Тугоплавкие, керамические и композиционные материалы
Refractory, Ceramic and Composite Materials

УДК 621.762

https://doi.org/10.17073/1997-308X-2023-4-25-33

Научная статья
Research article

Многокритериальная оптимизация механической обработки шихты композиционного материала Pb–C

А. Н. Васильев✉, **С. Н. Сергеенко**

Южно-Российский государственный политехнический университет им. М.И. Платова (НПИ)
Россия, 346428, Ростовская обл., г. Новочеркасск, ул. Просвещения, 132

✉ sasha_vasilev55@mail.ru

Аннотация. Изучена двухэтапная обработка в высокоэнергетической мельнице в воздушной среде шихты композиционного порошкового материала Pb–C на основе порошков свинца (ПС1) и графита (ГИСМ). Установлено влияние содержания графита ($C_г$) и времени механоактивации (τ) на гранулометрический состав шихты. Показано, что распределение частиц по размерам может быть описано уравнением Розина–Раммлера. Выявлена взаимосвязь между значениями параметров этого уравнения и уровнем качества получаемых горячепрессованных материалов, а также величиной показателя, оцениваемого значениями обобщенной функции желательности. Рассмотрен механизм формирования порошковой шихты Pb–C в процессе механоактивации, связанный с образованием малосвязанных агломератов композиционных частиц, легко разрушающихся при ручной обработке шихты в ступке. Установлено, что экстремум функции распределения частиц по размерам смещается в область меньших значений средних размеров композиционных частиц Pb–C, составляющих агломераты. Выявлено, что размер образованных агломератов зависит от содержания графита в шихте и времени механической обработки. На основе многокритериальной оптимизации определены оптимальные значения технологических факторов (τ = 1,8 кс, $C_г$ = 0,15 мас. %) приготовления шихты, полученной в режиме двухэтапной механической обработки, обеспечивающие повышенный комплекс физико-механических свойств (прочность на срез $\sigma_{ср}$ = 6,3 МПа, твердость *HRR* = 109, электропроводность L = 1,812 Ом$^{-1}$) горячепрессованного композиционного материала Pb–C. В результате рентгеноструктурного анализа выявлено формирование оксидов свинца в процессе механоактивации шихты Pb–C, а также увеличение полуширины дифракционного профиля линий (111) и (222) и последующее ее снижение после операции горячего прессования. Получены сравнительные данные применения стружковых отходов на основе свинца и композиционных материалов на основе порошка свинца, свидетельствующие о более низком оптимальном содержании графита в случае использования порошка свинца ПС1 ($C_г$ = 0,15 мас. %), чем стружковых отходов ($C_г$ = 0,5 мас. %).

Ключевые слова: механическая активация, порошок свинца, порошок графита, композиционный материал, сетка электрода, многокритериальная оптимизация, механическая обработка

Благодарности: Исследования проведены в рамках проекта «Разработка технологии получения композиционного порошкового материала Pb–C сетки электрода свинцово-кислотного аккумулятора», реализуемого при поддержке Фонда содействия инновациям.

Для цитирования: Васильев А.Н., Сергеенко С.Н. Многокритериальная оптимизация механической обработки шихты композиционного материала Pb–C. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2023;17(4):25–33. https://doi.org/10.17073/1997-308X-2023-4-25-33

© 2023 г. А. Н. Васильев, С. Н. Сергеенко

Multicriteria optimization of mechanical processing for Pb–C composite charge material

A. N. Vasiliev, **S. N. Sergeenko**

Platov South Russian State Polytechnic University (NPI)
132 Prosveshcheniya Str., Novocherkassk, Rostov Region 346428, Russia

sasha_vasilev55@mail.ru

Abstract. This study investigates a two-stage processing approach for a charge of Pb–C composite powder material composed of lead (PS1) and graphite (GISM) powders in a high-energy mill under ambient air conditions. The study aims to determine the influence of graphite content (C_g) and mechanical activation time (τ) on the particle size distribution of the charge. The results indicate that the particle size distribution can be effectively described using the Rosin–Rammler equation. Furthermore, a correlation between the equation's parameters and the quality of the resulting hot compacted materials, as well as an index derived from the generalized desirability function, has been identified. The study delves into the mechanism behind the formation of the Pb–C powder charge during mechanical activation, which involves the creation of loosely bound agglomerates of composite particles. These agglomerates can be easily disrupted during manual processing of the charge in a mortar. Notably, the research reveals that the extremum of the particle size distribution shifts towards smaller average sizes of the Pb–C composite particles that constitute the agglomerates. The size of these formed agglomerates is shown to depend on both the graphite content in the charge and the duration of mechanical processing. Using multicriteria optimization, the study identifies the optimal values for technological factors (τ = 1.8 ks, C_g = 0.15 wt. %) for charge preparation in the two-stage mechanical processing mode. These optimal values result in an enhanced set of physical and mechanical properties for the Pb–C hot-compacted composite material, including shear strength (σ_{shear} = 6.3 MPa), hardness (*HRR* = 109), and electrical conductivity (L = 1.812 Ω^{-1}) of Pb–C. *X*-ray diffraction analysis conducted during the study reveals the formation of lead oxides during the mechanical activation of the Pb–C charge. Additionally, it indicates an increase in the half-width of the diffraction profile of lines (111) and (222), which subsequently decreases after the hot-compaction process. Comparative data involving the use of lead-based chip waste and lead powder-based composites are also presented in the study. These data suggest that a lower optimum graphite content is required for lead powder PS1 (C_g = 0.15 wt. %) compared to chip waste (C_g = 0.5 wt. %).

Keywords: mechanical activation, lead powder, graphite powder, composite material, electrode mesh, multicriteria optimization, mechanical processing

Acknowledgements: This work received support from the Innovation Promotion Fund under the project titled Development of production technology of Pb–C composite powdered material of electrode mesh of lead acid battery.

For citation: Vasiliev A.N., Sergeenko S.N. Multicriteria optimization of mechanical processing for Pb–C composite charge material. *Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2023;17(4):25–33. https://doi.org/10.17073/1997-308X-2023-4-25-33

Введение

При получении порошковых композиционных материалов (КМ) на основе механоактивированных шихт нашли применение технологии спекания и горячего доуплотнения. Механические свойства порошковых материалов зависят от значений технологических параметров механической активации (МА) [1] шихты в высокоэнергетических мельницах. В результате ранее проведенных исследований установлена взаимосвязь гранулометрического и химического составов шихты со структурой и свойствами порошкового материала, а также результатами процессов холодного (ХП) и горячего (ГП) прессования [2].

В ЮРГПУ (НПИ) проведены исследования механической активации [1–3] различных порошковых смесей в сухих и жидких средах (Fe–Al, Al–Si, Al–C, Fe–Mn, стружки БрАЖ и Д-16, а также стружки Pb с добавлением графита). В процессе МА порошковой шихты наблюдаются многостадийные процессы диспергирования и агломерации, формирования композиционных частиц со структурной наследственностью, влияющей на активацию уплотнения при спекании и горячем доуплотнении заготовок [1–4]. Кинетика диспергирования и агломерации зависит от режимов МА и состава шихты. Применение жидких сред и введение графита препятствуют образованию агломератов за счет формирования межчастичной границы раздела [3–7]. В ходе предварительных исследований [3] было выявлено, что при введении графита в шихту свыше 0,5 мас. % и последующем горячем уплотнении материала возникают трещины в порошковом материале.

Для изготовления электродов свинцово-кислотных аккумуляторов используют КМ на основе свинца с добавлением графита, а также различных углеродсодержащих добавок (углеродные нанотрубки, фуллереновая сажа, графен, активированный уголь и др.) [8–20]. Помимо свинцовых аккумуляторов, композиционный материал Pb–C нашел применение в литий-ионных аккумуляторах [20]. В изученных работах показано, что максимальное количество графита в КМ не должно превышать 1 мас. % при оптимальном содержании от 0,2

до 0,5 мас. % [12; 14; 17; 18]. Доля графита свыше 1 мас. % приводит к ухудшению реологических свойств пасты активного материала. Введение графита повышает электропроводность, механические свойства и химическую эффективность композиционного материала Pb–C. При этом модифицирование состава КМ графитом, в отличие от других компонентов, характеризуется пониженной ценой и повышенной безопасностью [20].

Цель настоящей работы – многокритериальная оптимизация содержания графита в шихте и времени обработки, обеспечивающих повышенный комплекс физико-механических свойств горячепрессованного композиционного материала Pb–C.

Материалы и методы исследования

В качестве исходных материалов использовали порошки свинца (ПС1, ТУ 48-6-123-91) (рис. 1) и графита искусственного специального малозольного (ГИСМ, ГОСТ 18191-78). Двухэтапная технология приготовления шихты [1–4] в шаровой планетарной мельнице САНД-1 (Армения) заключалась в смешивании (τ = 1,2 кс, n = 150 с$^{-1}$) и последующей механоактивации (τ = 0,6÷3,6 кс, n = 290 с$^{-1}$). План проведения эксперимента и его результаты показаны в табл. 1. Технологическая схема получения горячепрессованных образцов включала предварительное холодное прессование (500 МПа) шихты, последующий нагрев в печи (T = 473 К, τ = 0,3 кс) в воздушной атмосфере и динамическое горячее прессование с элементами экструзии (W = 36,6 МДж/м^3) [4].

Фракционный состав активированных шихт (ГОСТ 18318-94) до и после ручной обработки в ступке определяли на ситовом анализаторе модели 029 (ООО «Литмашприбор», г. Усмань). Твердость (*HRR*) (по ГОСТ 24622-91) горячепрессованного композиционного порошкового материала изучали на приборе ТР 2140 (ООО «АСМА-Прибор», г. Светловодск, Украина), а прочность при испытаниях на срез ($\delta_{ср}$) экструдированного элемента ($d_{эз}$ = 3,1 мм) – на универсальной машине УММ-5 (ООО «АСМА-Прибор», г. Светлогорск, Украина). Измерения физико-меха-

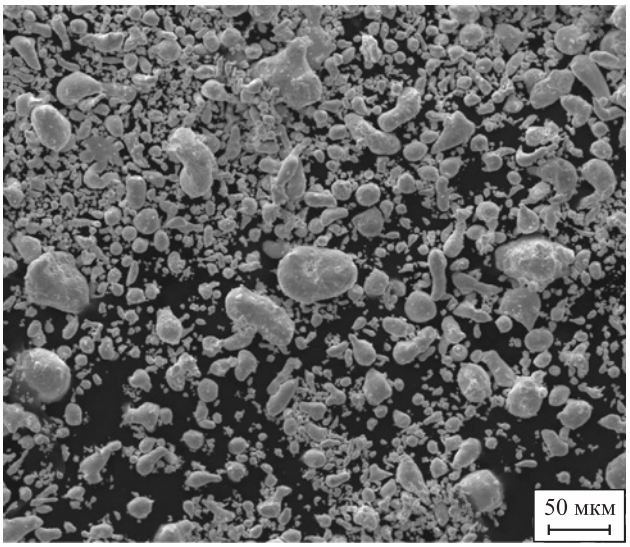

Рис. 1. РЭМ-изображение порошка свинца ПС1 в состоянии поставки

Fig. 1. SEM image of as delivered PS1 lead powder

Таблица 1. **План проведения и результаты эксперимента**

Table 1. **Design of experiments and results**

$C_г$, мас. %	τ, кс	d_0, мкм	d_1, мкм	ПАГ	α_0	β_0	α_1	β_1	r_0^2/r_1^2	Прим.
0,15	0,6	64	41	1,56	0,184	0,54	0,394	0,442	0,826/0,935	*
0,85		88	47	1,87	0,162	0,52	0,194	0,576	0,817/0,877	*
0,15	3,0	127	94	1,35	0,615	0,99	0,013	1,038	0,941/0,939	
0,85		221	141	1,57	0,003	1,11	0,008	1,072	0,847/0,891	*
0	1,8	101	93	1,09	0,015	1,01	0,013	1,069	0,972/0,950	*
1,00		140	54	2,59	0,027	0,81	0,196	0,554	0,891/0,940	*
0,50	0	23	22	1,05	2,467	0,15	0,942	0,413	0,699/0,914	
	3,6	165	134	1,23	0,002	1,34	0,004	1,232	0,943/0,922	
	1,8	107	92	1,16	0,002	1,42	0,027	0,892	0,942/0,939	
0,15	1,8	141	111	1,27	0,001	1,59	0,013	1,002	0,839/0,935	
0,85		148	65	2,28	0,020	0,86	0,149	0,576	0,855/0,918	*
0,50	0,6	114	67	1,70	0,138	0,51	0,173	0,542	0,819/0,899	*
	3,0	122	102	1,20	0,012	1,00	0,010	1,096	0,927/0,924	*
0	0	20	–	–	0,154	0,88	–	–	0,730/–	

* Образование трещин на внешней поверхности образца.

нических и эксплуатационных свойств проводились в сравнении с литым образцом на основе свинца. Твердость литого образца из свинца составила $HRR = 60 \div 70$. Замер электропроводности проводили на основе ГОСТов 24606.3-82 и 4668-75 ($U = 50$ мВ, $I = 10$ мА) на установке, разработанной в ЮРГПУ (НПИ) [21], при нагрузке 30 ± 1 Н.

Для описания распределения частиц шихт по размерам применяли функцию Розина-Раммлера, приведенную к линейной форме [1; 22], позволяющую определить параметры α и β:

$$y = a + bx, \quad (1)$$

где $y = \ln(\ln B^{-1})$; $a = \ln\alpha$; $b = \beta$; $x = \ln X$; B – количество просеянной через сито шихты Pb–C, мас. %; X – размер частиц.

Дополнительную операцию измельчения в ступке проводили для оценки степени агломерации частиц шихты в процессе МА, характеризуемой показателем агломерации (ПАГ) [23], определяемым как отношение средних размеров частиц активированной (d_0) и обработанной в ступке (d_1) шихты:

$$\text{ПАГ} = d_0/d_1. \quad (2)$$

Исследование морфологии и спектральный анализ частиц шихты Pb–C выполняли на сканирующем электронном микроскопе «Quanta 200» (FEI Company, США) в ЦКП «Нанотехнологии» ЮРГПУ (НПИ), а термогравиметрический анализ в гелии – на синхронном термоанализаторе STA 449C (NETZSCH, Германия).

В табл. 1 приведены следующие параметры: $C_г$ – содержание графита в шихте, мас. %; τ – время механоактивации шихты, кс; d_0 – средний размер частиц шихты после механоактивации, мкм; d_1 – средний размер частиц шихты после ручной обработки в ступке, мкм; α_0, β_0 и α_1, β_1 – параметры уравнения Розина–Раммлера для шихты соответственно после механоактивации и ручной обработки в ступке; r_0^2, r_1^2 – коэффициенты детерминации уравнений Розина–Раммлера для шихты после механоактивации и последующей ручной обработки в ступке соответственно.

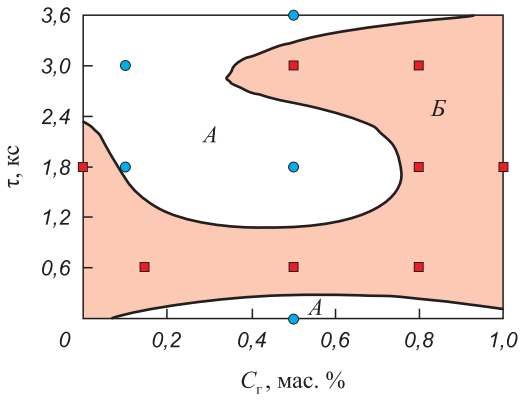

Рис. 2. Области значений технологических параметров, обеспечивающих получение материала Pb–C без трещин (***А***) и с трещинами (***Б***)
● – без трещин, ■ – с трещинами

Fig. 2. Ranges of technological parameters ensuring the production of Pb–C material without cracks (***A***) and with cracks (***Б***)
● – without cracks, ■ – with cracks

На рис. 2 показаны области значений технологических параметров, обеспечивающих получение композиционного порошкового материала Pb–C без трещин и с трещинами на торцевой поверхности образца.

Повышение времени МА шихты более 1,8 кс и содержание графита в шихте менее 0,5 мас. % обеспечивают формирование горячепрессованного материала без видимых трещин на боковой и торцевой поверхностях, так же как и при $C_г = 0{,}5$ мас. % и в отсутствие МА (τ = 0 кс), т.е. при получении шихты смешиванием.

При больших содержаниях графита наблюдается рост неметаллических включений, снижающих пластичность материала. Увеличение продолжительности МА приводит к повышению равномерности распределения графита по всему объему шихты и к отсутствию трещин при деформировании материала.

Анализ полученных результатов и их обсуждение

Анализ влияния содержания графита в шихте и продолжительности механоактивации показал, что при повышении τ увеличивается средний размер частиц активированной шихты (d_0) для всех исследуемых значений $C_г$. При ручной обработке в ступке происходит измельчение агломератов (ПАГ > 1). При этом максимальные значения d_0 после обработки в планетарной мельнице наблюдаются при повышенных значениях $C_г$ и τ. При увеличении содержания графита в шихте до 0,5 мас. % и продолжительности обработки до 1,8 кс отмечается стабилизация размеров d_0 (см. табл. 1). Процесс ручной обработки способствует разрушению агломератов для всего исследованного диапазона $C_г$ и τ. Повышенные значения среднего размера частиц, составляющих агломераты (d_1), наблюдаются при содержании графита в шихте 0,15 мас. %.

Введение в шихту повышенного содержания графита (1 мас. %) приводит к увеличению значений показателя агломерации ПАГ, равного отношению d_0 к d_1 [1; 2]. При содержании графита в шихте 0,5 мас. % и продолжительности МА 1,8 кс формируются трудноразрушимые агломераты ($d_0 \approx d_1$, ПАГ = 1,16).

Таблица 2. **Результаты многокритериальной оптимизации технологических факторов получения композиционного материала Pb–C**

Table 2. **Results of multicriteria optimization of technological factors for producing Pb–C composite material**

$C_г$, мас. %	τ, кс	Средний размер частиц шихты Pb–C, мкм		Физико-механические свойства ГП КМ Pb–C				Функция желательности *D*	Уровень качества
		d_0	d_1	*HRR*	$\sigma_{ср}$, МПа	*П*, %	*L*, Ом$^{-1}$		
0,15	1,8	141,4	111,4	109	6,3	18,9	1,812	0,81	Превосходный
	3,0	126,9	94,3	101	3,8	13,8	0,371	0,67	Допустимый
0,50	1,8	106,8	92,1	87	15,2	24,1	0,142	0,64	Допустимый

Увеличение τ до 1,8 кс обусловливает повышение коэффициента детерминации r_0^2 уравнения Розина–Раммлера, приведенного к линейному виду (1). При этом снижаются расчетные значения параметра α_0. Зависимость $\alpha_0(\tau)$ носит экстремальный характер. После ручной обработки в ступке при увеличении времени МА наблюдается повышение значений β_1.

Многокритериальная оптимизация технологических параметров

С целью многокритериальной оптимизации (МКО) технологических факторов механоактивации ($C_г$, τ), обеспечивающих повышенный комплекс физико-механических свойств (предела прочности на срез $\sigma_{ср}$, твердости *HRR*, электропроводности *L*, пористости *П*) композиционного материала Pb–C, определили обобщенную функцию желательности *D* [3; 24], используя следующую шкалу: *D* = 0,75÷1,0 – превосходный уровень качества; 0,68÷0,74 – высокий; 0,6÷0,67 – допустимый; 0,5÷0,59 – достаточный; менее 0,5 – недопустимый.

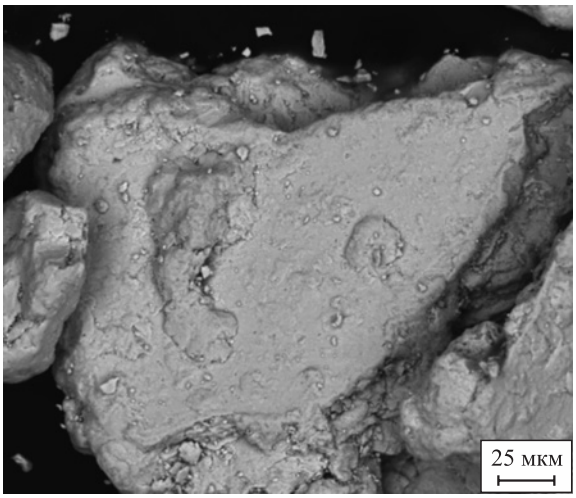

Рис. 3. РЭМ-изображение шихты после процесса механической активации и ручной обработки ($C_г$ = 0,15 мас. %, τ = 1,8 кс)

Fig. 3. SEM image of the charge after mechanical activation and manual processing (C_g = 0.15 wt. %, τ = 1.8 ks)

Результаты МКО значений $C_г$ и τ, обеспечивающих получение композиционного материала Pb–C с высоким уровнем качества, представлены в табл. 2 в порядке убывания значений *D*. Анализ результатов МКО показал, что превосходный уровень качества (*D* = 0,81) обеспечивается при содержании графита в шихте 0,15 мас. % и продолжительности обработки 1,8 кс. Полученные экспериментальные результаты и оптимальные значения параметров МА относятся только к исследуемому диапазону варьирования содержаний графита и времени обработки в шаровой планетарной мельнице САНД-1.

Для оптимального состава композиционного материала (см. табл. 2) был выполнен рентгенофазовый анализ механоактивированной шихты и изучена морфология ее частиц (рис. 3).

Экспериментально установлено, что в процессе МА в высокоэнергетической мельнице образуются агломераты, разрушающиеся при последующем измельчении в ступке (рис. 4). В процессе ручной обработки в ступке экстремум функции распределения частиц по размерам смещается в область меньших значений средних размеров композиционных частиц Pb–C.

Уменьшение времени обработки шихты с 3,0 до 1,8 кс приводит к снижению интенсивности линий PbO за счет меньшей степени окисляемости порошкового материала (рис. 5). Увеличение содержания графита до 0,5 мас. % при небольшом времени обработки (τ = 1,8 кс) позволяет уменьшить окисляемость материала в процессе МА.

Анализ дифрактограммы показал, что частицы механоактивированной шихты Pb–C содержат PbO (рис. 5). Механическая активация порошковой шихты приводит к уширению профиля линий (111) и (222) свинца вследствие повышения микронапряжений и уменьшения размеров блоков мозаики. Последующие операции кратковременного нагрева и ГП обусловливают снижение полуширины дифракционного профиля линий (табл. 3).

При замене свинцовой стружки и графита ГК-3, используемых в работах [3], на порошки свинца ПС-1 и ГИСМ значение оптимального содержания графита

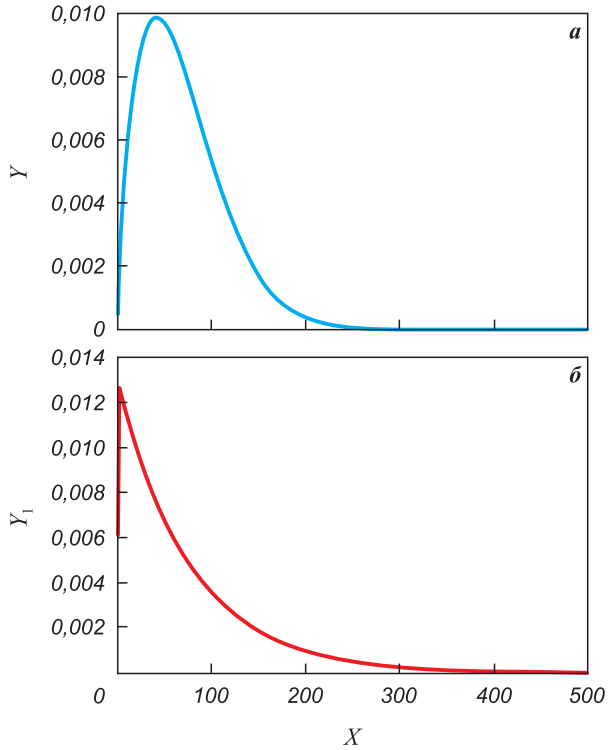

Рис. 4. Распределение частиц по размерам, построенное по уравнению Розина-Раммлера, после МА (***а***) и ручной обработки в ступке (***б***)
$Y(X)$ – дифференциальная функция распределения частиц по размерам (***а***); $Y_1(X)$ – интегральная функция (***б***)

Fig. 4. Particle size distribution, plotted according to the Rosin-Rammler equation, after MA (***a***) and manual processing in a mortar (***б***)
$Y(X)$ – differential particle size distribution function (***a***); $Y_1(X)$ – integral function (***б***)

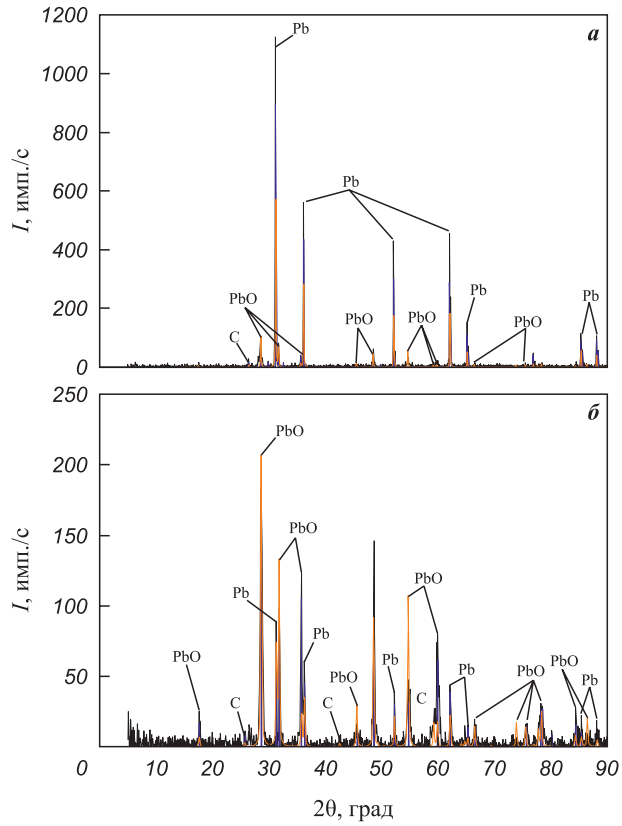

Рис. 5. Дифрактограммы порошка свинца в состоянии поставки (***а***) и шихты после процесса механической активации и ручной обработки (***б***)
($C_г$ = 0,15 мас. %, τ = 1,8 кс)

Fig. 5. Diffraction patterns of lead powder in the as-delivered state (***a***) and the charge after mechanical activation and manual processing (***б***)
(C_g = 0.15 wt. %, τ = 1.8 ks)

снижается от 0,5 до 0,15 мас. % при продолжительности обработки в высокоэнергетической мельнице 1,8 кс.

На рис. 6 показана микроструктура горячепрессованного (T = 473 К, τ = 0,3 кс, среда – воздух, W = 36,6 МДж/м^3) композиционного порошкового материала на основе шихты Pb–C ($C_г$ = 0,15 мас. %), обработанной в высокоэнергетической мельнице (τ = 1,8 кс), с повышенным комплексом физико-механических свойств (твердость, прочность, электропроводность, пористость). Шихта Pb–C (0,15 мас. %), обеспечивающая получение горячепрессованного материала с повышенными значениями твердости и электропроводности, характеризуется экстремальными значениями параметров уравнения Розина–Раммлера ($\alpha_0 = \alpha_{0min}$ = 0,001; $\beta_0 = \beta_{0max}$ = 1,59). При этом показатель агломерации ПАГ = 1,16 свидетельствует о формировании трудноразрушимых агломератов ($d_0 \approx d_1$). В результате термического анализа материала шихты установлено смещение (от 598 до 543 К) пика кривой начала плавления материала

Таблица 3. **Расчетные значения полуширины дифракционного профиля линий Pb при оптимальных значениях $C_г$ и τ**

Table 3. **Calculated half-widths of the diffraction profile of Pb lines at optimal values of C_g and τ**

Индексы *hkl*	2θ, град			Полуширина дифракционного профиля линий, град		
	Порошок в состоянии поставки	После МА	После ГП	Порошок в состоянии поставки	После МА	После ГП
111	31,3048	31,3048	31,3829	0,087	0,142	0,096
222	65,2358	65,2358	65,4920	0,094	0,132	0,093

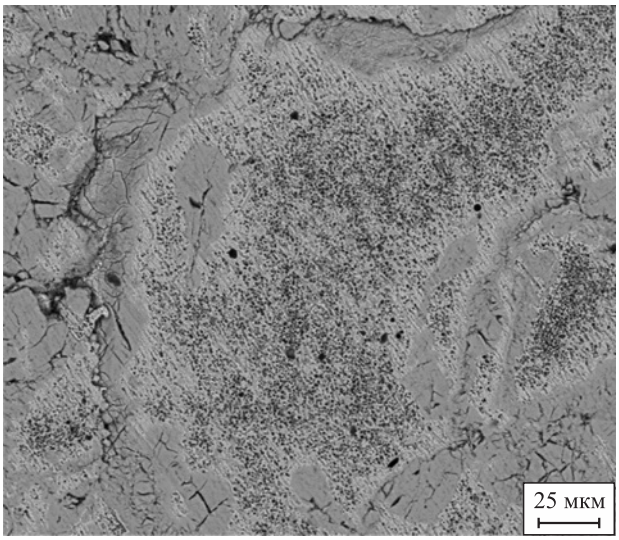

Рис. 6. РЭМ-изображение горячепрессованного композиционного порошкового материала

Fig. 6. SEM image of hot-compacted composite powder material

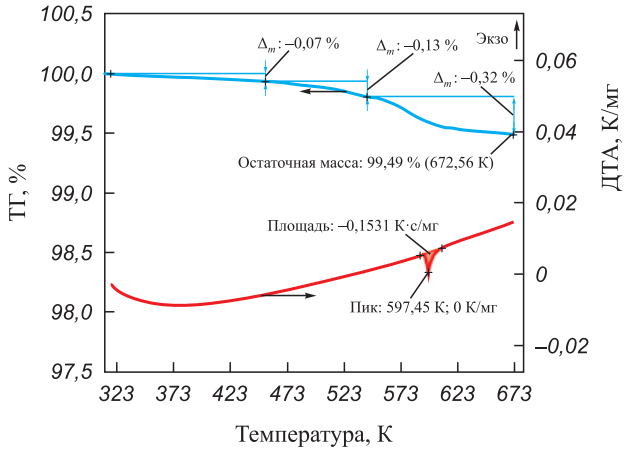

Рис. 7. Термогравиметрический анализ горячепрессованного композиционного порошкового материала Pb–C

Fig. 7. Thermogravimetric analysis of hot-compacted Pb–C composite powder material

по сравнению с порошком ПС1 в исходном состоянии за счет аккумулирования энергии материала в процессе механоактивации (рис. 7).

Заключение

В результате проведенных исследований установлено, что при увеличении продолжительности механоактивации до оптимальных значений ($\tau = 1{,}8$ кс) наблюдается повышение степени соответствия распределения частиц шихты по размерам уравнению Розина–Раммлера. Оптимальные показатели механоактивации шихты ($\tau \sim 1{,}8$ кс, $C_г = 0{,}15$ мас. %), соответствующие экстремальным значениям параметров уравнения Розина–Раммлера ($\alpha_0 = \alpha_{0min} = 0{,}001$; $\beta_0 = \beta_{0max} = 1{,}59$), обеспечивают повышенные значения обобщенной функции желательности для горячепрессованного композиционного порошкового материала (КПМ).

Экспериментально показано, что в процессе механической обработки в высокоэнергетической мельнице образуются агломераты, разрушающиеся в процессе ручной обработки в ступке. При этом экстремум функции распределения частиц по размерам смещается в область меньших значений средних размеров композиционных частиц Pb–C, составляющих агломераты.

При использовании оптимальных значений технологических факторов ($\tau = 1{,}8$ кс, $C_г = 0{,}15$ мас. %) формируется структура горячепрессованных КПМ Pb–C, обеспечивающая повышенное качество консолидации композиционного материала, характеризующееся отсутствием выявленных границ раздела на межчастичных поверхностях сращивания и повышенными значениями механических свойств ($HRR = 109$, $\sigma_{ср} = 6{,}3$ МПа) и электропроводности ($L = 1{,}812$ Ом$^{-1}$).

Список литературы / References

1. Слабкий Д.В., Сергеенко С.Н., Попов Ю.В., Салиев А.Н. Рентгеноструктурный анализ порошковых материалов на основе механохимически активированной стружки Д-16 с добавлением порошка никеля. *Технологии обработки материалов*. 2021;19(3):61–67. https://doi.org/10.18503/1995-2732-2021-19-3-61-67

   Slabkii D.V., Sergeenko S.N., Popov Yu.V., Saliev A.N. X-ray diffraction analysis of powder materials based on mechanochemically activated D-16 chips with the addition of nickel powder. *Tekhnologii obrabotki materialov*. 2021;19(3):61–67. (In Russ.). https://doi.org/10.18503/1995-2732-2021-19-3-61-67

2. Сергеенко С.Н. Кинетика дисперсионно-агломерационных процессов при механоактивации шихты порошковой стали 110Г13. *Черные металлы*. 2019;(7):47–52.

   Sergeenko S.N. Kinetics of dispersion-agglomeration processes during mechanical activation of the charge of 110G13 powder steel. *Chernye Metally*. 2019;(7):47–52. (In Russ.).

3. Сергеенко С.Н., Васильев А.Н., Яценко А.Н., Мараховский М.А. Многокритериальная оптимизация получения горячекомпактированных композиционных материалов Pb–C на основе стружки утилизированных электродов аккумуляторных батарей. *Цветные металлы*. 2020;(11):63–69. https://doi.org/10.17580/tsm.2020.11.09

   Sergeenko S.N., Vasiliev A.N., Yatsenko A.N., Marakhovskii M.A. Multicriteria optimization of obtaining hot-compacted Pb–C composite materials based on shavings from recycled battery electrodes. *Tsvetnye Metally*. 2020;(11):63–69. (In Russ.). https://doi.org/10.17580/tsm.2020.11.09

4. Streletskii A.N., Kolbanev I.V., Borunova A.B., Leonov A.V., Nishchak O.Yu., Permenov D.G., Ivanova O.P. Mechanochemical preparation of highly dispersed MeO/C composites as materials for supercapacitors and ion batteries. *Colloid Journal*. 2021;(83):763–773. https://doi.org/10.1134/S1061933X21060132
5. Костиков В.И., Дорофеев Ю.Г., Еремеева Ж.В., Жердицкая Н.Н., Ульяновский А.П., Шарипзянова Г.Х. Особенности применения нетрадиционных углеродсодержащих компонентов в технологии порошковых сталей. Сообщение 2. Влияние нетрадиционных углеродсодержащих компонентов на процессы спекания в технологии порошковой стали. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2008;(4):5–8.

   Kostikov V.I., Dorofeev Yu.G., Eremeeva Zh.V., Zherditskaya N.N., Ulyanovskii A.P., Sharipzyanova G.Kh. Features of the use of non-traditional carbon-containing components in the technology of powder steels. Message 2. Influence of non-traditional carbon-containing components on sintering processes in powder steel technology. *Izvestiya Vuzov. Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2008;(4):5–8. (In Russ.).
6. Shial S.R., Masanta M., Chairab D. Recycling of waste Ti machining chips by planetary milling: Generation of Ti powder and development of in situ TiC reinforced Ti–TiC composite powder mixture. *Powder Technology*. 2018;(15):232–240. https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.01.080
7. Xiaopeng H., Ying H., Suhua Z., Xu S., Xuanyi P., Xuefang C. Effects of graphene content on thermal and mechanical properties of chromium-coated graphite flakes/Si/Al composites. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*. 2018;(29):4179–4189. https://doi.org/10.1007/s10854-017-8363-7
8. Jian Gu, Jing Zhong, Kai-da Zhu, Xin-ru Wang, Sen-lin Wang. In-situ synthesis of novel nanostructured Pb–C composites for improving the performance of lead-acid batteries under high-rate partial-state-of-charge operation. *Journal of Energy Storage*. 2021;(33):102082. https://doi.org/10.1016/j.est.2020.102082
9. Zhang W., Lin H., Lu H., Liu D., Yin J., Lin Z. On the electrochemical origin of the enhanced charge acceptance of the lead-carbon electrode. *Journal of Materials Chemistry A*. 2015;(3):4399–4404. https://doi.org/10.1039/C4TA05891G
10. Cheng F., Liang J., Tao Z., Chen J. Functional materials for rechargeable batteries. *Advanced Materials*. 2011;(23):1695–1715. https://doi.org/10.1002/adma.201003587
11. Marom R., Ziv B., Anerjee A., Cahana B., Luski S., Aurbach D. Enhanced performance of starter lighting ignition type lead-acid batteries with carbon nanotubes as an additive to the active mass. *Journal of Power Sources*. 2015;(296):78–85. https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2015.07.007
12. Pavlov D., Nikolov P., Rogachev T. Influence of carbons on the structure of the negative active material of lead-acid batteries and on battery performance. *Journal of Power Sources*. 2011;(196):5155–5167. https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2011.02.014
13. Fernández M., Valenciano J., Trinidad F., Muñoz N. The use of activated carbon and graphite for the development of lead-acid batteries for hybrid vehicle applications. *Journal of Power Sources*. 2010;(195):4458–4469. https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2009.12.131
14. Zou X., Kang Z., Shu D., Liao Y., Gong Y., He C., Hao J., Zhong Y. Effects of carbon additives on the performance of negative electrode of lead-carbon battery. *Electrochimica Acta*. 2014;(151):89–98. https://doi.org/10.1016/j.electacta.2014.11.027
15. Kumar S.M., Ambalavanan S., Mayavan S. Effect of graphene and carbon nanotubes on the negative active materials of lead acid batteries operating under high-rate partial-state-of-charge operation. *RSC Advances*. 2014;(4):36517. https://doi.org/10.1039/C4RA06920J
16. Zhao L., Zhou W., Shao Y., Wang D. Hydrogen evolution behavior of electrochemically active carbon modified with indium and its effects on the cycle performance of valve-regulated lead-acid batteries. *RSC Advances*. 2014;(4):44152–44157. https://doi.org/10.1039/C4RA04670F
17. Long Q., Ma G., Xu Q., Ma C., Nan J., Li A., Chen H. Improving the cycle life of lead-acid batteries using three-dimensional reduced graphene oxide under the high-rate partial-state-of-charge condition. *Journal of Power Sources*. 2017;(343):188–196. https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2017.01.056
18. Swogger S.W., Everill P., Dubey D.P., Sugumaran N. Discrete carbon nanotubes increase lead acid battery charge acceptance and performance. *Journal of Power Sources*. 2014;(261):55–63. https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2014.03.049
19. Sugumaran N., Everill P., Swogger S.W., Dubey D.P. Lead acid battery performance and cycle life increased through addition of discrete carbon nanotubes to both electrodes. *Journal of Power Sources*. 2015;(279):281–293. https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2014.12.117
20. Li Q., Xu C., Yang L., Pei K., Zhao Y., Liu X., Che R. Pb/C Composite with spherical Pb nanoparticles encapsulated in carbon microspheres as a high-performance anode for lithium-ion batteries. *ACS Applied Energy Materials*. 2020;(3):7416–7426. https://doi.org/10.1021/acsaem.0c00812
21. Дорофеев Ю.Г., Науменко А.А., Радикайнен Л.М., Гриценко С.И., Сергеенко С.Н. Измерение удельного электрического сопротивления спеченных изделий. *Заводская лаборатория (диагностика материалов)*. 1995;(8):41–43.

   Dorofeev Yu.G., Naumenko A.A., Radikainen L.M., Gritsenko S.I., Sergeenko S.N. Measurement of electrical resistivity of sintered products. *Zavodskaya Laboratoriya (Diagnostika Materialov)*. 1995;(8):41–43. (In Russ.).
22. Ходаков Г.С. Физика измельчения. М.: Наука, 1972. 307 с.
23. Дюжечкин М.К., Сергеенко С.Н., Попов Ю.В. Особенности формирования структуры и свойств горячедеформированных материалов систем Al–Si и Al–Si–C на основе механохимически активированных шихт. *Металлург*. 2015;(9):86–91.

   Dyuzhechkin M.K., Sergeenko S.N., Popov Y.V. Features of structure and property formation for hot-de-

formed materials of the Al–Si and Al–Si–C systems based on mechanochemically activated charges. *Metallurg*. 2015;(9):86–91. (In Russ.).

24. Новик Ф.С. Оптимизация процессов технологии металлов методами планирования экспериментов. М.: Машиностроение, 1980. 304 с.

Сведения об авторах

Александр Николаевич Васильев – аспирант кафедры технологии машиностроения, технологических машин и оборудования Южно-Российского государственного политехнического университета им. М.И. Платова (ЮРГПУ (НПИ))
ORCID: 0000-0002-7172-6090
E-mail: sasha_vasilev55@mail.ru

Сергей Николаевич Сергеенко – к.т.н., доцент кафедры технологии машиностроения, технологических машин и оборудования ЮРГПУ (НПИ)
ORCID: 0000-0002-6718-4591
E-mail: sergeenko@gmail.com

Information about the Authors

Aleksandr N. Vasiliev – Postgraduate Student of the Department of Engineering Technology, Technological Machines and Equipment, Platov South Russian State Polytechnical University (NPI)
ORCID: 0000-0002-7172-6090
E-mail: sasha_vasilev55@mail.ru

Sergey N. Sergeenko – Cand. Sci. (Eng.), Associate Prof. of the Department of Engineering Technology, Technological Machines and Equipment, NPI
ORCID: 0000-0002-6718-4591
E-mail: sergeenko@gmail.com

Вклад авторов

А. Н. Васильев – определение цели работы, проведение экспериментов, описание закономерностей, написание статьи.
С. Н. Сергеенко – научный руководитель, описание значений полуширины дифракционного профиля линий Pb.

Contribution of the Authors

A. N. Vasiliev – formulated the research objectives, conducted experiments, described patterns, authored the manuscript.
S. N. Sergeenko – supervision, described the values of the half-width of the diffraction profile of Pb lines.

Статья поступила 16.10.2022 г.
Доработана 13.05.2023 г.
Принята к публикации 17.05.2023 г.

Received 16.10.2022
Revised 13.05.2023
Accepted 17.05.2023