИ в планетарно-шаровой мельнице является одним из наиболее эффективных способов получения металлических порошков в сильно неравновесном состоянии (метастабильные нанокристаллические или аморфные фазы, пересыщенные твердые растворы и др. [1]). Существенным условием успешного процесса механического легирования является баланс между холодной сваркой и разрушением. Однако этот баланс в большинстве случаев не может быть достигнут самим процессом измельчения, особенно если используются мягкие материалы. Проблема холодной сварки между частицами порошка, а также налипание на мелющие инструменты (чаша и шары), решается использованием агента управления процессом. Агенты интенсифицируют измельчение в случае пластичных систем, так как смачивание поверхности частиц предотвращает типичную для этих систем агломерацию. Количество агента, используемого в процессе измельчения, зависит от свойств частиц порошка и типа агента. Наиболее распространенными агентами для сплавов на основе Ti₂AlNb являются стеариновая кислота и жидкий толуол. Процентное содержание стеариновой кислоты и жидкого толуола, используемых в процессе высокоэнергетического

измельчения, составляет примерно 1–5 мас.% от веса порошка, в зависимости от свойств измельчаемых материалов. В то же время использование агента может привести к загрязнению полученного порошка остаточным углеродом. Реакционноспособный элемент, присутствующий в измельчаемой композиции, может реагировать с такими загрязнениями.

Целью данной работы является решение проблем холодной сварки путем оптимизации процесса ВИ добавлением агента и исследование влияния агента на порошковую смесь системы Ti-25Al25Nb (ат.%).

МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ

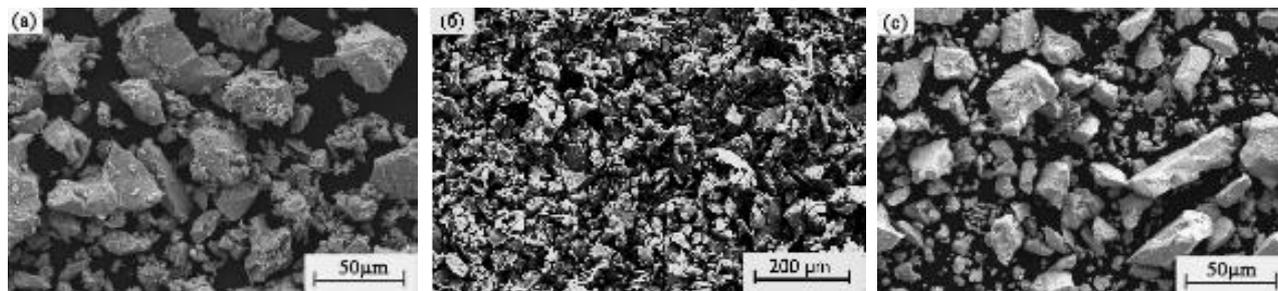
В качестве исходных порошков использовали элементарные порошки Ti (60 мкм, чистота 99,5%), Al (180 мкм, чистота 99,9%) и Nb (60 мкм, чистота 99,9%). В качестве агента управления технологическим процессом были приняты стеариновая кислота (чистота 99,8%) и жидкий толуол (чистота 99,5%). На рисунке 1 представлены электронные микрофотографии частиц порошков Ti, Al, Nb. Порошки Ti, Nb и Al имеют многоугольную форму.

Идентификацию фаз проводили с предварительным энергодисперсионным элементным анализом (EDS) в процессе сканирующей электронной микроскопии (электронная микрофотография), выполненной на приборе JSM 7500FA (JEOL, Япония).

Рентгенофазовый анализ (РФА) проводили на дифрактометре XRD-7000 (Shimadzu, Япония) при Cu-K α излучении в диапазоне углов 2 θ от 15 до 90 градусов с шагом 0,02 градуса.

Работы по количественной и качественной оценке микроструктуры порошковых смесей проводились на оптическом микроскопе (ТМ 5) с применением ПО для анализа микроструктуры объектов AXALIT, предназначенного для измерения линейных размеров объектов на изображениях, полученных с помощью видеокамер микроскопа.

Линейные размеры фракции порошковой смеси определяли с использованием автоматизированных методик ПО AXALIT. Перед началом работ проводилось вычисление значения в международную систему единиц (СИ) каждого пикселя на изображении с помощью объект-микрометра типа ОМ-О (длина основной шкалы 1,0 мм, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений $\pm 0,001$ мм)



а) Ti

б) Al

в) Nb

Рисунок 1. Электронные микрофотографии элементарных металлических порошков

Эксперименты по ВИ выполнялись на планетарной шаровой мельнице P100CM. Для ВИ применялась размольная гарнитура из оксида циркония (мелющие шары и защитное покрытие из оксида циркония на размольном стакане). Объем размольного стакана составляет 100 мл. Параметры ВИ приведены в таблице 1.

Таблица 1. Параметры ВИ

Наименование	Параметры
Скорость, об/мин / время, мин. смешивания	150/30
Скорость ВИ, об/мин	550
Время ВИ, мин	30/60/120/180
Соотношение шариков и порошка, мас.%	10:1
Диаметр шарика, мм	10
Атмосфера ВИ	аргон высокой чистоты

Для оценки влияния агентов, регулирующих процесс (стеариновая кислота и жидкий толуол) на процесс ВИ смешанных порошков Ti, Al и Nb, был проведен ряд экспериментов (4 эксперимента с добавлением стеариновой кислоты, 4 с толуолом и 1 эксперимент без добавления химических агентов). Для удобства эксперименты в зависимости от используемого химического агента были условно разделены на три группы. Материалы и содержание каждого эксперимента перечислены в таблице 2.

Таблица 2. Материалы и содержание экспериментов

Группа	Ti-25Al-25Nb (ат.%) / количество экспериментов	Стеариновая кислота $\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2$, мас. % порошка	Жидкий толуол (C_7H_8) , мас. % порошка
A	15 г / 1	–	–
B	15 г / 4	0,45 г (3%)	–
C	15 г / 4	–	0,75 г (5%)

В настоящей работе номинальный химический состав исследуемой порошковой смеси выбран Ti-25Al-25Nb (ат.%). Выбор данного соотношения обусловлен тем, что с увеличением содержания ниобия в смеси в процессе ВИ увеличивается свободная энергия в системе, которая сопровождается сменой типа решетки.

Массы стеариновой кислоты и жидкого толуола, регулирующие технологический процесс были подобраны по результатам обширного анализа научнотехнической литературы и пробных экспериментальных работ. Соотношение регулирующих химических агентов рассчитывались от общей массой смешанных порошков (Ti, Al, Nb). Объем мелющих шаров и порошковой смеси составил 1/3 объема размольного стакана. В рамках данной работы для упрощения наименований экспериментов использовалась специальная маркировка. Например, «В/3-180» представляет собой эксперимент группы **В** со скоростью вращения 550 об/мин в течение 180 минут с добавлением стеариновой кислоты.

Перед каждым экспериментом порошковая смесь равномерно перемешивалась со скоростью 150 об/мин в течение 30 мин. Предварительное смешивание порошков обеспечивает повышение химической активности и равномерное распределение частиц в смеси [5–6]. Поскольку поверхностные атомы частиц порошка обладают высокой энергией и легко окисляются в процессе МА, порошки вынимали в перчаточном боксе, заполненном высокочистым аргоном.

Для исследования механизмов образования твердых растворов в порошковых смесях (Ti, Al, Nb) группы **В** и **С** во время процесса ВИ были проведены рентгеновские дифракционные исследования (XRD). Порошковые смеси группы **А**, без добавления агентов, после получасовой ВИ практически полностью были подвергнуты холодной сварке и налипанию. На рисунке 2 представлена фотография полученной порошковой смеси и состояния размольной гарнитуры после проведения ВИ в течении 30 минут. Исходя из полученных неудовлетворительных результатов, последующие эксперименты с порошками данной группы не проводились.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Высокоэнергетическое измельчение

Электронные микрофотографии и рентгенограмма порошковой смеси системы Ti-25Al25Nb (ат.%) после

предварительного смешивания при 150 об/мин в течение 30 мин приведены на рисунке 3.

Рентгенограмма (рисунок 3а) показывает, что в фазовом составе порошковой смеси после смешивания изменений не наблюдаются. Порошковая смесь характеризуется четко выраженными линиями элементарных металлических порошков Ti, Al и Nb. Кроме того, как видно на электронных микрофотографиях (рисунок 3б), частицы порошка после смешивания постепенно приобрели многогранную неправильную форму с увеличением размера. Средний размер частиц после предварительного смешивания порошков составлял 222 мкм (рисунок 3в).

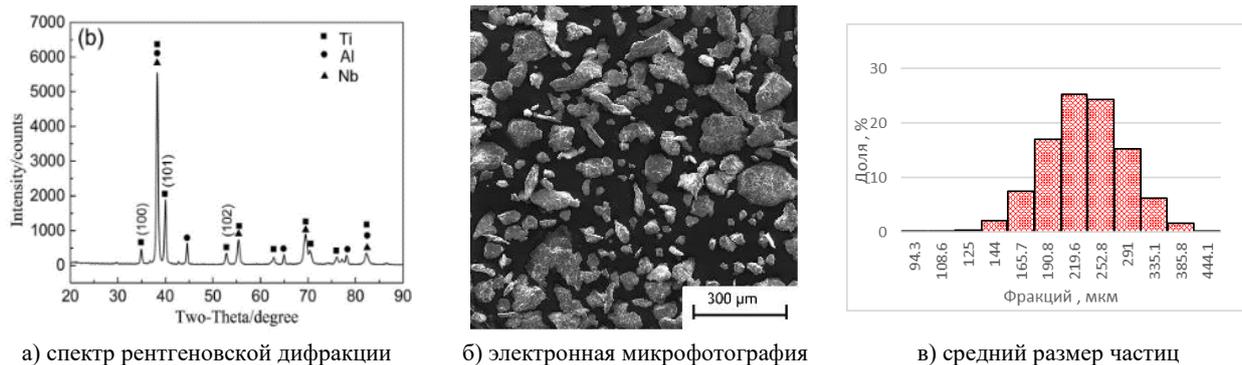
Вероятнее всего из-за постоянно повторяющихся процессов трения, столкновения и пластических деформаций мягкий алюминий налипал на частицы ниобия и титана, тем самым увеличивая средний размер частиц в порошковой смеси.

Контроль потерь после каждого эксперимента по ВИ порошков, осуществлялся с помощью взвешивания массы полученных порошковых смесей. График потери массы порошковых смесей с применением агентов и внешний вид образцов после ВИ в течении 30 мин приведены на рисунке 4. После 30 мин обработки ожидаемо было зафиксировано снижение массы порошковых смесей. Это связано с образованием на поверхности размольного инвентаря слоя состоящего из элементов обрабатываемого материала. Подобный слой выполняет роль защитного покрытия и минимизирует загрязнение порошковой смеси элементами размольной гарнитуры. Заметная потеря массы порошка, наблюдаемая после обработки порошковой смеси в течение 180 мин в стеариновой кислоте, связана с началом процесса налипания частиц порошка на размольную гарнитуру. Увеличение времени обработки порошка привело к увеличению температуры в объеме размольной гарнитуры и испарению части стеариновой кислоты. Соответственно смачивающий эффект стеариновой кислоты с увеличением температуры заметно снизился.



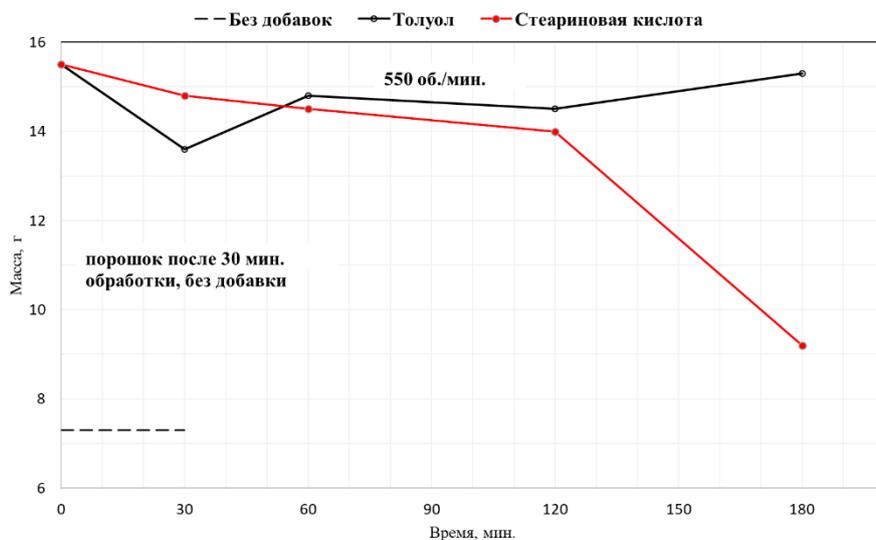
Рисунок 2. Внешний вид порошковой смеси и размольной гарнитуры после ВИ в течение 30 мин

**ОПТИМИЗАЦИЯ МЕТОДИКИ ВЫСОКОЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ ПОРОШКОВЫХ СМЕСЕЙ СИСТЕМЫ Ti-Al-Nb
В ПРИСУТСТВИИ СТЕАРИНОВОЙ КИСЛОТЫ И ТОЛУОЛА**



а) спектр рентгеновской дифракции б) электронная микрофотография в) средний размер частиц

Рисунок 3. Электронные микрофотографии и результаты спектра рентгеновской дифракции порошковой смеси системы Ti-25Al25Nb (ат.%) после смешивания при 150 об/мин в течение 30 минут



а) график потери массы после ВИ



б) А-30

в) В/3-30

г) В/5-30

Рисунок 4. График потери массы после ВИ с применением агентов (а) и внешний вид порошков после ВИ в течение 30 минут (б-г)

В то же время стоит отметить, что в процессе ВИ наблюдалось разрушение размольных шаров из оксида циркония (рисунок 5). Подобный характер разрушения шаров был характерен для порошковых смесей, подвергнутых ВИ в течение 180 мин с применением стеариновой кислоты. Вероятнее всего, это связано с увеличением температуры в объеме размольного стакана, которая приводила к образованию трещин на керамических шарах в результате постоянных ударно-стирающих процессов. С увеличением температуры в объеме размольного стакана, определенное количество частиц порошка в трещинах увеличивается в размерах [19], создавая внутренние напряжения и разрушая размольные шары. Более подробный анализ разрушения керамических шаров в процессе ВИ представлен в работе [20]. Подобный эффект отрицательно влияет на качество проводимых работ и увеличивает вероятность загрязнения порошковых смесей элементами размольной гарнитуры. В то же время, частицы ZrO_2 могут упрочнить матрицу основной композиции за счет упрочнения Орована, механизмы подобных упрочнении систематически анализируются авторами работы [21].

С целью изучения морфологии и распределения частиц по размерам, полученные порошки смеси системы Ti-25Al25Nb (ат.%) заливались в акриловую смолу. Подготовка поверхности образцов проводи-

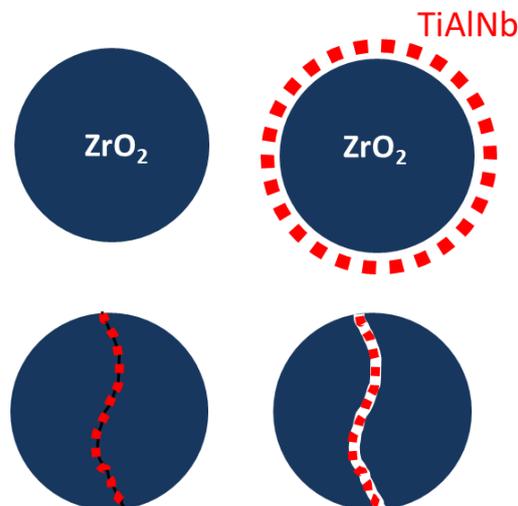
лась на шлифовально-полировальном станке DualPrep-3 с использованием абразивной бумаги зернистостью P600, P800, P1200 и применением водяного охлаждения.

Электронные микрофотографии частиц порошка в группе **B** представлены на рисунке 6, из которого видно, что морфология частиц имела на начальной стадии грубую, многогранную, плоскую форму, а с увеличением времени приобретала более сферическую форму. Эволюция морфологии частиц в группе **C** была примерно такой же, как в группе **B**, где более крупные частицы образовались за счет слияния мелких.

В процессе обработки порошковых смесей характерно образование слоистых структур, состоящих из множества мелких частиц (рисунки 6 и 7 (а, б)). Это в основном связано с добавлением агентов, которые препятствует сварке металлических частиц (Ti, Al и Nb) в порошковой смеси, где пластически деформированные частицы слегка слипаются друг с другом на ранней стадии процесса ВИ, увеличиваясь в размерах. В последующем крупные слабо слипшиеся частицы диспергировались и распадались на мелкие чешуйчатые частицы, которые с увеличением времени склонны приобретать более сферическую форму (рисунки 6 и 7 (в, г)).



а) внешний вид керамических шаров после ВИ



б) механизм разрушения размольных шаров

Рисунок 5. Внешний вид размольных шаров из оксида циркония после ВИ с добавлением стеариновой кислоты в течение 180 минут

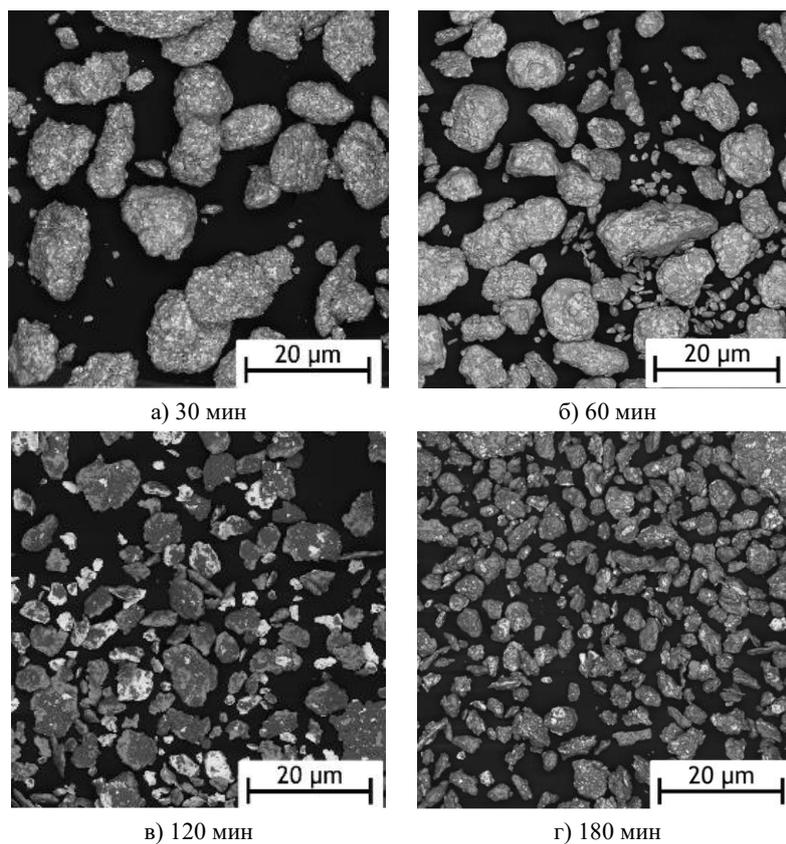


Рисунок 6. Внешний вид порошков после ВИ с добавлением стеариновой кислоты

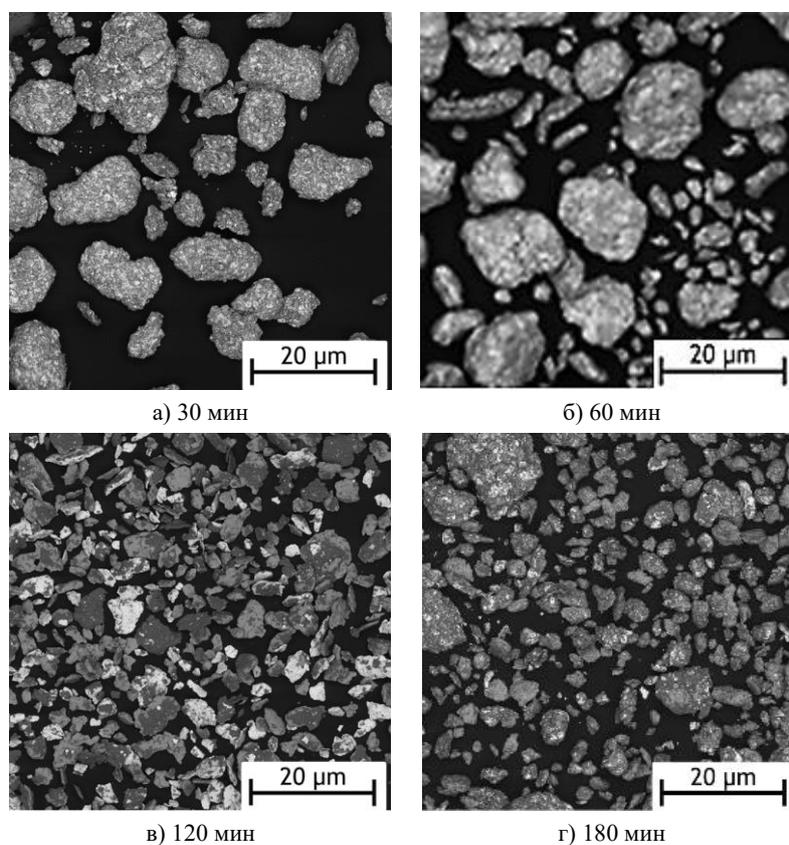


Рисунок 7. Внешний вид порошков после ВИ с добавлением жидкого толуола

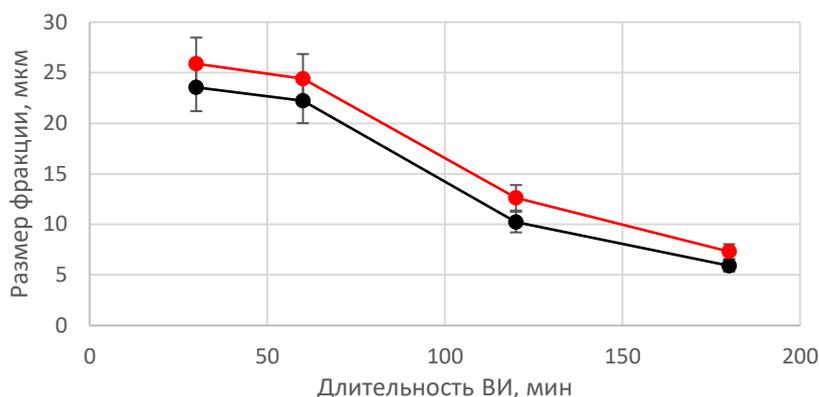


Рисунок 8. Изменение среднего размера частиц в зависимости от времени ВИ

Постепенное уменьшение размеров частиц с добавлением химических агентов в контролируемой среде, также представлено в работах [15–16], где указано, что, как и эффект укрупнения, вызванный сваркой, так и эффект измельчения, вызванный деформационным упрочнением, заставляют средний размер частиц проявлять определенную регулярность. Изменение размера порошка в группах **B** и **C** можно разделить на три стадии, согласно рисункам 6, 7 и 8: этап I – стадия резкого увеличения, этап II – стадия быстрого уменьшения и этап III – стадия медленного уменьшения.

Более мелкие исходные частицы порошка легко спаивались между собой под действием мелющих шаров и становились более крупными, что привело к резкому увеличению среднего размера частиц на этапе I. На этапе II по мере увеличения времени ВИ наблюдалось резкое уменьшение размеров частиц. Это связано с тем, что на этапе II частицы порошка получили больше энергии высвобождения, которая увеличила выравнивание поверхности, которая привела к уменьшению толщины плоских частиц и увеличению среднего размера, вызывая деформационное упрочнение. С увеличением времени измельчения, усилие упрочняющего воздействия на форму отдельных частиц, ускорило возникновение и развитие трещин, что приводило к быстрому уменьшению среднего размера.

Когда средний размер частиц уменьшался до менее 10 мкм, эффекты укрупнения и измельчения постепенно уравновесились. На этапе III скорость измельчения частиц порошка уменьшалась с увеличением времени ВИ до 180 мин. Следовательно, средний размер частиц в группе **B** уменьшился до 5 мкм после МА в течение 180 мин.

Как показано на рисунке 8, средний размер частиц группы **B** был заметно меньше, чем у группы **C**, что связано с добавлением стеариновой кислоты, которая привела к более эффективному измельчению частиц порошка, в сравнении с жидким толуолом, и эффект регулятора процесса стеариновой кислоты на эволюцию морфологии порошков был больше, чем у жидкого толуола, поскольку он более эффективнее инги-

биривал процесс холодной сварки порошков. Кроме того, стеариновая кислота имеет тенденцию разбивать порошки на отдельные частицы на поздних стадиях ВИ, оказывая очищающее действие на частицы.

Структурно-фазовое состояние образцов после ВИ

Рентгенограммы смешанных порошков группы **B** представлены на рисунке 9. После ВИ в течение 30 и 60 мин по-прежнему четко видны дифракционные пики отдельных элементов Ti, Al и Nb. После ВИ в течение 120 и 180 мин дифракционные пики Al на углах $2\theta = 44,7^\circ, 65,1^\circ$ и $78,2^\circ$ практически исчезли. Это связано с тем, что элемент Al первым подвергается диффузии и формирует твердые растворы (Ti,Al) и (Nb,Al) [22–23]. Холодная сварка пластического Al между частицами Ti и Nb может способствовать образованию твердого раствора за счет объединения и налипания.

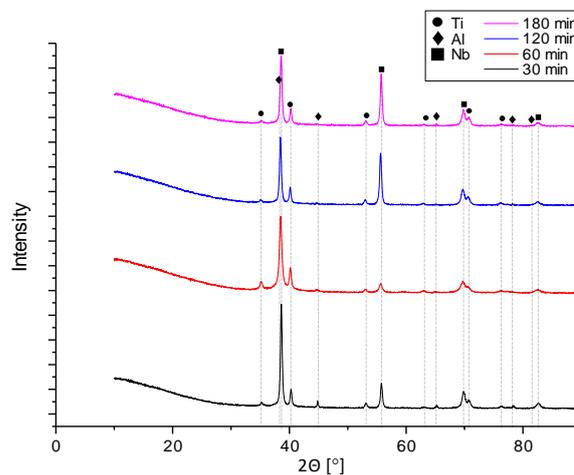


Рисунок 9. Спектры рентгеновской дифракции порошков со стеариновой кислотой

Как видно из рентгенограмм (рисунки 9 и 10) эволюция порошковой смеси группы **C** аналогична группе **B** и имеет схожий характер. После ВИ вне зависимости от времени обработки дифракционные пики Ti и Nb отчетливо сохраняются. Однако по мере увеличения времени ВИ дифракционные пики элементар-

ного Al уменьшаются и расширяются (рисунок 10). Следовательно, жидкий толуол оказывает существенное влияние на степень и скорость ВИ, а также может значительно увеличить время образования твердых растворов, тогда как стеариновая кислота снижает степень легирования. В процессе ВИ добавление стеариновой кислоты образовывало на поверхности порошков пленку, препятствующую сварке между порошками, тем самым препятствуя образованию твердого раствора между металлическими частицами.

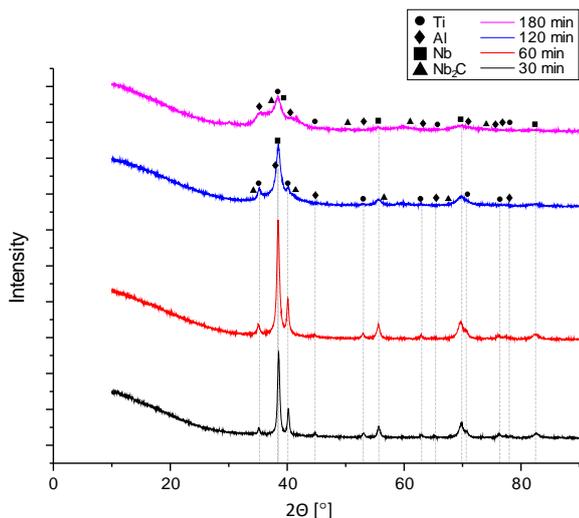


Рисунок 10. Спектры рентгеновской дифракции порошков с толуолом

Добавление химических агентов не оказывает явного влияния на фазовое развитие смешанных порошков при ВИ, как показано на рисунках 9 и 10. В процессе ВИ интенсивность дифракционного пика Ti и Nb постепенно уменьшалась, а значение полной ширины увеличивалось с повышением времени измельчения. Это вызвано измельчением зерна и увеличением микродеформаций атомарного твердого раствора на основе (Ti,Al) и (Nb,Al) [24].

Однако, как можно заметить, при ВИ с применением толуола в порошковых смесях в течении 120 и 180 мин наблюдается образования нежелательных карбидных фаз. Этому способствуют повышение температуры, которая ускоряет не только образования твердых растворов, но и способствует пиролизу углеводородного сырья [25]. Таким образом, повышение температуры в объеме размольного стакана приводит к термическому разложению толуола из-за недостатка воздуха, где в последующем из-за высокой скорости диффузии атомов углерода образуются фазы карбиды ниобия.

В соответствии с полученными результатами и анализу научно-технической литературы [26–27] была создана модель эволюции частиц Ti, Al и Nb в порошковой смеси группы В и С в процессе ВИ, как показано на рисунке 11.

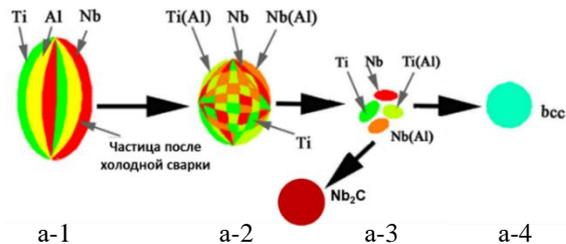


Рисунок 11. Модель эволюции частиц Ti, Al и Nb в порошковой смеси группы В и С в процессе ВИ

Таким образом по мере увеличения времени ВИ элементарные частицы смеси подвергались непрерывным процессам холодной сварки, измельчения (рисунок 11 а-1) и однородно перемешивались, образуя крупные частицы за счет легкого сваривания (рисунок 11 а-2). В это время различные элементарные частицы смеси находилось на близком расстоянии, что способствовало процессу диффузии и образованию твердых растворов (Ti Al) и (Nb Al) при большей энергии. Уменьшение размеров частиц, вследствие разрушения и увеличения расстояния между ними, усложняет и тормозит процесс диффузии и образования твердых растворов между оставшимися частицами. Впоследствии после ВИ наблюдалось образование твердых растворов (Ti Al) и (Nb Al) и элементарных частиц Ti и Nb, как показано на рисунок 11 а-3. В то же время, согласно результатам XRD, в случае ВИ с добавлением жидкого толуола, обработка порошковых смесей в течение 120 мин и 180 мин вместе с образованием твердых растворов и отдельных элементарных частиц, еще и привела к образованию карбидов ниобия. Кроме того, согласно рентгенограмме порошковой смеси после ВИ с добавлением толуола в течении 180 мин при последующем увеличении длительности процессе ВИ близок к образованию твердого раствора с ОЦК- структурой, как показано на рисунке 11 а-4.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Итогом настоящей работы является оптимизация процесса ВИ, с помощью добавления агентов, устраняющих эффект холодной сварки. Также было изучено влияние агентов на порошковую смесь после ВИ и выявлены следующие закономерности:

В ходе экспериментов, было установлено, что влияние стеариновой кислоты на эволюцию морфологии порошков было больше, чем у жидкого толуола. Кроме того, было установлено свойство стеариновой кислоты разбивать порошки на отдельные частицы на более поздних стадиях ВИ, тем самым, оказывая очищающее действие на частицы. Также отмечено, что при проведении ВИ в течение 30 и 60 мин четко видны дифракционные пики отдельных элементов Ti, Al и Nb. Однако, после ВИ в течение 120 и 180 мин., дифракционные пики Al не обнаружены. Это объясняется тем, что Al первым подвергается диффузии и формирует твердые растворы (Ti, Al) и (Nb, Al).

На поздних стадиях ВИ с применением толуола в течение 120 и 180 мин наблюдаются образование нежелательных карбидных фаз. Кроме того, согласно рентгенограмме порошковой смеси, после ВИ с добавлением толуола в течение 180 мин, при последующем увеличении длительности процессе ВИ близок к образованию твердого раствора с ОЦК- структурой.

Таким образом установлено, что оптимальным химическим агентом при ВИ для смеси Ti-25Al25Nb (ат.%) является стеариновая кислота, так как она не только позволяет избежать эффекта «холодной сварки», а также позволяет избежать карбидизации поверхности элементов данной системы.

Данное исследование выполнено при финансовой поддержке Министерства образования и науки РК № BR10965284 «Разработка технологий производства и хранения водорода для развития альтернативной энергетики в Республике Казахстан», а также в рамках стипендий генерального директора РГП НЯЦ РК.

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. K. R. Cardoso, C. A. D. Rodrigues, "Processing of Aluminium Alloys Containing Titanium addition by Mechanical Alloying", *Materials Science and Engineering A*, vol. 375, (2004), 1202–1207.
2. Z. M. Sun, H. Hashimoto, "Fabrication of TiAl alloys by MA-PDS process and mechanical properties", *Intermetallics*, vol. 11, (2003), 826–830.
3. K. Uenishi, T. Marsobara, "Nanostructured Titanium - Aluminides and Their Composites Formed by Combustion Synthesis of Mechanically Alloyed Powders", *Scripta Materialia*, vol. 44, (2001), 2094–2098.
4. S. H. Kim, H. H. Chung, "Effect of B on the Microstructure and Mechanical Properties of Mechanically milled TiAl Alloys", *Metallurgical and Materials Transaction A*, vol. 20, (1998), 2273–2276.
5. E. Szewczak, J. Paszula, A. V. Lenov and H. Matyja, "Explosive Consolidation of Mechanically Alloyed TiAl Alloys", *Materials Science and Engineering A*, vol. 226, (1997), 115–118.
6. S. Dymek, M. Wrobel, "Effect of 5at% Addition of Cr, V and W on Microstructure and Mechanical Properties of γ -TiAl Based Alloys", *Archives of Metallurgy and Materials*, Vol. 5, (2006), 97–101.
7. L. Lu, M. O. Lai and F. H. Froes, "The Mechanical Alloying of Titanium Aluminides", *JOM*, vol. 54, (2002), 62–66.
8. C. Suryanarayana, "Recent Developments in Mechanical Alloying", *Rev. Adv. Mater. Sci.*, vol. 18, (2008), 203–211.
9. E. Paransky, E. Y. Gutmanas, I. Gotman and M. Koczak, "Pressure Assisted Reactive Synthesis Of Titanium Aluminides From Dense 50Al-50Ti Elemental Powder Blends", *Metallurgical and Materials Transaction A*, vol. 27, (1996), 2130–2135.
10. S. C. Tjong and Hayden Chen, "Nanocrystalline Materials and Coatings", *Materials Science and Engineering R*, vol. 45, (2004), 14–36.
11. F. H. Froes, C. Suryanarayana, K. Russel and C. G. Li, "Synthesis of Intermetallics by Mechanical Alloying", *Materials Science and Engineering A*, vol. 192, (1995), 612–623.
12. Y. Mishin, Chr. Herzig, "Diffusion in the Ti-Al system", *Acta Materials*, vol. 48, (2000), 591–562.
13. M. Sherif El-Eskandarany, "Mechanical Alloying for Fabrication of Advanced Engineering Materials", William Andrew Publication, USA, (2001).
14. L. Shaw, M. Zawarach, "Effect of Process-control_agent on Mechanical Alloying of Nanostructured Alluminum Alloys", *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 34, (2003), 159–166.
15. Y. F. Zhang, L. Lu and S. M. Yap, "Prediction of The Amount of PCA for Mechanical Milling", *Materials Processing Technology*, vol. 89-90, (1999), 260–264.
16. S. Kleiner, F. Bertocco, F. A. Khalid and O. Beffort, "Decomposition of Process Control Agent During Mechanical Milling and Its Influence on Displacement Reactions in the Al-TiO₂ System", *Materials Chemistry and Physics*, vol. 89, (2005), 362–366.
17. C. Suryanarayana, "Mechanical Alloying and Milling", *Progress in Materials Science*, vol. 46, (2001), 100–140.
18. L. Lu, M. O. Lai, "Mechanical Alloying", Kluwer Academic Publishers, Boston, (1998).
19. Абдульменова Е. В. Влияние температуры отжига на структуру порошкового никелида титана / Е. В. Абдульменова, О. Ю. Ваулина, С. Н. Кульков // Перспективные материалы конструкционного и медицинского назначения: сборник трудов Международной научно-технической молодежной конференции, г. Томск, 26–30 ноября 2018 г. – Томск : Изд-во ТПУ. – 2018. – С. 333–334. [Abdul'menova E. V. Vliyanie temperature otzhiga na strukturu poroshkovogo nikelida titana / E. V. Abdul'menova, O. Yu. Vaulina, S. N. Kul'kov // Perspektivnye materialy konstruktivnogo i meditsinskogo naznacheniya: sbornik trudov Mezhdunarodnoy nauchno-tekhnicheskoy molodezhnoy konferentsii, g. Tomsk, 26–30 noyabrya 2018 g. – Tomsk : Izd-vo TPU. – 2018. – P. 333–334. (In Russian)]
20. I. Matuła, M. Zubko and G. Dercz "Role of Sn as a Process Control Agent on Mechanical Alloying Behavior of Nanocrystalline Titanium Based Powders" vol. 13, (2020).
21. L. Y. Chen, J. Q. Xu, H. Choi, Processing and properties of magnesium containing a dense uniform dispersion of nanoparticles, *Nature* 528 (2015) 539.
22. M. Bououdina, Z. X. Guo, Characterization of structural stability of (Ti(H₂)+22Al +23Nb) powder mixtures during mechanical alloying, *Mater. Sci. Eng., A* 332 (2002) 210–222.
23. M. Bououdina, Z. Luklinska, Z. X. Guo, Effect of milling conditions on structural evolution and phase stability of [Ti(H₂)+Al+Nb] powder mixtures, *Mater. Sci. Eng., A* 474 (2008) 173–180.
24. T. Ungár, Microstructural parameters from X-ray diffraction peak broadening, *Scr. Mater.* 51 (2004) 777–781.
25. Y. L. Chen, Y. H. Hu, C. A. Hsieh, Competition between elements during mechanical alloying in an octonary multi-principal-element alloy system, *J. Alloys Compd.* 481 (2009) 768–775.
26. N. J. Petch, The cleavage strength of polycrystals, *J. Iron Steel Instit.* 174 (1953) 25–28.
27. Y. Wang, H. Choo, Influence of texture on Hall-Petch relationships in an Mg alloy, *Acta Mater.* 81 (2014) 83–97.

**СТЕАРИН ҚЫШҚЫЛЫ МЕН ТОЛУОЛДЫҢ ҚАТЫСУЫМЕН Ti-Al-Nb ЖҮЙЕСІНІҢ ҰНТАҚ
ҚОСПАЛАРЫН ЖОҒАРЫ ЭНЕРГИЯЛЫ ҰНТАҚТАУ ӘДІСІН ОҢТАЙЛАНДЫРУ**

Е. А. Қожахметов, Н. М. Мухамедова, А. Ж. Миниязов, А. С. Уркунбай*

ҚР ҰЯО РМК «Атом энергиясы институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан

**Байланыс үшін E-mail: urkunbay@nnc.kz*

Бұл жұмыста технологиялық процесті басқару агенттерінің Ti-Al-Nb жүйесінің ұнтақ қоспаларының морфологиясы мен құрылымдық-фазалық күйіне әсері зерттелді. Ti-Al-Nb жүйесінің ұнтақ қоспаларын ұнтақтау әдістемесін жетілдіру үшін планетарлық-шарлы диірменде стеарин қышқылы мен сұйық толуол негізіндегі технологиялық процесті басқару агенттері қосылған ұнтақтардың екі түрі дайындалды. Агенттер қосылған композицияларды ұнтақтау процесі 550 айн/мин температурада 30, 60, 120, 180 минут бойы жүргізілді.

Зерттеу барысында стеарин қышқылы мен сұйық толуолды қолдану арқылы бөлшектер морфологиясының эволюциясы ұқсас сипатта болғандығы анықталды. Агенттің стеарин қышқылы процесінің реттеушісі ретіндегі ұнтақ морфологиясының эволюциясына әсері сұйық толуолға қарағанда көбірек болды, өйткені ол ұнтақтарды суық дәнекерлеу процесін тиімдірек бәсеңдетті. Толуолды қолдана отырып, 120 және 180 минут ішінде жоғары энергиялы ұнтақтау кезінде қажетсіз карбид фазалары пайда болады.

Түйін сөздер: *Жоғары энергетикалық ұнтақтау (ЖҰ), суық дәнекерлеу, химиялық агенттер, Ti-25Al25Nb (ат.%) жүйесі, диффузия.*

OPTIMIZATION OF A METHOD FOR HIGH-ENERGY GRINDING OF POWDER MIXTURES OF THE Ti-Al-Nb SYSTEM IN THE PRESENCE OF STEARIC ACID AND TOLUENE

E. A. Kozhakhmetov, N. M. Mukhamedova, A. Zh. Miniyazov, A. S. Urkunbay*

Branch "Institute of Atomic Energy" RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

**E-mail for contacts: urkunbay@nnc.kz*

In this work, the influence of process control agents on the morphology and structural-phase state of powder mixtures of the Ti-Al-Nb system was studied. To improve the technique for grinding powder mixtures of the Ti-Al-Nb system in a planetary ball mill, two types of powders were prepared with the addition of process control agents based on stearic acid and liquid toluene. The process of grinding the compositions with the addition of agents was carried out at 550 rpm/m for 30, 60, 120, 180 minutes.

During the studies, it was found that the evolution of particle morphologies using stearic acid and liquid toluene was similar. The effect of the agent as a process regulator of stearic acid on the evolution of powder morphology was greater than that of liquid toluene, since it inhibited the cold welding process of powders more effectively. During high-energy grinding using toluene for 120 and 180 minutes, undesirable carbide phases are formed.

Keywords: *High energy grinding (HG), cold welding, chemical agents, system Ti-25Al25Nb (at.%), diffusion.*