

DOI: <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2024-90-6-51-58>

## РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПОРОШКОВЫХ КОМПОЗИЦИЙ W + (Ni, Fe, Co)

© Наталья Викторовна Малехонова, Ксения Евгеньевна Сметанина\*, Максим Алексеевич Комков, Евгений Андреевич Ланцев, Артем Александрович Мурашов

Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет имени Н. И. Лобачевского, Россия, 603022, г. Нижний Новгород, просп. Гагарина, д. 23; \*e-mail: smetanina@nifti.unn.ru

*Статья поступила 15 мая 2023 г. Поступила после доработки 6 февраля 2024 г.  
Принята к публикации 19 марта 2024 г.*

При получении новых высокопрочных нано- и мелкозернистых тяжелых вольфрамовых сплавов используют метод спекания нанопорошков вольфрама, в которые добавляются или осаждаются отдельные компоненты, например, Ni, Fe, Co. Наличие таких компонентов обеспечивает условия для традиционного жидкофазного спекания порошков на основе вольфрама или твердофазного спекания с помощью технологии электроимпульсного плазменного спекания. В работе представлены результаты рентгенодифракционного исследования бинарных систем порошков W + (Ni, Fe, Co), содержащих 95 – 99,5 % масс. вольфрама. Оценка воспроизводимости результатов показала, что величина интенсивности рентгеновских дифракционных максимумов исследуемых фаз воспроизводится с точностью не хуже 3 (для основной фазы — вольфрама) и 6 % (для добавки, в частности, никеля). При анализе порошков методом рентгеновской дифракции чувствительность к Ni составила 0,5, Fe — 1, Co — 3 % масс. Сравнение полученных оценок с величиной, рассчитанной на основе структурно-кристаллографических данных фаз, показало нецелесообразность применения структурных теоретических соотношений для количественного фазового анализа систем W – Fe, W – Co вследствие высокого поглощения применяемого  $\text{CuK}\alpha$ -излучения железом и кобальтом. Полученные результаты могут быть использованы для совершенствования методики рентгенодифракционного контроля фазового состава высокопрочных нано- и мелкозернистых тяжелых вольфрамовых сплавов.

**Ключевые слова:** тяжелые сплавы; вольфрам; рентгенодифракционный анализ; фазовый анализ; градуировочный график.

## X-RAY DIFFRACTION STUDY OF W + (Ni, Fe, Co) POWDER COMPOSITIONS

© Nataliya V. Malekhonova, Ksenia E. Smetanina\*, Maksim A. Komkov, Evgeny A. Lantsev, Artem A. Murashov

Lobachevsky Nizhny Novgorod State University, 23, prosp. Gagarina, Nizhny Novgorod, 603022, Russia; \*e-mail: smetanina@nifti.unn.ru

*Received May 15, 2023. Revised February 6, 2024. Accepted March 19, 2024.*

A method of sintering tungsten nanopowders with individual components (added or deposited), e.g., Ni, Fe, Co, is used in the production of new high-strength nano- and fine-grained heavy tungsten alloys. The presence of such components facilitates conditions for traditional liquid-phase sintering of tungsten-based powders or for solid-phase sintering using spark plasma sintering technology. We present the results of an X-ray diffraction study of binary systems of W + (Ni, Fe, Co) powders containing 95 – 99.5 wt.% of tungsten. The evaluation of the reproducibility of the results demonstrated that the intensity of the X-ray diffraction maxima of the studied phases is replicated with an accuracy of at least 3% for the main phase (tungsten) and at least 6% for the additive (specifically, nickel). It has been demonstrated that in analysis of powders using X-ray diffraction the sensitivity to nickel, iron and cobalt is 0.5, 1, and 3 wt.%, respectively. The obtained estimates are compared with the value calculated proceeding from structural and crystallographic phase data. The impracticality of using structural theoretical relations for quantitative phase analysis of W – Fe and W – Co systems is demonstrated due to the significant absorption of  $\text{CuK}\alpha$  radiation by iron and cobalt. The results obtained can be used to improve the technique of X-ray diffraction control of the phase composition of high-strength nano- and fine-grained heavy tungsten alloys.

**Keywords:** heavy alloys; tungsten; X-ray diffraction analysis; phase analysis; calibration plot.

## Введение

Тяжелые вольфрамовые сплавы (ТВС) широко применяют в машиностроении и ядерной энергетике. Из вольфрамовых сплавов изготавливают противовесы для авиационной промышленности, электрические контакты, электроды для точечной сварки и др. [1]. Высокая плотность и радиационная стойкость сплавов позволяют использовать их при производстве контейнеров для радиоактивных изотопов и узлов ядерных реакторов [2, 3].

Содержание вольфрама в промышленных ТВС составляет 80 – 98 % масс. Для облегчения жидкофазного спекания (в том числе за счет снижения температуры спекания) к порошкам вольфрама добавляют Ni, Fe, Co и др. [4, 5].

Традиционная технология получения крупнозернистых ТВС включает добавку Ni, Fe, Co путем вмешивания отдельных компонент в порошок вольфрама, прессование полученной смеси на гидравлическом прессе и последующее спекание в водороде при температуре около 1500 °С [6]. Отметим, что сплавы W + (Ni, Fe, Co) обладают уникальным сочетанием повышенной плотности, высокой прочности и пластичности при комнатной температуре, коррозионной и радиационной стойкости [7, 8].

Кроме традиционного вмешивания отдельных компонент в порошок вольфрама, используют также метод плазмохимического синтеза нанопорошковых смесей [9]. В этом случае добавление компонент в порошок вольфрама осуществляется последовательным осаждением металлов из раствора их солей.

Для получения nano- и ультрамелкозернистых ТВС применяют электроимпульсное плазменное спекание [9 – 12]. Получаемые таким способом сплавы характеризуются высокой относительной плотностью, малым размером зерен (до 0,3 мкм) и высокой твердостью.

Одна из основных методик контроля — метод рентгенофазового анализа (РФА), который продемонстрировал свою эффективность для промышленных крупнозернистых ТВС [13].

Количественную оценку фазового состава материалов проводят с помощью полнопрофильного анализа дифрактограмм — метода Ритвельда [14]. Суть метода состоит в решении обратной задачи дифракции путем сравнения экспериментальной дифрактограммы с теоретической, моделируемой на основе данных о структурных параметрах фаз. В модели используют подгоночные параметры, один из которых — массовая доля фазы в многокомпонентной смеси. Точность определения содержания кристаллических фаз методом Ритвельда может быть оценена экспериментально, но применение метода требует высо-

кого качества экспериментальных дифрактограмм, что существенно увеличивает трудоемкость экспериментов [15, 16].

Заметим, что для относительно простых систем, особенно высокосимметричных неорганических материалов (например, фаз чистых металлов), результаты полуколичественного анализа можно получить методом внутреннего стандарта (корундовых чисел).

РФА в случае nano- и ультрамелкозернистых ТВС может быть затруднен, поскольку интенсивность рентгеновских дифракционных максимумов (РДМ) отдельных компонент может быть сопоставима с уровнем фона [17]. Поэтому для эффективного применения РФА по отношению к мелкозернистым ТВС с высоким содержанием вольфрама необходим анализ чувствительности метода к более легким фазам. Малое (1 – 5 % масс.) содержание легких элементов значительно осложняет контроль фазового состава порошковых смесей и образцов, спеченных из них. Дополнительную сложность вызывает то, что наиболее распространенное, ввиду своей универсальности для других задач, CuK $\alpha$ -излучение порошковых рентгеновских дифрактометров ( $\epsilon \approx 8$  кЭв) сильно поглощается железом и кобальтом. Так, массовый коэффициент поглощения W для CuK $\alpha$ -излучения составляет 168, Ni — 48,8, Fe — 302, Co — 321 см<sup>2</sup>/г.

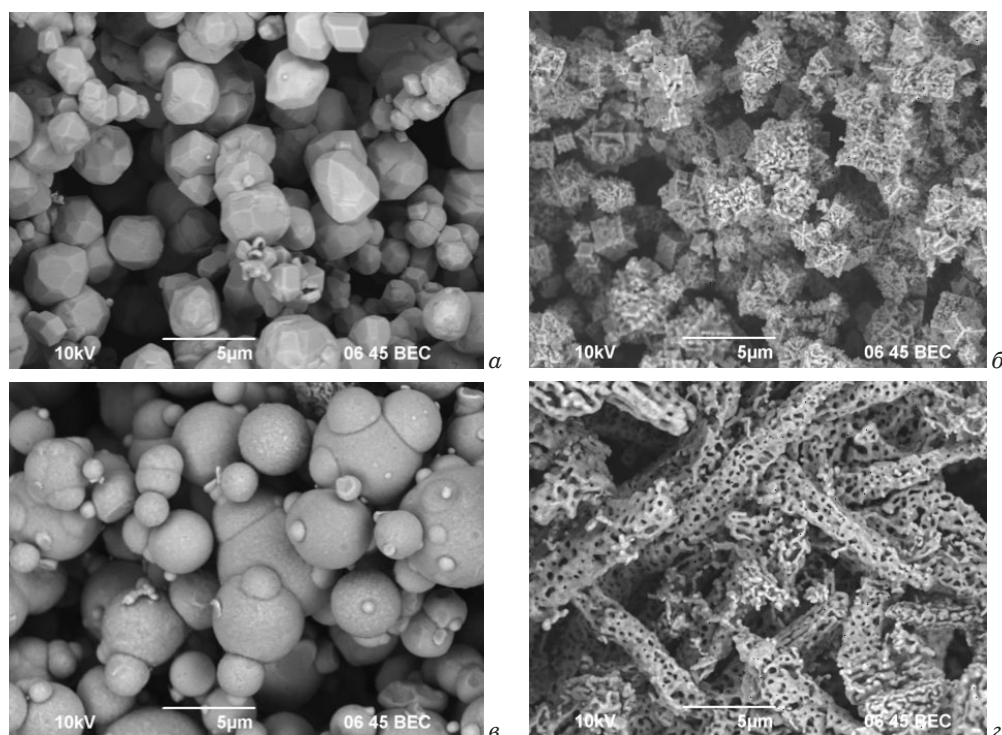
Цель работы — рентгенодифракционное исследование фазового состава порошков систем W – Ni, W – Fe, W – Co.

## Материалы, методика, оборудование

Исследовали порошки вольфрама (марка W0.8, СТП 00196144-0713-2004) со средним размером частиц по Фишеру 0,8 мкм, никеля (марка ПНК-1Л5, ГОСТ 9722–97), железа (марка ВС, ТУ 2436-045-05807977-98) и кобальта (марка ПК-1у, ГОСТ 9721–79).

Эталоны готовили путем последовательного добавления в порошок W порошков Ni, Fe, Co. Взвешивание порошков проводили на электронных весах GX-600 (Япония) (точность — 0,001 г). После взвешивания порошки пересыпали в стерильную пластиковую пробирку (объем — 50 мл) и перемешивали в течение 10 мин. Для рентгенодифракционных исследований полученную смесь помещали в кювету из аморфного кварца (диаметр — 28 мм) и уплотняли с помощью стеклянной пластины для формирования плоской поверхности.

Микроструктуру порошков анализировали методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на микроскопе JEOL JSM-6490 (Япония). Рентгенодифракционные исследования проводили на дифрактометре Shimadzu XRD-7000 (Япо-



**Рис. 1.** РЭМ-изображения порошков W (а), Ni (б), Fe (в), Co (г)

**Fig. 1.** SEM images of W (a), Ni (b), Fe (c), and Co (d) powders

ния) (схема Брегга — Брентано,  $\text{CuK}\alpha$ -излучение,  $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$ , режим работы рентгеновской трубки — 30 кВ, 40 мА). Дифрактограммы чистых порошков получали в режиме «широкой щели» (диапазон углов  $2\theta$  — 20–80°, шаг — 0,04°, время экспозиции — 1 с).

Для качественного фазового анализа использовали банки данных ICDD PDF-2 и ICSD: вольфрам  $\alpha$ -W (PDF № 00-004-0806, ICSD № 76151), никель  $\beta$ -Ni (PDF № 00-004-0850, ICSD № 646089), железо  $\alpha$ -Fe (PDF № 00-006-0696, ICSD № 76747), кобальт  $\alpha$ -Co (PDF № 01-071-4239, ICSD № 52935), кобальт  $\beta$ -Co (PDF № 00-015-0806, ICSD № 53805).

Рентгенодифракционные исследования порошковых смесей (эталонов) осуществляли в следующих условиях: щель перед детектором — 0,15 мм, шаг по углу  $2\theta$  — 0,04°, время экспозиции — 2 с. Съемку дифрактограмм проводили интервалами, диапазоны углов которых выбирали на основании положений РДМ чистых металлов (табл. 1), рассчитанных по структурным данным фаз.

### Обсуждение результатов

На рис. 1 представлены РЭМ-изображения исследуемых чистых порошков. Видно, что порошок вольфрама включает ограниченные полиэдри-

**Таблица 1.** Индексы Миллера и теоретические значения углов  $2\theta$  дифракционных максимумов исследуемых фаз

**Table 1.** Miller indices and theoretical values of the  $2\theta$  angles of XRD maxima of the phases under study

W		Ni		$\alpha$ -Fe		$\beta$ -Co	
(110)*	40,26°	(111)*	44,51°	(110)*	44,67°	(111)*	44,21°
(200)	58,27°	(200)*	51,85°	(200)	65,02°	(200)	51,52°
(211)*	73,19°	(220)	76,37°	(211)	82,33°	(220)	75,85°
(220)	87,02°	(311)	92,94°	(220)	98,94°	(311)	92,22°
(310)*	100,64°	(222)	98,44°	(310)	116,38°	(222)	97,65°
(222)	114,92°	(400)	121,93°	(222)	137,13°		
(321)	131,17°	(331)	144,67°				
(400)	153,59°	(420)	155,65°				

\* Данные в дальнейшем использовали для аналитических расчетов.

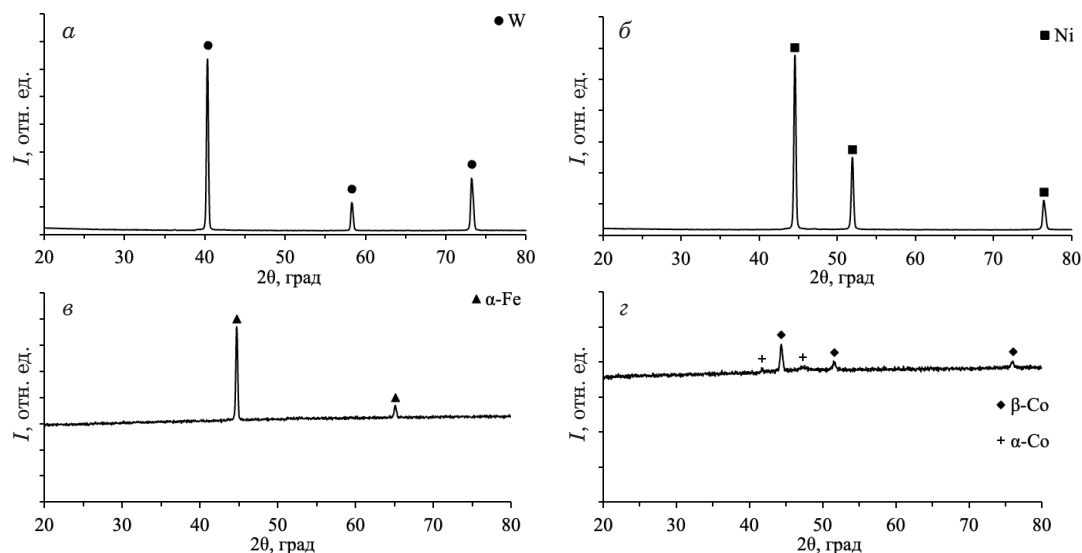


Рис. 2. Диффрактограммы порошков W (а), Ni (б), Fe (в), Co (г)

Fig. 2. XRD patterns of W (a), Ni (b), Fe (c), and Co (d) powders

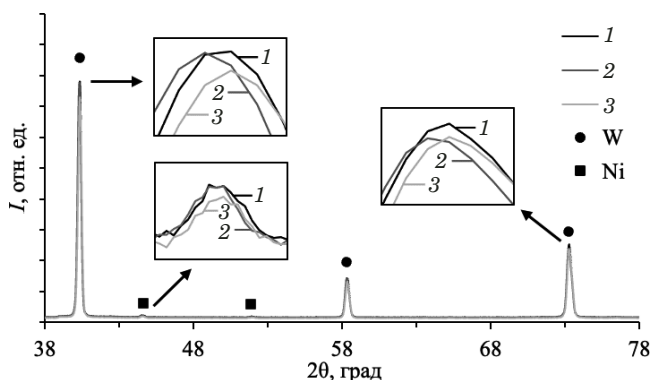


Рис. 3. Диффрактограммы порошковой смеси W + 1 % масс. Ni (1 – 3 — номер эксперимента)

Fig. 3. XRD patterns of W + 1 wt.% Ni powder mixture (1 – 3 — number of the experiment)

ческие частицы изометричной формы размером 2 – 5 мкм. В порошке никеля наблюдаются частицы кубической формы размером 1 – 2 мкм, в порошке железа — агломераты сферических частиц размером до 5 мкм. В порошке кобальта присутствуют сильно неизометричные пористые частицы игольчатой формы толщиной не более 5 и длиной до 50 мкм.

Рентгеновские диффрактограммы порошков (рис. 2) показывают, что в порошках вольфрама и никеля примесные фазы отсутствуют. На диффрактограмме порошка железа наблюдаются РДМ только  $\alpha$ -Fe. На диффрактограмме порошка кобальта идентифицированы РДМ  $\alpha$ - и  $\beta$ -Co, но  $\beta$ -Co — основная фаза. Отметим, что интенсивность дифракционных максимумов  $\alpha$ -Co находится на пределе обнаружения.

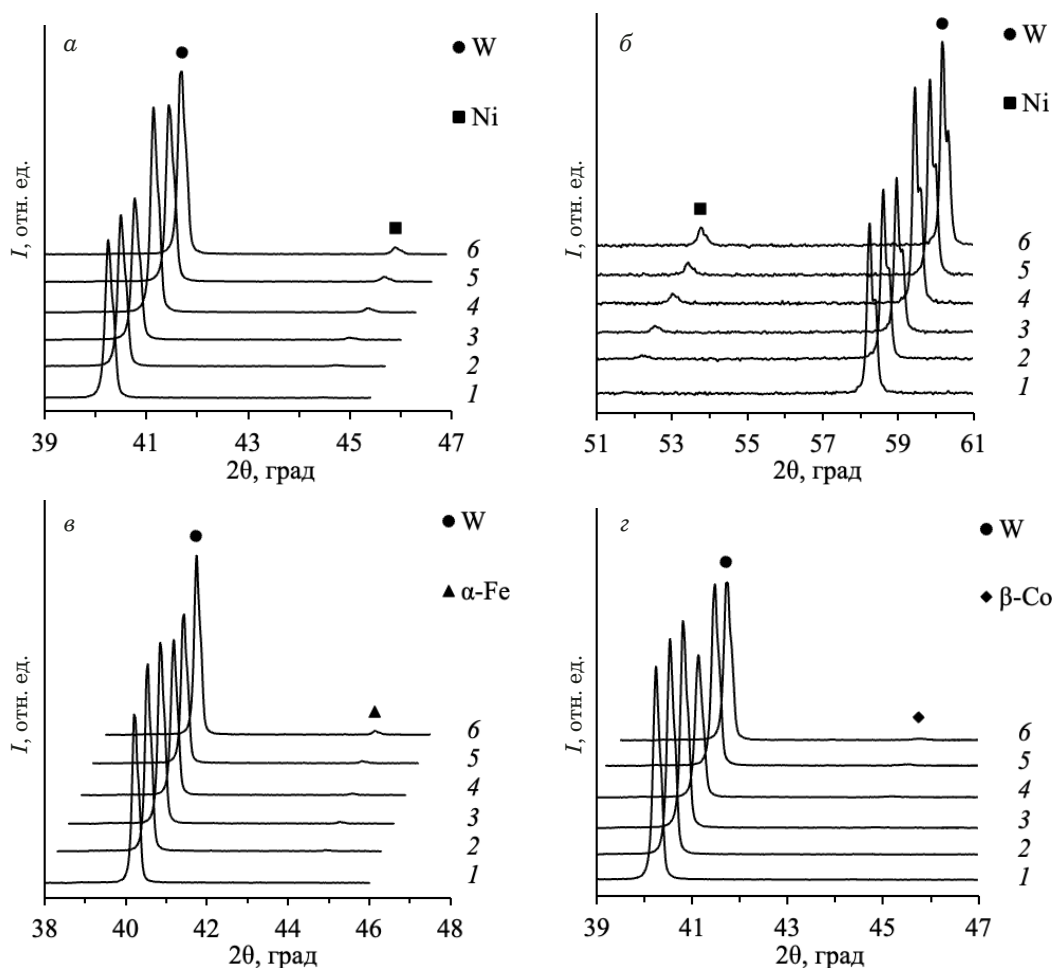
Для оценки равномерности перемешиванияготавливаемых эталонов и статистических погрешностей результатов проводили повторные рентгеновские исследования порошковых образцов W + 1 % масс. Ni (рис. 3). Для каждого из трех экспериментов кювету наполняли заново.

В табл. 2 приведены значения угловых положений и интенсивностей основных РДМ вольфрама и никеля, полученные в результате трех независимых измерений.

Видно, что относительное среднеквадратичное отклонение (СКО) регистрируемых пиковой ( $I_{\max}$ ) и интегральной ( $Int$ ) интенсивностей дифракционных максимумов вольфрама не превышает 10 %. Для относительно слабоинтенсивных дифракционных максимумов никеля относительный разброс для пиковых интенсивностей составил 3 и 9 % соответственно. Таким образом, можно полагать, что относительная погрешность измеряемых интенсивностей не превышает 10 %.

На рис. 4 приведены избранные участки диффрактограмм порошковых эталонов W – Ni, W – Fe, W – Co.

Детектирование фазы в образце при разбавлении проводили при наличии как минимум одного дифракционного максимума, пиковая интенсивность которого, рассчитанная от усредненной линии фона, превышала утроенное среднеквадратичное отклонение фонового сигнала ( $3\sigma$ ). Чувствительность определяли по образцу с наименьшим содержанием добавки. В исследуемых порошковых эталонах чувствительность к Ni составила 0,5, Fe — 1, Co — 3 % масс. Отметим, что чувствительность к наличию и содержанию фаз при анализе порошковых образцов обычно оказывается ниже, чем при анализе полированных



**Рис. 4.** Участки дифрактограмм порошковых эталонов W – Ni (а, б), W – Fe (в), W – Co (г) при содержании добавки 0,5 (1), 1 (2), 2 (3), 3 (4), 4 (5) и 5 % масс. (6)

**Fig. 4.** Sections of the XRD patterns of the powder standards W — Ni (a, b), W — Fe (c), W — Co (d) with a different content of the additive 0.5 (1), 1 (2), 2 (3), 3 (4), 4 (5), and 5 wt.% (6)

**Таблица 2.** Значения угловых положений и абсолютной интенсивности РДМ вольфрама и никеля, зарегистрированные по результатам трех определений

**Table 2.** Values of angular positions and absolute intensity of tungsten and nickel XRD maxima according to the results of three XRD experiments

РДМ	2θ, град.	Отн. СКО для 2θ, %	$I_{max}$ , отн. ед.	Отн. СКО для $I_{max}$ , %	Int, отн. ед.	Отн. СКО для Int, %
W	(110)	0,03	82 112	3	764 183	3
			89 294		736 510	
			82 279		682 743	
	(200)	0,02	16 007	1	147 348	4
			15 385		144 378	
			15 546		131 266	
	(211)	0,02	38 714	9	324 631	5
			30 713		300 875	
			29 032		274 263	
Ni	(111)	0,02	838	3	6848	6
			878		7484	
			796		6097	
	(200)	0,03	396	9	3716	1
			379		3798	
			291		3684	

образцов [18]. Поэтому указанные чувствительности могут рассматриваться как максимальные значения.

При построении градуировочных графиков учитывали экспериментально определенную чувствительность. Количество точек, использованных для построения градуировки, составляло 6 (для W – Ni), 5 (для W – Fe) и 3 (для W – Co). Для аналитических расчетов выбирали интенсивности максимумов, отмеченные в табл. 1. Кроме того, для систем состава W + M, где M — Ni, Fe, Co, предполагали пропорциональную зависимость интегральной интенсивности РДМ  $I_i$  и массовой доли  $x_i$   $i$ -й фазы в образце.

Использовали следующее выражение для массовой доли фазы  $M$ :

$$x_M = \frac{I_M/k_M}{I_M/k_M + I_W/k_W}, \quad (1)$$

где  $k_M, k_W$  — постоянные коэффициенты для рассматриваемой системы.

Выражение (1) можно представить в следующем виде:

$$\frac{v_M}{v_W} = \frac{I_M}{I_W} \frac{k_W}{k_M}. \quad (2)$$

Зная массовую долю фазы  $M$  в порошковой двухфазной смеси состава W + M и имея результаты рентгенодифракционных исследований этой смеси, с использованием (2) можно определить отношение коэффициентов  $k_M$  и  $k_W$ . Это отношение для наиболее интенсивных максимумов фаз совпадает с отношением так называемых «корундовых чисел» [19].

Эти величины могут быть рассчитаны по известным структурным данным с применением соотношений

$$\frac{k_M}{k_W} = \frac{I_{M(hkl)}}{I_{W(hkl)}}, \quad (3)$$

$$I_{(hkl)} = \frac{\rho |F_{hkl}|^2 (1 + (\cos 2\theta)^2)}{\mu_m V_c^2 (\sin \theta)^2 \cos \theta}, \quad (4)$$

где  $\rho$  — плотность вещества;  $\mu_m$  — массовый коэффициент поглощения;  $F_{hkl}$  — структурная ам-

плитуда;  $V_c$  — объем элементарной ячейки;  $\theta$  — значение брэгговского угла.

Аппроксимируя градуировочные графики, можно провести сравнение с теоретическими значениями, рассчитанными по (3) и (4).

Градуировочные графики представлены на рис. 5 (прямые — аппроксимация в соответствии с (2)). Видно, что в системе W – Ni коэффициент линейной корреляции близок к единице. Однако следует отметить: он не учитывает нулевого значения свободного члена линейной функции.

Угловые коэффициенты, рассчитанные путем линейной аппроксимации экспериментальных данных функцией (2) (эксп.) и по структурным данным с использованием выражений (3) – (4) (теор.), приведены в табл. 3 (погрешности рассчитаны для доверительной вероятности 0,95).

Сравнение полученных двумя способами значений показывает, что оценки с использованием теоретических расчетов по структурным данным не отражают реальной картины, наблюдаемой в эксперименте.

Заметим, что вследствие невысокой чувствительности к кобальту применение полученных градуировочных графиков для системы W – Co далее не рассматривалось.

Для W – Fe и W – Ni погрешности угловых коэффициентов градуировочных графиков включают неопределенность измерения интенсивностей при подстановке средних значений. Целесообразно оценивать долю никеля в вольфраме по соотношениям дифракционных максимумов никеля с индексами (111) и вольфрама с индексами (110), (211) или (310). В этом случае относительная погрешность определения доли никеля не превышает 10 %. Для оценки доли железа в вольфраме предпочтительны дифракционные максимумы  $\alpha$ -Fe (110) и вольфрама с индексами (110) и (211). Относительная погрешность определения доли железа в этом случае не выше 15 %.

При применении на практике полученных соотношений предполагается использование отношения пар всех измеренных интенсивностей дифракционных линий (см. табл. 3). При этом пере-

**Таблица 3.** Угловые коэффициенты градуировочных графиков

**Table 3.** Values of angular coefficients of the XRD calibration plots

РДМ	$k_{M(hkl)}/k_{W(hkl)}$	Ni (111)	Ni (200)	$\alpha$ -Fe (110)	$\beta$ -Co (111)
W (110)	эксп.	$0,72 \pm 0,07$	$0,36 \pm 0,05$	$0,40 \pm 0,06$	$0,36 \pm 0,16$
	теор.	0,95	0,44	0,18	0,13
W (211)	эксп.	$1,93 \pm 0,16$	$0,96 \pm 0,12$	$0,95 \pm 0,13$	$0,87 \pm 0,49$
	теор.	2,63	1,23	0,50	0,36
W (310)	эксп.	$3,63 \pm 0,35$	$1,79 \pm 0,19$	$1,79 \pm 0,27$	$1,64 \pm 0,57$
	теор.	4,78	2,22	0,91	0,65

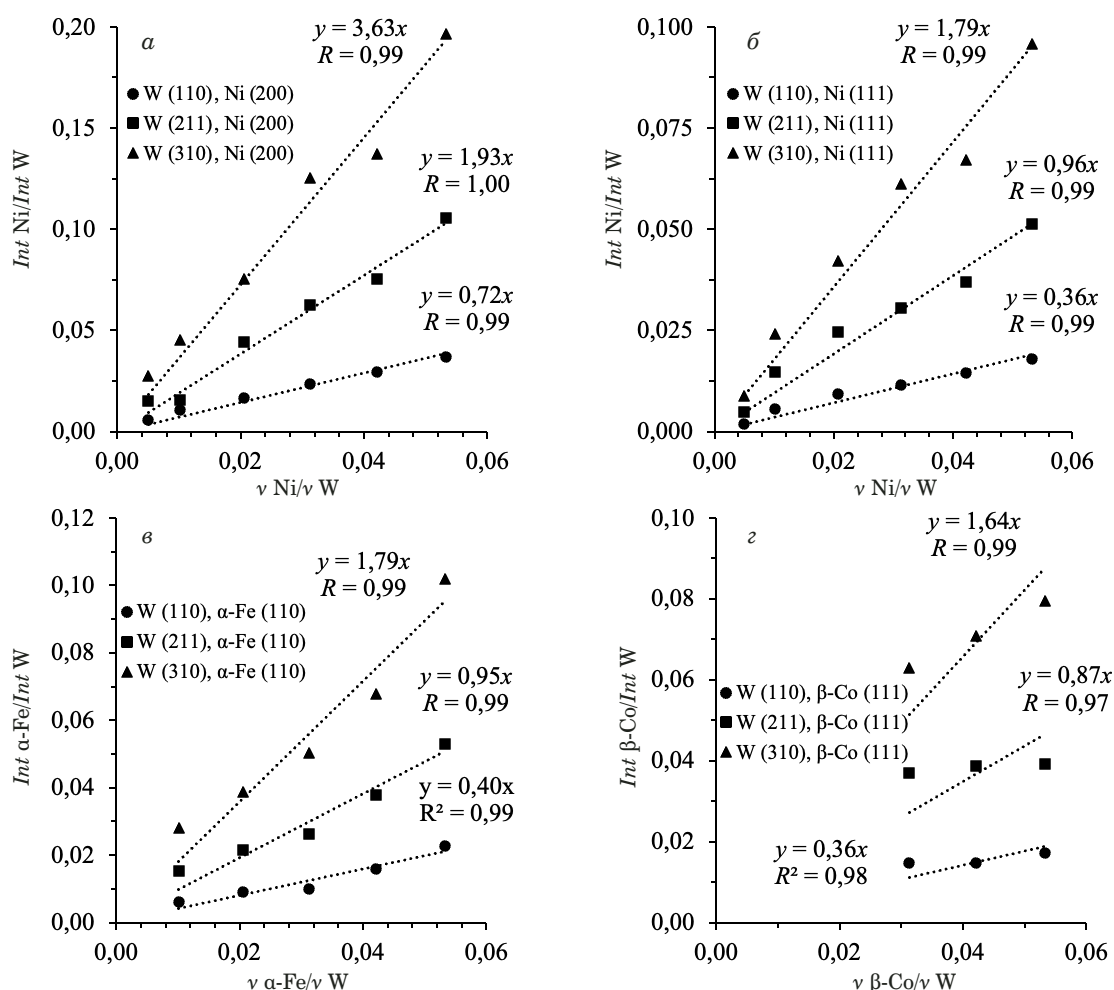


Рис. 5. Градуировочные графики для систем W – Ni (а, б), W – Fe (в), W – Co (г)

Fig. 5. XRD calibration plots of the powder standards W – Ni (a, b), W – Fe (c), W – Co (d)

сечение доверительных интервалов рассчитанных значений массовых долей обеспечивает дополнительную надежность результата, а возможные отклонения — информацию о преимущественной ориентации кристаллитов в образце или иных систематических погрешностях.

## Заключение

Подготовленные стандартные образцы порошков систем W – Ni, W – Fe, W – Co (содержание добавки — 0,5 – 5,0 % масс.) анализировали методом рентгеновской дифракции. Проведенные исследования показали, что чувствительность к Ni составила 0,5, Fe — 1, Co — 3 % масс. Массовые доли никеля и железа в бинарных системах с вольфрамом можно рассчитать с применением соотношений интенсивностей дифракционных максимумов. При этом в системе W – Ni относительную точность в 10 % обеспечивает анализ интенсивностей дифракционных максимумов никеля с индексами (111) и вольфрама с индексами (110), (211) или (310). В системе W –

( $\alpha\text{-Fe}$ ) относительную точность в 15 % дает анализ интенсивностей дифракционных максимумов железа (110) и вольфрама (110) и (211).

## Финансирование, благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФ (грант № 22-79-10080). Авторы выражают благодарность П. В. Андрееву за помощь в анализе и интерпретации результатов.

## Конфликт интересов

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

## ЛИТЕРАТУРА (REFERENCES)

- Senthilnathan N., Raja Annamalai A., Venkatachalam G. Sintering of Tungsten and Tungsten Heavy Alloys of W-Ni-Fe and W-Ni-Cu: a Review / Transactions of the Indian Institute of Metals. 2017. Vol. 70. N 5. P. 1161 – 1176. DOI: 10.1007/s12666-016-0936-2
- Savitsky E. M., Povarova K. B., Makarov P. V. Tungsten metallurgy. — Moscow: Metallurgiya, 1978. — 224 p. [in Russian].

3. **Wurster S., Baluc N., Battabyal M., et al.** Recent progress in R&D on tungsten alloys for divertor structural and plasma facing materials / *Journal of Nuclear Materials*. 2013. Vol. 442. N 1 – 3. P. 181 – 189. DOI: 10.1016/j.jnucmat.2013.02.074
4. **Sahin Y.** Recent Progress in Processing of Tungsten Heavy Alloys / *Journal of Powder Technology*. 2014. Vol. 3 – 4. P. 1 – 22. DOI: 10.1155/2014/764306
5. **German R. M.** Sintered tungsten heavy alloys: Review of microstructure, strength, densification, and distortion / *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2022. Vol. 108. Art. ID 105940. DOI: 10.1016/j.ijrmhm.2022.105940
6. **Johnson J. L.** Sintering of refractory metals / *Sintering of Advanced Materials*. 2010. P. 356 – 388. DOI: 10.1533/9781845699949.3.356
7. **Das J., Kiran U., Chakraborty A., Prasad N.** Hardness and tensile properties of tungsten based heavy alloys prepared by liquid phase sintering technique / *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2009. Vol. 27. N 3. P. 577 – 583. DOI: 10.1016/j.ijrmhm.2008.08.003
8. **Lassner E., Schubert W.-D.** Tungsten. — Springer, 1999. — 422 p. DOI: 10.1007/978-1-4615-4907-9
9. **Blagoveshenskiy Yu. V., Isaeva N. V., Blagoveshenskaya N. V., et al.** Methods of compacting nanostructured tungsten-cobalt alloys from nanopowders obtained by plasma chemical synthesis / *Inorganic Materials Applied Research*. 2015. Vol. 6. N 5. P. 415 – 426. DOI: 10.1134/S2075113315050032
10. **Huang K., Estel L., Wu L., et al.** Tungsten Heavy Alloys Processing via Microwave Sintering, Spark Plasma Sintering, and Additive Manufacturing: a Review / *Process*. 2022. Vol. 10. N 11. Art. ID 2352. DOI: 10.3390/PR10112352
11. **Chuvildeev V. N., Nokhrin A. V., Boldin M. S., et al.** Impact of mechanical activation on sintering kinetics and mechanical properties of ultrafine-grained 95W-Ni-Fe tungsten heavy alloys / *Journal of Alloys and Compounds*. 2019. Vol. 773. P. 666 – 688. DOI: 10.1016/j.jallcom.2018.09.176
12. **Ding L., Xiang D., Li Y., et al.** Effects of sintering temperature on fine-grained tungsten heavy alloy produced by high-energy ball milling assisted spark plasma sintering / *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2012. Vol. 33. P. 65 – 69. DOI: 10.1016/j.ijrmhm.2012.02.017
13. **Ogundipe A., Greenberg B., Braidia W., et al.** Morphological characterisation and spectroscopic studies of the corrosion behaviour of tungsten heavy alloys / *Corrosion Science*. 2006. Vol. 48. N 10. P. 3281 – 3297. DOI: 10.1016/j.corsci.2005.12.004
14. **Rietveld H. M.** The Rietveld method / *Physica Scripta*. 2014. Vol. 89. N 9. Art. ID 098002. DOI: 10.1088/0031-8949/89/9/098002
15. **Drozhilkin P. D., Smetanina K. E., Andreev P. V., et al.** Assessment of the data repeatability of x-ray diffraction study for silicon nitride powders of different dispersion / *Industr. Lab. Mater. Diagn.* 2022. Vol. 88. N 4. P. 27 – 32 [in Russian]. DOI: 10.26896/1028-6861-2022-88-4-27-32
16. **Guo L., Tjahjono M., Schreyer M., Garland M.** A multi-component calibration approach to the microabsorption problem involving inorganic mixtures / *Journal of Applied Crystallography*. 2011. Vol. 44. N 1. P. 25 – 31. DOI: 10.1107/S0021889810053094
17. **Xu H., He L.-L., Pei Y.-F., et al.** Recent progress of radiation response in nanostructured tungsten for nuclear application / *Tungsten*. 2021. Vol. 3 – 4. DOI: 10.1007/s42864-021-00075-9
18. **Andreev P. V., Smetanina K. E., Lantsev E. A.** Study of the phase composition of fine-grained tungsten carbide based ceramic materials by X-ray phase analysis / *Industr. Lab. Mater. Diagn.* 2019. Vol. 85. N 8. P. 37 – 42 [in Russian]. DOI: 10.26896/1028-6861-2019-85-8-37-42
19. **Pecharsky V., Zavalij P.** Fundamentals of powder diffraction and structural characterization of materials. — Springer, 2005. — 713 p. DOI: 10.1007/978-0-387-09579-0