

**СТРУКТУРА ФУЛЛЕРИТА В МЕХАНОКОМПОЗИТАХ ЖЕЛЕЗО-ФУЛЛЕРИТ****Н.С. Ларионова, Р.М. Никонова, В.И. Ладьянов**

Настасья Сергеевна Ларионова\*, Роза Музафаровна Никонова, Владимир Иванович Ладьянов  
Удмуртский федеральный исследовательский центр УрО РАН, ул. Т. Барамзиной, 34, Ижевск, Российская Федерация, 426067  
E-mail: larionova\_n@udman.ru \*, rozamuz@yandex.ru, las@ftiudm.ru

*Представлены исследования структуры фуллерита  $C_{60/70}$  в составе композитов на основе железа. Образцы  $Fe-C_{60/70}$  с содержанием углерода 25 и 75 ат. % получены методом механохимического синтеза в шаровой планетарной мельнице в инертной среде. Сравнительные исследования структурно-фазового состава механокомпозитов выполнены методами рентгеновской дифракции и Рамановской спектроскопии. Показано, что структурные изменения  $C_{60/70}$  в условиях механосинтеза порошков железо-фуллерит определяются длительностью размола и энергонапряженностью процесса. При малых временах механообработки наблюдается разупорядочение кристаллической структуры фуллерита  $C_{60/70}$ . При увеличении продолжительности синтеза происходит полная деструкция фуллеренов, в результате которой образуется аморфная фаза. Проведен анализ деформационной стабильности фуллеренов в зависимости от используемых параметров механического сплавления: соотношения шаров к порошку и частоты вращения валика мельницы. Сравнение данных с результатами, полученными ранее для исходного  $C_{60/70}$  после механоактивации, позволило заключить, что механизм деструкции  $C_{60/70}$  в составе механокомпозитов  $Fe-C_{60/70}$  носит деформационно-индуцированный характер, при этом железо является катализатором процесса. В результате разупорядочения кристаллической структуры фуллерита и деструкции фуллеренов при механическом сплавлении порошков железо-фуллерит зафиксировано формирование карбидов. Установлено, что фазовый состав механокомпозитов определяется исходным содержанием фуллерита  $C_{60/70}$ . При содержании 25 ат. %  $C_{60/70}$  конечными продуктами твердофазных реакций являются  $Fe_3C$  и аморфная фаза на основе железа. Несвязанный углерод в образце отсутствует. При 75 ат. %  $C_{60/70}$  композит состоит из карбидов  $Fe_3C$  и  $Fe_7C_3$  и аморфного углерода.*

**Ключевые слова:** фуллерит, железо, деформационная стабильность, деструкция, механосинтез, металломатричные композиты

## STRUCTURE OF FULLERITE IN MECHANOCOMPOSITES OF IRON-FULLERITE

N.S. Larionova, R.M. Nikonova, V.I. Ladyanov

Nastasya S. Larionova \*, Rosa M. Nikonova, Vladimir I. Ladyanov

Udmurt Federal Research Center of UB of RAS, T. Baramzina st., 34, Izhevsk, 426067, Russia

E-mail: larionova\_n@udman.ru \*, rozamuz@yandex.ru, las@ftiudm.ru

*Studies of the  $C_{60/70}$  fullerites structure in the composition of iron-based composites are presented. Samples Fe- $C_{60/70}$  with a carbon content of 25 and 75 at. % were obtained by the mechanochemical synthesis in a planetary ball mill in an inert medium. Comparative studies of the structural-phase composition of mechanocomposites were performed by X-ray diffraction and Raman spectroscopy. It is shown that the structural changes of  $C_{60/70}$  in the conditions of mechanosynthesis of iron-fullerite powders are determined by the duration of grinding and the intensity of the process. At initials milling times, the crystal structure of fullerite  $C_{60/70}$  is disordered. With an increase in the synthesis times, complete destruction of fullerenes takes place, as a result of which an amorphous phase is formed. The deformation stability of fullerenes is analyzed as a function of the mechanical alloying parameters used: the balls to powder weight ratio and the rotational speed of the mill drive. Comparison of the earlier obtained data with those for the initial  $C_{60/70}$  after mechanoactivation made it possible to conclude that the mechanism of  $C_{60/70}$  destruction in the composition of Fe- $C_{60/70}$  mechanocomposites is deformation-induced, while iron is the catalyst of the process. As a result of the disordering of the crystal structure of fullerite and the destruction of fullerenes, mechanosynthesis of iron-fullerite powders resulted in the formation of carbides. It is established that the phase composition of mechanocomposites is determined by the initial content of fullerite  $C_{60/70}$ . With a content of 25 at. %  $C_{60/70}$ , the final products of solid-phase reactions are  $Fe_3C$  and an amorphous phase based on iron. Unbound carbon in the sample is absent. At 75 at. % of  $C_{60/70}$  the composite consists of carbides  $Fe_3C$  and  $Fe_7C_3$  and amorphous carbon.*

**Key words:** fullerite, iron, deformation stability, destruction, mechanosynthesis, metal matrix composites

### Для цитирования:

Ларионова Н.С., Никонова Р.М., Ладьянов В.И. Структура фуллерита в механокомпозитах железо-фуллерит. *Изв. вузов. Химия и хим. технология*. 2018. Т. 61. Вып. 11. С. 19–24

### For citation:

Larionova N.S., Nikonova R.M., Ladyanov V.I. Structure of fullerite in mechanocomposites of iron-fullerite. *Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.* 2018. V. 61. N 11. P. 19–24

### ВВЕДЕНИЕ

Механосинтез (МС) системы железо-углерод является предметом достаточно большого внимания со стороны многих исследовательских групп. Анализируется влияние концентрации углерода на структуру и магнитные свойства получаемых композитов [1-3]. Изучается их термическая стабильность [2, 4-5]. Исследовано влияние износа измельчающих тел [6], а также примесей кислорода и азота на результаты МС [7]. Предлагаются механизмы твердофазных реакций [1, 8]. В качестве источника углерода в работах используется графит [1-3, 6-7, 9], жидкие углеводороды [4-5, 8, 10] и нанотрубки [11]. При решении зада-

чи синтеза композиционных материалов, состоящих из нанокристаллической матрицы с распределенными в ней наноразмерными частицами, перспективным представляется использование фуллеритов.

Уникальные свойства молекул фуллеренов, являющихся структурной единицей кристалла фуллерита [12], позволяют их использовать в качестве дисперсно-упрочняющей фазы [13-18], а также компонента, препятствующего рекристаллизации нанофрагментированных материалов [19]. Свойства получаемых механокомпозитов определяются структурным состоянием их составляющих. Следовательно, при механосинтезе композитов на основе железа принципиально

важным вопросом является деформационная стабильность как кристаллической структуры фуллеритов, так и молекул фуллеренов в составе образца.

Существующие на сегодняшний день работы по МС композитов железо-фуллерит ограничены составом с содержанием углерода, не превышающим ~ 15 ат. % С. В большинстве работ используется низкоэнергетический способ получения. С одной стороны, сообщается о деструкции молекул фуллеренов, с другой стороны – о возможности получения композита Fe-C<sub>fullerene</sub> без формирования карбидов. Целью настоящей работы было исследование структурных изменений фуллерита в составе композитов на основе железа, полученных методом механосинтеза в высокоэнергетической шаровой планетарной мельнице.

#### МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В работе композиты железо-фуллерит с содержанием углерода 25 и 75 ат.% (далее Fe-25C<sub>60/70</sub> и Fe-75C<sub>60/70</sub>, соответственно) были получены методом механохимического синтеза в шаровой планетарной мельнице АГО-2С (материал барабанов и шаров – сталь 40Х13 и ШХ15 соответственно,  $P_{Ar} = 0,1$  МПа,  $t_{МС} = 0,25-8$  ч). В качестве исходных материалов использовались порошки железа (99,7%) и фуллерита C<sub>60/70</sub> (C<sub>60</sub> – 82,2 wt%, C<sub>70</sub> – 14,1 wt%). Смесь C<sub>60/70</sub> получена в ФТИ УрО РАН методом электродугового испарения графитовых стержней с последующей экстракцией фуллеренов из фуллереносодержащей сажи кипящим толуолом в приборе Сокслет и дальнейшей кристаллизацией фуллерита из раствора в ротационном испарителе.

Исследования структурно-фазового состава порошков выполнены методом рентгеновской дифракции с помощью дифрактометра Bruker D8 Advance (CuK $\alpha$ -излучение). Структурные изменения фуллерита C<sub>60/70</sub> в составе механокомпозитов изучены методом Рамановской спектроскопии на спектрометре Labram HR800 (фирмы HORIBA), длина волны возбуждающего лазера  $\lambda = 632,81$  нм.

#### РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1-2 представлены рентгеновские дифрактограммы порошков Fe-25C<sub>60/70</sub> и Fe-75C<sub>60/70</sub> после различных времен механосинтеза. МС смесей был выполнен при частоте вращения платформы мельницы 890 и 1090 об./мин соответственно. Из рисунков видно, что МС систем в обоих случаях приводит к карбидообразованию. Согласно рентгенофазовому анализу, в композите Fe-25C<sub>60/70</sub> формируется Fe<sub>3</sub>C и аморфная фаза на основе железа.

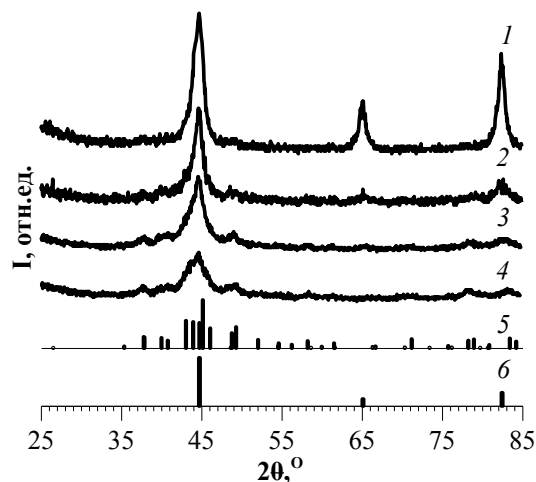


Рис. 1. Рентгеновские дифрактограммы композита Fe-25C<sub>60/70</sub> после 1 – 0,5, 2 – 1, 3 – 2, 4 – 4 ч МС; 5 – Fe<sub>3</sub>C, 6 – α-Fe  
Fig. 1. X-ray diffraction patterns of composite Fe-25C<sub>60/70</sub> after 1 – 0.5, 2 – 1, 3 – 2, 4 – 4 h of MS; 5 – Fe<sub>3</sub>C, 6 – α-Fe

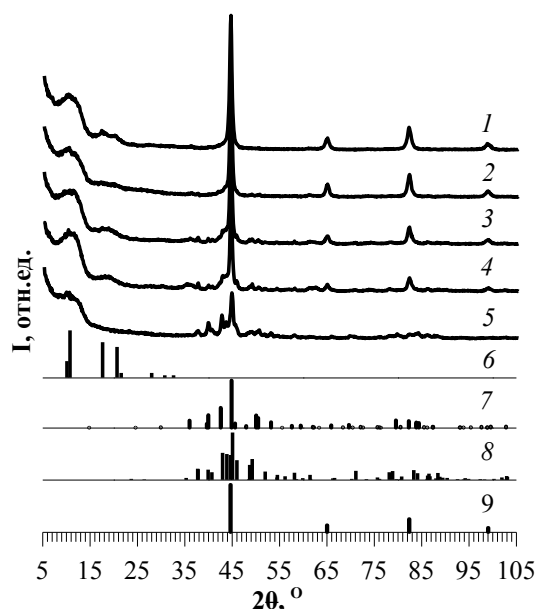


Рис. 2. Рентгеновские дифрактограммы композита Fe-75C<sub>60/70</sub> после 1 – 0,25, 2 – 1, 3 – 3, 4 – 4, 5 – 8 ч МС; 6 – C<sub>60</sub>, 7 – Fe<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, 8 – Fe<sub>3</sub>C, 9 – α-Fe  
Fig. 2. X-ray diffraction patterns of composite Fe-75C<sub>60/70</sub> after 1 – 0.25, 2 – 1, 3 – 3, 4 – 4, 5 – 8 h of MS; 6 – C<sub>60</sub>, 7 – Fe<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, 8 – Fe<sub>3</sub>C, 9 – α-Fe

Присутствие последней в образце установлено на основании увеличения интенсивности у основания рефлекса (110),  $2\theta \sim 44,7^\circ$  (рис. 1, 2). Остаточное количество углерода не выявляется из-за его низкой рассеивающей способности и относительно малым исходным содержанием. В смеси Fe-75C<sub>60/70</sub> обнаружено образование Fe<sub>3</sub>C и Fe<sub>7</sub>C<sub>3</sub> (рис. 2, 2-5). Значительное снижение интенсивности и уширению линий фуллерита свидетельствует о разупорядочении его кристаллической структуры.

Чувствительным методом к изменениям пространственной ориентации углерод-углеродных связей в структуре материала в результате высокоэнергетической деформации является КР-спектроскопия. Каждой из аллотропных модификаций углерода соответствует свой характеристический Рамановский спектр, по положению, полуширине и интенсивности спектральных линий можно судить о совершенстве их строения. На рис. 3-4 представлены спектры композитов Fe-25C<sub>60/70</sub> и Fe-75C<sub>60/70</sub> после различных времен МС.

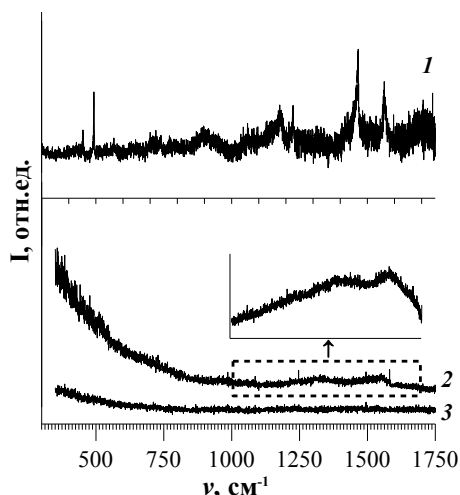


Рис. 3. Рамановские спектры композита Fe-25C<sub>60/70</sub> после 1 – 0, 2 – 0,5 и 3 – 2 ч МС

Fig. 3. Raman spectra of Fe-25C<sub>60/70</sub> composite after 1 – 0, 2 – 0.5 and 3 – 2 h of MS

Спектр исходного фуллерита C<sub>60/70</sub> представляет собой набор полос, соответствующих колебаниям молекул фуллеренов C<sub>60</sub> и C<sub>70</sub> (рис. 3, 1). При МС с железом происходит разупорядочение фуллерита C<sub>60/70</sub> и деструкция фуллеренов. На спектрах образцов Fe-25C<sub>60/70</sub> после 0,5 ч обнаружены две широкие полосы значительно меньшей интенсивности. Можно предположить, что они являются суперпозицией взаимно перекрывающихся линий аморфного углерода (1340 и 1590 см<sup>-1</sup>) и частично сохраняющихся молекул фуллеренов (для C<sub>60</sub> ~1460-1470 и 1560 см<sup>-1</sup>). На КР-спектре после 2 ч МС какие-либо полосы колебаний не обнаружены (рис. 3, 3), следовательно, углерод в свободном состоянии в образце отсутствует.

Иные результаты получены при МС порошков Fe-75C<sub>60/70</sub> (рис. 4). На КР-спектре после 0,25 ч МС (рис. 4, 1) полосы фуллеренов сохраняются, при этом появляются плечи в области характеристических мод колебаний аморфного углерода (1340 и 1590 см<sup>-1</sup>). После 3 ч МС их интенсивность увеличивается (спектр 2), полосы фуллеренов практически неразделимы. После 8 ч МС несвязанный углерод в образце находится в аморфном состоянии (спектр 3).

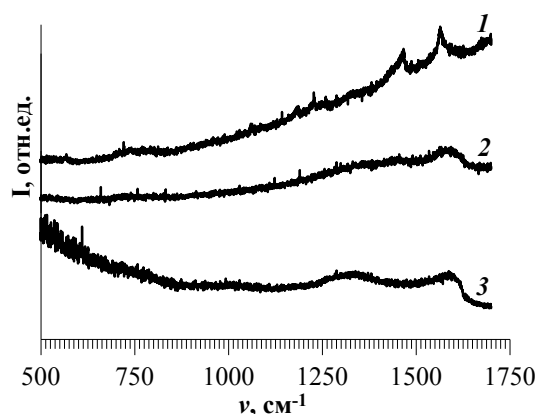


Рис.4. Рамановские спектры композита Fe-75C<sub>60/70</sub> после 1 – 0,25, 2 – 3 и 3 – 8 ч МС

Fig. 4. Raman spectra of Fe-75C<sub>60/70</sub> composite after 1 – 0.25, 2 – 3 and 3 – 8 h of MS

Таким образом, при МС порошков Fe-C<sub>60/70</sub> происходит частичное или полное разупорядочение кристаллической структуры фуллерита C<sub>60/70</sub> и деструкция молекул фуллеренов. Деформационная стабильность фуллерит/фуллеренов в составе получаемых механокомпозитов зависит от их исходного количественного содержания (25 и 75%) в порошках, длительности МС и энергонапряженности процесса.

Ранее в работах [20-21] было показано, что при механоактивации фуллерита C<sub>60/70</sub> в инертной среде без металлов происходит деформационно-индуцированное разупорядочение его кристаллической структуры с образованием аморфной фуллеритоподобной фазы на начальном этапе и аморфной графитоподобной фазы при длительных временах МА, значения которых зависят от энергонапряженности процесса. Установлено, что разрушение кристаллической структуры фуллерита сопровождается деформационно-индуцированной деструкцией молекул фуллеренов. Так же, как для композитов с железом, механический размол был осуществлен при частотах вращения платформы мельницы 890 и 1090 об./мин. В таблице представлены для сравнения времена размолы, при которых наблюдается полная деструкция C<sub>60/70</sub>, в зависимости от используемых параметров механоактивации исходного фуллерита и механического сплавления систем Fe-25C<sub>60/70</sub> и Fe-75C<sub>60/70</sub>. В связи с тем, что исследования методом Рамановской спектроскопии выполнены не для всех образцов, для композитов металл-фуллерит в таблице указаны интервалы времен. Несмотря на использование меньшего соотношения массы шаров к порошку, что уменьшает значение энергонапряженности процесса, разрушение фуллерит/фул-

леренов в составе механокомпозигов на основе железа происходит значительно быстрее. Следовательно, можно утверждать, что железо выступает в роли катализатора деструкции  $C_{60/70}$ . Последнее также подтверждается результатами исследований работы [22], где было показано, что деструкция  $C_{60/70}$  при МС с инактивной по отношению к углероду медью происходит в промежутке 2-8 ч (таблица). Для смеси Fe-25 $C_{60/70}$  этот интервал соответствует 0,5-2 ч.

Таблица

**Влияние условий механообработки на деформационную стабильность фуллерита  $C_{60/70}$**   
**Table. Effect of milling conditions on the deformation stability of fullerite  $C_{60/70}$**

Частота вращения водила, об/мин	Образец	Соотношение масс шаров и порошка	Время полной деструкции $C_{60/70}$ , ч
890	$C_{60/70}$ [20-21]	15:1	28
	Fe-25 $C_{60/70}$	5:1	0,5-2
	Cu-25 $C_{60/70}$ [22]	5:1	2-8
1090	$C_{60/70}$ [20-21]	15:1	3,5
	Fe-75 $C_{60/70}$	6:1	3-8

## ЛИТЕРАТУРА

1. **Yelsukov E.P., Dorofeev G.A.** Mechanical alloying in binary Fe-M (M = C, B, Al, Si, Ge, Sn) systems. *J. Mater. Sci.* 2004. V. 39. P. 5071–5079.
2. **Yelsukov E.P., Dorofeev G.A., Fomin V.M.** Phase composition and structure of the  $Fe_{(100-x)}C_x$ ; x=5-25 at.% powders after mechanical alloying and annealing. *J. Metastab. Nanocrystal. Mater.* 2003. V. 15. P. 445–450. DOI: 10.4028/www.scientific.net/JMN.15-16.445.
3. **Ульянов А.И., Елсуков Е.П., Загайнов А.В.** Магнитные свойства механически сплавленных и отожженных порошков  $Fe_{(100-x)}C_x$  (x = 5; 15 ат. %). *Дефектоскопия*. 2003. № 9. С. 44–59.
4. **Ломаева С.Ф., Иванов Н.В., Елсуков Е.П., Гильмутдинов Ф.З.** Температурная стабильность  $Fe_3C$  в системах, полученных механоактивацией железа в жидких органических средах. *Журн. структур. химии*. 2004. Т. 45. С. 163-171.
5. **Баринов В.А., Казанцев В.А., Суриков В.Т.** Температурные исследования механосинтезированного цемента. *Физика металлов и металловедение*. 2014. Т. 115. № 6. С. 614–623. DOI: 10.7868/S0015323014060023.
6. **Коньгин Г.Н., Stevulova N., Dorofeev G.A., Elyukov E.P.** Влияние износа измельчающих тел на результаты механического сплавления смесей порошков Fe и Si(C). *Химия в интересах устойчивого развития*. 2002. Т. 10. С. 119–126.
7. **Волков В.А., Елькин И.А., Загайнов А.В.** Динамические равновесия фаз в процессах механосинтеза сплава состава  $Fe_{72.6}C_{24.5}O_{1.1}N_{1.8}$ . *Физика металлов и металловедение*. 2014. Т. 115. № 6. С. 593–601.
8. **Баринов В.А., Цурин В.А., Казанцев В.А., Суриков В.Т.** Карбонизация  $\alpha$ -Fe при механосинтезе. *Физика металлов и металловедение*. 2014. Т. 115. № 1. С. 57–73.

## ВЫВОДЫ

В условиях высокоэнергетического МС порошков Fe- $C_{60/70}$  в зависимости от длительности размолта и энергонапряженности процесса происходит разупорядочение кристаллической структуры фуллерита  $C_{60/70}$  (при малых временах МС) с последующей (при увеличении продолжительности МС) полной деструкцией фуллеренов, в результате которой образуется аморфная фаза.

Механизм деструкции  $C_{60/70}$  в составе механокомпозигов Fe- $C_{60/70}$  носит деформационно-индуцированный характер, при этом железо является катализатором процесса.

Вследствие деструкции фуллеритов МС композигов Fe- $C_{60/70}$  приводит к карбидообразованию. При 25 ат. %  $C_{60/70}$  формируется  $Fe_3C$  и аморфная фаза на основе железа; при 75 ат. %  $C_{60/70}$  – карбиды  $Fe_3C$  и  $Fe_7C_3$  и аморфный углерод.

Авторы выражают благодарность за получение данных КР-спектроскопии К.Г. Михееву, за съемки рентгеновских дифрактограмм М.И. Мокрушиной и В.В. Мухгалину.

Работа выполнена в рамках НИР № АААА–А16–116021010084-2.

Статья издана при финансовой поддержке РФФИ, проект № 18-03-20012.

## REFERENCES

1. **Yelsukov E.P., Dorofeev G.A.** Mechanical alloying in binary Fe-M (M = C, B, Al, Si, Ge, Sn) systems. *J. Mater. Sci.* 2004. V. 39. P. 5071–5079.
2. **Yelsukov E.P., Dorofeev G.A., Fomin V.M.** Phase composition and structure of the  $Fe_{(100-x)}C_x$ ; x=5-25 at.% powders after mechanical alloying and annealing. *J. Metastab. Nanocrystal. Mater.* 2003. V. 15. P. 445–450. DOI: 10.4028/www.scientific.net/JMN.15-16.445.
3. **Ul'yanov A.I., Elyukov E.P., Zagaynov A.V.** Magnetic properties of mechanically alloyed and annealed powders  $Fe_{(100-x)}C_x$  (x = 5; 15 at. %). *Defektoskopiya*. 2003. N 9. P. 44–59 (in Russian).
4. **Lomaeva S.F., Ivanov N.V., Elyukov E.P., Gilmutdinov F.Z.** Temperature stability of  $Fe_3C$  in systems obtained by mechanoactivation of iron in liquid organic media. *Zhurn. Strukt. Khim.* 2004. V. 45. P. 163-171 (in Russian).
5. **Barinov V.A., Kazantsev V.A., Surikov V.T.** Temperature investigations of mechanosynthesized cementite. *Fizika Metal. Metallovedenie*. 2014. V. 115. N 6. P. 614–623 (in Russian). DOI: 10.7868/S0015323014060023.
6. **Konygin G.N., Stevulova N., Dorofeev G.A., Yelsukov E.P.** Influence of wear of grinding bodies on the results of mechanical alloying of mixtures of Fe and Si(C) powders. *Khim. v Interesakh Ust. Razv.* 2002. V. 10. P. 119–126 (in Russian).
7. **Volkov V.A., Elkin I.A., Zagaynov A.V.** Dynamic equilibria of phases in the processes of mechanosynthesis of an alloy  $Fe_{72.6}C_{24.5}O_{1.1}N_{1.8}$ . *Fizika Metal. Metallovedenie*. 2014. V. 115. N 6. P. 593–601 (in Russian).
8. **Barinov V.A., Tsurin V.A., Kazantsev V.A., Surikov V.T.** Carbonization of  $\alpha$ -Fe in mechanosynthesis. *Fizika Metal. Metallovedenie*. 2014. V. 115. N 1. P. 57–73 (in Russian).

9. **Boshko O., Nakonechna O., Belyavina N., Dashevskiy M., Revo S.** Nanocrystalline Fe–C composites obtained by mechanical alloying of iron and carbon nanotubes. *Advan. Pow. Technol.* 2017. V. 28. P. 964–972. DOI: 10.1016/j.appt.2016.12.026.
10. **Barinov V.A., Tsurin V.A., Surikov V.T.** Study of mechanically synthesized carbide Fe<sub>7</sub>C<sub>3</sub>. *Phys. Metal. Metallograph.* 2010. V. 110. N 5. P. 474–484. DOI: 10.1134/S0031918X10110074.
11. **Motozuka S., Tagaya M., Hayashi K., Morinaga M.** Texture formation in iron particles using mechanical milling with graphite as a milling aid. *AIP ADVANCES.* 2015. V. 5. P. 097127. DOI: 10.1063/1.4930915.
12. **Сидоров Л.Н., Юровская М.А.** Фуллерены. М.: Изд-во «Экзамен». 2005. 688 с.
13. **Robles-Hernández F.C., Calderon H. A.** Nanostructured metal composites reinforced with fullerenes. *JOM: J. Mineral., Metal. Mater. Soc.* 2010. V. 62. N 2. P. 63–68. DOI: 10.1007/s11837-010-0034-6.
14. **Shin J., Yoon S., Choi H., Shin S., Bae D.** Formation of an Interstitially Alloyed Phase in Mg/C<sub>60</sub> Composite. *Met. Mater. Int.* 2013. V. 19. N. 4. P. 851–854. DOI: 10.1007/s12540-013-4028-0.
15. **Borisova P.A., Blanter M.S., Brazhkin V.V., Somenkov V.A., Filonenko V.P., Shuklinov A.V., Vasukov V.M.** Interaction of amorphous fullerene C<sub>60</sub> with austenite Fe–Ni alloy at high temperatures and pressures. *J. Alloy. Comp.* 2016. V. 65. P. 383–388. DOI: 10.1016/j.jallcom.2015.09.260.
16. **Борисова П.А., Блантер М.С., Соменков В.А.** Нейтронографическое исследование взаимодействия аморфного и кристаллического фуллерена C<sub>60</sub> с алюминием. *Изв. РАН. Сер. физич.* 2014. Т. 78. № 11. С. 1478–1481. DOI: 10.7868/S0367676514110064.
17. **Robles Hernandez F.C.** Production and characterization of Fe–Cgraphite and Fe–Cfullerene composites produced by different mechanical alloying techniques. *J. Metallurgy.* 2004. V. 10. N 2. P. 107–118.
18. **Popov M., Medvedev V., Blank V., Denisov V., Kirichenko A., Tat'yanin E., Aksenonkov V., Perfilov S., Lomakin R., D'yakov E., Zaitsev V.** Fulleride of aluminum nanoclusters. *J. Appl. Phys.* 2010. V. 108. P. 094317. DOI: 10.1063/1.3505757.
19. **Medvedev V.V., Popov M.Y., Mavrin B.N., Denisov V.N., Kirichenko A., Tat'yanin E.V., Ivanov L.A., Aksenonkov V.V., Perfilov S.A., Lomakin R., Blank V.D.** Cu–C<sub>60</sub> nanocomposite with suppressed recrystallization. *Appl. Phys. A.* 2011. V. 105. P. 45–48. DOI: 10.1007/s00339-011-6544-4.
20. **Lad'yanov V.I., Nikonova R.M., Larionova N.S., Aksenova V.V., Mukhgalin V.V., Rud' A.D.** Deformation-induced changes in the structure of fullerites C<sub>60/70</sub> during their mechanical activation. *Physics of the Solid State.* 2013. V. 55. N 6. P. 1319–1324. DOI: 10.1134/S1063783413060206.
21. **Nikonova R.M., Larionova N.S., Ladyanov V.I., Aksenova V.V., Rud A.D., Kirian I.M.** Changes of the structure of fullerite and graphite during their mechanical activation. *J. Alloy. Comp.* 2016. V. 682. P. 61–69. DOI: 10.1016/j.jallcom.2016.04.283.
22. **Nikonova R.M., Larionova N.S., Ladyanov V.I., Mukhgalin V.V.** Influence of structural state of carbon on formation of mechanocomposites Cu–C. *J. Alloy. Comp.* 2016. V. 679. P. 125–132. DOI: 10.1016/j.jallcom.2016.03.280.
9. **Boshko O., Nakonechna O., Belyavina N., Dashevskiy M., Revo S.** Nanocrystalline Fe–C composites obtained by mechanical alloying of iron and carbon nanotubes. *Advan. Pow. Technol.* 2017. V. 28. P. 964–972. DOI: 10.1016/j.appt.2016.12.026.
10. **Barinov V.A., Tsurin V.A., Surikov V.T.** Study of mechanically synthesized carbide Fe<sub>7</sub>C<sub>3</sub>. *Phys. Metal. Metallograph.* 2010. V. 110. N 5. P. 474–484. DOI: 10.1134/S0031918X10110074.
11. **Motozuka S., Tagaya M., Hayashi K., Morinaga M.** Texture formation in iron particles using mechanical milling with graphite as a milling aid. *AIP ADVANCES.* 2015. V. 5. P. 097127. DOI: 10.1063/1.4930915.
12. **Sidorov L.N., Yurovskaya M.A.** Fullerenes. М.: Izd-vo “Ekzamen”. 2005. 688 p. (in Russian).
13. **Robles-Hernández F.C., Calderon H. A.** Nanostructured metal composites reinforced with fullerenes. *JOM: J. Mineral., Metal. Mater. Soc.* 2010. V. 62. N 2. P. 63–68. DOI: 10.1007/s11837-010-0034-6.
14. **Shin J., Yoon S., Choi H., Shin S., Bae D.** Formation of an Interstitially Alloyed Phase in Mg/C<sub>60</sub> Composite. *Met. Mater. Int.* 2013. V. 19. N. 4. P. 851–854. DOI: 10.1007/s12540-013-4028-0.
15. **Borisova P.A., Blanter M.S., Brazhkin V.V., Somenkov V.A., Filonenko V.P., Shuklinov A.V., Vasukov V.M.** Interaction of amorphous fullerene C<sub>60</sub> with austenite Fe–Ni alloy at high temperatures and pressures. *J. Alloy. Comp.* 2016. V. 65. P. 383–388. DOI: 10.1016/j.jallcom.2015.09.260.
16. **Borisova P.A., Blanter M.S., Somenkov V.A.** Neutron diffraction study of interaction between amorphous and crystalline C<sub>60</sub> fullerenes and aluminum. *Izv. RAN: Ser. Fizika.* 2014. V. 78. N 11. P. 1478–1481 (in Russian) DOI: 10.7868/S0367676514110064.
17. **Robles Hernandez F.C.** Production and characterization of Fe–Cgraphite and Fe–Cfullerene composites produced by different mechanical alloying techniques. *J. Metallurgy.* 2004. V. 10. N 2. P. 107–118.
18. **Popov M., Medvedev V., Blank V., Denisov V., Kirichenko A., Tat'yanin E., Aksenonkov V., Perfilov S., Lomakin R., D'yakov E., Zaitsev V.** Fulleride of aluminum nanoclusters. *J. Appl. Phys.* 2010. V. 108. P. 094317. DOI: 10.1063/1.3505757.
19. **Medvedev V.V., Popov M.Y., Mavrin B.N., Denisov V.N., Kirichenko A., Tat'yanin E.V., Ivanov L.A., Aksenonkov V.V., Perfilov S.A., Lomakin R., Blank V.D.** Cu–C<sub>60</sub> nanocomposite with suppressed recrystallization. *Appl. Phys. A.* 2011. V. 105. P. 45–48. DOI: 10.1007/s00339-011-6544-4.
20. **Lad'yanov V.I., Nikonova R.M., Larionova N.S., Aksenova V.V., Mukhgalin V.V., Rud' A.D.** Deformation-induced changes in the structure of fullerites C<sub>60/70</sub> during their mechanical activation. *Physics of the Solid State.* 2013. V. 55. N 6. P. 1319–1324. DOI: 10.1134/S1063783413060206.
21. **Nikonova R.M., Larionova N.S., Ladyanov V.I., Aksenova V.V., Rud A.D., Kirian I.M.** Changes of the structure of fullerite and graphite during their mechanical activation. *J. Alloy. Comp.* 2016. V. 682. P. 61–69. DOI: 10.1016/j.jallcom.2016.04.283.
22. **Nikonova R.M., Larionova N.S., Ladyanov V.I., Mukhgalin V.V.** Influence of structural state of carbon on formation of mechanocomposites Cu–C. *J. Alloy. Comp.* 2016. V. 679. P. 125–132. DOI: 10.1016/j.jallcom.2016.03.280.

Поступила в редакцию 15.06.2018  
Принята к опубликованию 16.10.2018

Received 15.06.2018  
Accepted 16.10.2018