

Research Paper

Synthesis of Boron Containing Cu-12Al-4Ni Memory Alloy powder by Using Mechanical Alloying Method and Investigating the Changes of the Density and Porosity in Bulk Samples During Production

Zainab Jarrahi¹, *Shahram Raygan², Mehdi Pourabdoli³

1- MSc., School of Metallurgy and Materials Engineering, College of Engineering, University of Tehran, Tehran, Iran.

2- Associate Professor, School of Metallurgy and Materials Engineering, College of Engineering, University of Tehran, Tehran, Iran.

3- Assistant Professor, Department of Materials Engineering, Hamedan University of Technology, Hamedan, Iran.

Citation: Jarrahi Z, Raygan Sh, Pourabdoli M . Synthesis of Boron Containing Cu-12Al-4Ni Memory Alloy powder by Using Mechanical Alloying Method and Investigating the Changes of the Density and Porosity in Bulk Samples During Production. Metallurgical Engineering 2017; 20(2) 98-108 <http://dx.doi.org/10.22076/me.2017.50115.1101>

doi: <http://dx.doi.org/10.22076/me.2017.50115.1101>

ABSTRACT

In this research Cu-12wt%Al-4wt%Ni shape memory alloy powder with and without addition of boron as alloying element was produced by using mechanical alloying method. Bulk samples were produced from the powder by press-sinter and subsequently rolling-heat treatment processes. The density and the amount of porosity of the samples were measured, subsequently. The effect of milling time on phase changes in produced powder, size of crystallites and lattice strain was also investigated. Results showed that after 20h of milling with rotating speed of 250 rpm and ball to powder mass ratio of 20:1, peaks of pure elements disappear and solid solution with FCC structure and lattice parameter close to that of copper forms. Morphology of milled powder and microstructure of bulk samples were studied by optical microscope and scanning electro-microscope. It was observed that adding boron lead to decrease in the size of particles after milling. Results showed that the density of samples after press-sinter processes decreases. However, the final density increased after rolling-heat treatment processes. It was also shown that adding boron to the powder mixture results in more homogenous distribution of porosities after rolling-heat treatment processes.

Keywords: Synthesis, Mechanical alloying, Shape memory alloy, Cu-12Al-4Ni, Boron

■ ■

* *Corresponding Author:*

Shahram Raygan, PhD

Address: School of Metallurgy and Materials Engineering, College of Engineering, University of Tehran, Tehran, Iran.

Tel: +98 (21) 88012999

E-mail: shraygan@ut.ac.ir

سنتز پودر آلیاژ حافظه دار Cu-12Al-4Ni حاوی بور به روش آلیاژسازی مکانیکی و بررسی تغییرات چگالی و تخلخل نمونه بالک در حین تولید

زینب جراحی^۱، شهرام رایگان^{۲*}، مهدی پورعبدلی^۳

۱- فارغ التحصیل کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده های فنی، دانشگاه تهران، تهران، ایران.

۲- دانشیار، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده های فنی، دانشگاه تهران، تهران، ایران.

۳- استادیار، گروه مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی همدان، همدان، ایران.

چکیده

در این پژوهش پودر آلیاژ حافظه دار Cu-12wt%Al-4wt%Ni با عنصر آلیاژی بور و بدون آن به روش آلیاژسازی مکانیکی تهیه و سپس پودر حاصل به روش پرس-سینتر و متعاقب آن نورد- عملیات حرارتی تبدیل به نمونه بالک شد و چگالی و مقدار تخلخل نمونه ها مورد بررسی قرار گرفت. در این راستا، تأثیر زمان آسیابکاری بر روی تغییرات فازی، اندازه کریستالیت و کرنش شبکه‌ای مطالعه گردید. نتایج نشان داد که بعد از ۲۰ ساعت آسیابکاری با سرعت ۲۵۰ دور بر دقیقه و نسبت وزنی گلوله به پودر ۱:۲۰، پیک‌های مربوط به عناصر خالص از بین رفته و محلول جامدی با ساختار FCC و پارامتر شبکه‌ای بسیار نزدیک به پارامتر شبکه مس تولید می‌شود. ریزساختار و مورفولوژی پودرهای آسیابکاری شده و نمونه‌ی نهایی توسط میکروسکوپ الکترونی و نوری مورد مطالعه قرار گرفتند. مشاهده گردید که افزودن بور باعث ریز شدن ذرات پس از آسیابکاری می‌گردد. نتایج نشان دادند که با افزایش زمان آسیابکاری، چگالی خام قطعه پس از پرس- سینتر کاهش ولی چگالی نهایی پس از نورد- عملیات حرارتی افزایش پیدا می‌کند. همچنین نشان داده شد که افزودن بور به مخلوط پودری موجب توزیع یکنواخت تر تخلخل ها پس از مرحله نورد- عملیات حرارتی می‌گردد.

واژه‌های کلیدی: سنتز، آلیاژسازی مکانیکی، آلیاژ حافظه دار، Cu-12Al-4Ni، بور

۱. مقدمه

آلیاژهای حافظه‌دار اصطلاحاً به آلیاژهایی اطلاق می‌شوند که قابلیت بازگشت به شکل اولیه را در اثر افزایش دما و یا باربرداری دارند. همچنین این آلیاژها هنگامی که در معرض یک بار مکانیکی سیکلی قرار گیرند، می‌توانند انرژی مکانیکی را جذب و پراکنده نمایند. این ویژگی منحصر به فرد آلیاژهای حافظه‌دار، آنها را برای استفاده در محرک‌ها، حس‌گرها، جاذب‌های انرژی و کاربردهای میراکنندگی ارتعاشات مناسب کرده است [۱]. آلیاژهای حافظه‌دار پایه مس از جمله آلیاژهای حافظه‌دار تجاری متداول هستند که در سال‌های اخیر به عنوان جایگزینی برای آلیاژهای پرکاربرد NiTi ظاهر شده‌اند. این امر به دلیل دمای کاری بالا، قیمت پایین تر و راحت تر بودن فرایند تولید در مقایسه با آلیاژهای حافظه‌دار NiTi می‌باشد [۲].

در میان آلیاژهای حافظه‌دار تجاری پایه مس، آلیاژ

1. Actuators
2. Sensors

Cu-Al-Ni به دلیل پایداری حرارتی بالایی که دارد، یکی از پرکاربردترین آلیاژهای این خانواده است [۳-۴]. یکی از چالش‌های اصلی برای آلیاژهای حافظه‌دار پایه مس، مشکل بودن روش تولید آنها است. به طور کلی دو روش برای تولید آلیاژهای حافظه‌دار استفاده می‌شوند: روش ریخته‌گری و روش متالورژی پودر. یکی از مهم‌ترین مشکلات روش ریخته‌گری آلیاژهای حافظه‌دار پایه مس، جذب گازهای مختلف مانند اکسیژن و هیدروژن از محیط است که اثرات مخربی از جمله کاهش استحکام و قابلیت شکل‌پذیری دارد [۵]. به علاوه، در روش ریخته‌گری کنترل دقیق ترکیب شیمیایی مشکل است. کاربردهای صنعتی این آلیاژ نیاز به کنترل دقیق ترکیب شیمیایی دارد، زیرا تغییر اندکی در ترکیب شیمیایی، دماهای استحاله را شدیداً تغییر داده و ویژگی‌های حافظه‌داری و خواص مکانیکی این آلیاژها را دست‌خوش تغییر می‌کند [۶]. بنابراین روشی نیاز است که دماهای مطلوب استحاله را فراهم آورد، بدون اینکه تغییر در خواص ترمومکانیکی آن ایجاد کند. این معایب باعث مورد توجه قرار گرفتن روش‌هایی مثل متالورژی پودر در سال‌های اخیر شده است [۷ و ۸]. دو روشی

* نویسنده مسئول:
دکتر شهرام رایگان

نشانی: تهران، دانشگاه تهران، پردیس دانشکده های فنی، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد.
تلفن: ۸۸۰۱۲۹۹۹ (۲۱) ۹۸-

پست الکترونیکی: shraygan@ut.ac.ir

کمیته آلیاژسازی مکانیکی، اثر افزودن مقادیر مختلف عنصر آلیاژی بور بر چگالی و ساختار آلیاژ بررسی شود. در این راستا از روش ساخت جدیدی برای این آلیاژها استفاده شد که شامل پرس سرد اولیه و سپس نورد گرم بود.

۲. مواد و روش تحقیق

مشخصات پودرهای عناصر خالص Cu, Al, Ni و B مورد استفاده در این تحقیق در جدول ۱ آورده شده است. فلز بور با سه مقدار مختلف ۰/۱، ۰/۲ و ۰/۵ درصد وزنی به آلیاژ Cu-12Al-4Ni اضافه شد. برای بررسی اندازه و مورفولوژی ذرات پودر از میکروسکوپیهای الکترونی روبشی (SEM) CamScan MV2300 و VEGA\TESCAN-XMU با ولتاژ شتاب‌دهنده به ترتیب ۲۰ و ۱۵ KV مجهز به آزمون پراکنش انرژی (EDS) استفاده گردید. ترکیب شیمیایی فازهای مختلف و نقشه توزیع عنصری در نمونه به روش پراکنش انرژی تعیین گردید. تغییرات توزیع اندازه ذرات پودری پس از آلیاژسازی توسط نرم افزار Clemex اندازه گیری شد.

برای آلیاژسازی مکانیکی از دستگاه آسیاب سیاره‌ای مدل PM 2400 با گلوله‌هایی از جنس فولاد کرم دار سخت شده با قطرهای ۶، ۱۰، ۱۵ و ۲۰ میلی متر مورد استفاده قرار گرفت. نسبت وزنی گلوله به پودر ۲۰ به ۱ و سرعت چرخش ۲۵۰ دور بر دقیقه برای آلیاژسازی مکانیکی استفاده شد. برای جلوگیری از اکسیداسیون ذرات پودر، محفظه فولادی کاملاً آب‌بندی شد و درون آن از هوا خالی و با گاز آرگون با خلوص ۹۹/۹۹٪ پر شد. ترکیب شیمیایی در نظر گرفته شده برای ساخت نمونه‌های پودری، Cu-12wt%Al-4wt%Ni بود که به همین نسبت وزنی، پودرها مخلوط شدند و یک نمونه پودری اولیه با ترکیب ذکر شده بدست آمد. برای بررسی فازهای تشکیل شده در آلیاژسازی مکانیکی، پودرهای بدست آمده از آلیاژسازی مکانیکی، تحت آزمون پراش اشعه ایکس قرار گرفتند. در این مرحله دستگاه پراش سنج مدل Philips X'pert Pro مورد استفاده قرار گرفت و پراش با استفاده از تابش Cu K α ، با طول موج ۰/۱۵۴۰۵ nm و با گام ۰/۰۲ درجه صورت گرفت و زاویه تابش ۲θ بین ۱۰ و ۱۱۰ درجه تنظیم شد.

جدول ۱. مشخصات پودرهای مورد استفاده

عنصر	اندازه ذرات (μm)	خلوص (%)	تولیدکننده پودر
مس	۵ >	۹۹/۹	آلمان
آلمینیوم	۲۰ >	۹۹/۹	آلمان
نیکل	۵ >	۹۹/۵	آلمان
بور	۵ >	۹۹/۵	کره جنوبی

که برای ساخت آلیاژ حافظه‌دار پایه مس توسط متالورژی پودر به کار گرفته شده‌اند، عبارتند از استفاده از پودر پیش آلیاژ شده و روش آلیاژسازی مکانیکی.

ماده‌ای که از فرایند آلیاژسازی مکانیکی به دست می‌آید خواص حافظه‌داری و مکانیکی بهتری نسبت به مواد تولید شده به روش ریخته‌گری دارد. از آنجا که قسمتی از فرایند نفوذ اتمی در آلیاژسازی مکانیکی رخ می‌دهد، لذا زمان لازم برای تفجوشی آلیاژ کاهش خواهد یافت و در مجموع آلیاژ با خواص مکانیکی مطلوب‌تر نسبت به زمانی که تنها تفجوشی انجام می‌شود، ایجاد خواهد شد [۹].

یکی از چالش‌های مهم در فرایند تولید متالورژی پودر آلیاژهای حافظه‌دار، دستیابی به تولید قطعات با دانسیته نزدیک به مقدار تئوری است. روش مرسوم متالورژی پودر که براساس روش پرس-سینتر است، نمی‌تواند قطعه‌ای با دانسیته کامل ایجاد کند، اما قطعاتی از متالورژی پودر که براساس پرس-سینتر-کارمکانیکی ساخته می‌شوند، می‌توانند به دانسیته‌ی نزدیک به مقدار تئوری برسند. کار مکانیکی می‌تواند فورج، نورد، اکستروژن، پرس داغ ایزواستاتیک و یا ترکیبی از این فرایندها باشد [۴].

به طور عمده در این گروه از آلیاژهای حافظه‌دار روی دو گروه آلیاژی Cu-Zn-Al، Cu-Al-Ni تحقیقات و مطالعات بیشتری انجام گرفته است [۱۴-۱۰]. دمای استحاله آلیاژهای Cu-Al-Ni معمولاً بین ۲۰۰ °C تا ۲۰۰ °C قرار می‌گیرد که این دما به میزان Al و Ni در آلیاژ بستگی دارد [۱۵ و ۱۶]. اجزای سازنده آلیاژهای Cu-Al-Ni معمولاً در محدوده‌ی wt.% Al ۱۴/۵-۱۱ و wt.% Ni ۵/۵-۳ تغییر می‌کند. این امکان وجود دارد که بتوان با تنظیم ترکیب شیمیایی، دماهای تغییر حالت را در گستره‌ی وسیعی از دماها تنظیم کرد [۱۷].

انواع آلیاژهای حافظه‌دار پایه مس از جمله Cu-Zn-Al [۱۸]، Cu-14Al-4Ni [۲-۴]، Cu-Al-Nb [۲۰-۲۲] [۲۳]، Cu-Al-Ni-Mn [۲۴، ۲۵]، Cu-12.5Al-5Mn [۲۶] به روش آلیاژسازی مکانیکی تهیه شده اند و دانسیته [۲۳]، رفتار ترمومکانیکی [۲۷] و ساختار [۲۸] آنها مورد بررسی قرار گرفته است. برای تقویت خواص مکانیکی و شکل پذیری نمونه های تهیه شده از پودر آلیاژهای مذکور که به روش آلیاژسازی مکانیکی تهیه شده اند، از افزودن عناصری مانند بور، منگنز، زیرکونیوم، تیتانیوم به ترکیب آنها بهره برده شده است [۲۹-۳۶]. مطابق این تحقیقات، افزودن عناصر آلیاژی مذکور موجب بهبود کارپذیری، بهبود خواص مکانیکی، افزایش دمای استحاله و کاهش اندازه دانه های آلیاژهای حافظه دار پایه مس می شود.

به طور کلی مشکل تردی شدید در آلیاژهای حافظه‌دار Cu-Al-Ni همواره عاملی بازدارنده در پیشرفت این آلیاژها بوده و تلاش‌های زیادی برای رفع آن صورت گرفته است. در این پژوهش سعی بر این است که با ساخت پودر آلیاژ

شد. غلتک‌های مورد استفاده در نورد در دمای 27°C قرار داشتند و سرعت چرخش آنها ۱۷ دور در دقیقه بود. نمونه‌های نورد شده برای یکنواخت شدن ترکیب در دمای 1000°C و به مدت ۶ ساعت و تحت اتمسفر آرگون عملیات حرارتی شدند و سپس در کوره تحت اتمسفر آرگون سرد شدند. چگالی و تخلخل نمونه‌های ساخته شده پس از تفجوشی و نورد با استفاده از روش ارشمیدس محاسبه شد.

۳. نتایج و بحث

آنالیز فازی با پراش اشعه ایکس

برای نمونه‌های مختلف آسیاکاری شده در زمان‌های متفاوت از ۵ تا ۸۰ ساعت، آنالیز پراش پرتوی ایکس انجام شد که نتایج آن در شکل ۱ نشان داده شده است. بر اساس این شکل با افزایش زمان آسیاکاری مکانیکی شدت و ارتفاع پیک‌های عناصر مختلف کاهش یافته و عرض آنها افزایش می‌یابد. پس از ۵ و ۱۰ ساعت آسیاکاری، پیک‌های مربوط به عنصر مس به وضوح قابل مشاهده است اما پیک‌های عناصر آلومینیوم و نیکل به راحتی دیده نمی‌شود. افزایش در عرض پیک‌های مس را می‌توان به وجود تنش و آمورف شدن جزئی و نفوذ اتم‌های عناصر آلومینیوم و نیکل در زمینه مس نسبت داد. هم چنین مشاهده می‌شود که با افزایش زمان آسیاکاری پیک‌های عنصر مس به سمت زوایای کمتر حرکت می‌کنند. دلیل آن انحلال عنصر آلومینیوم و نیکل در زمینه مس و در نتیجه افزایش ثابت شبکه مس است. پیک اصلی مس مربوط به صفحه (۱۱۱) است و در زاویه $43/43^{\circ}$ درجه قرار دارد. شکل ۲ جابجایی پیک صفحه (۱۱۱) مس به سمت زوایای کمتر و افزایش ثابت شبکه مس را با افزایش زمان آسیاکاری نشان می‌دهد.

به طور کلی آلومینیوم تمایل به حلالیت بیشتری در مس دارد و بنابراین پس از ۵ ساعت آسیاکاری بیشتر آلومینیوم در زمینه مس حل می‌شود. در مورد نیکل با اینکه پس از ۵ ساعت آسیاکاری پیک‌های آن مشاهده نمی‌شوند نمی‌توان به

برای محاسبه اندازه کریستالیت و مقدار کرنش شبکه‌ای از رابطه ویلیامسون-هال^۳ استفاده شد [۳۶]:

معادله ۱.

$$\beta \cos \theta = (0.9\lambda/D) + \eta \sin \theta$$

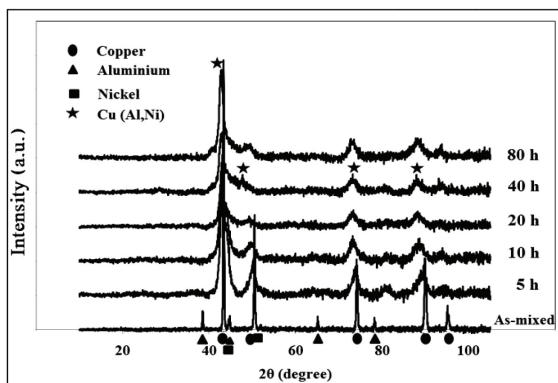
در این رابطه β پهنای پیک در نصف ارتفاع بیشینه (FWHM) با واحد رادیان، θ زاویه قرار گرفتن پیک، λ طول موج اشعه ایکس پراش شده، D قطر کریستالیت و η میکروکرنش شبکه‌ای است. برای تعیین میزان پهن شدن پیک مربوط به دستگاه (β_1)، از نمونه پودر نیکل آنیل شده استفاده گردید. پهنای پیک واقعی (β_0) نمونه‌ها نیز از روی الگوی پراش آن محاسبه شد. سپس β واقعی از رابطه زیر محاسبه شد:

معادله ۲.

$$\beta^2 = \beta_0^2 + \beta_1^2$$

سپس برای هر زمان آسیاکاری نمودار $\beta \cos \theta$ بر حسب $\sin \theta$ برای پیک‌های مختلف رسم شد. شیب و عرض از مبدأ خط بدست آمده به ترتیب نشان‌دهنده η و $0.9\lambda/D$ است. برای تهیه نمونه‌های بالک از آلیاژ مورد نظر، پودرهای آلیاژسازی شده با گلیسیرین مخلوط شده و در قالب مستطیلی با ابعاد ۳۱ میلی‌متر در ۱۲ میلی‌متر با فشار ۵۰۰ MPa پرس سرد شدند. پرس مورد استفاده یک پرس دستی هیدرولیک تک محوره ۶۳ تنی بود. بر اساس نتایج حاصل از پراش پرتو ایکس پودرها، پودرهای ۲۰ و ۴۰ ساعت آسیاکاری شده و پودرهای ۴۰ ساعت آسیاکاری شده حاوی بور برای ساخت نمونه انتخاب شد. پس از پرس سرد، نمونه‌ها به مدت ۴ ساعت در دمای 150°C درجه سانتی‌گراد درون آون قرار داده شد تا گلیسیرین به آرامی تبخیر شود. نمونه‌های خام فشرده شده در کوره تیوبی تحت اتمسفر آرگون در دمای 600°C درجه سانتی‌گراد به مدت ۱ ساعت و سپس در دمای 1000°C درجه سانتی‌گراد به مدت ۲ ساعت تفجوشی شده و تحت اتمسفر آرگون در کوره خنک شدند.

نمونه‌های تفجوشی شده، در دمای 950°C تحت نورد قرار گرفتند. برای این منظور ابتدا نمونه‌ها درون یک قالب مسی قرار گرفتند، سپس دو ورق مسی به ضخامت ۱ میلی‌متر در دو طرف این قالب با پین ثابت شدند. قبل از پین کردن دو ورق به قالب مسی، برای کاهش اصطکاک و جدایش راحت‌تر ورقه‌ها از سطح نمونه پس از نورد، سطوح بین ورقه‌ها و قالب به نیتريد بور آغشته شدند. پس از تهیه نمونه نهایی این قطعات درون کوره با دمای 950°C به مدت یک ربع قرار داده شده و سپس نورد شدند. تعداد پاس‌های نورد ۱۵ پاس بود. کاهش سطح مقطع در هر پاس تقریباً ۵٪ بود و بین هر دو پاس متوالی نمونه به مدت ۵ دقیقه در دمای 950°C آنیل



شکل ۱. الگوی پراش اشعه ایکس پودرهای آسیاکاری شده.

3. Williamson-Hall

انباشت کرنش در پودرها و آمورف شدن جزئی نمونه پودری در اثر افزایش بیش از حد کرنش شبکه‌ای است.

نکته‌ای که باید به آن توجه شود این است که در زمان‌های بالای آسیابکاری ممکن است مقداری عنصر آهن از طریق سایش گلوله‌ها و بدنه وارد پودر شود اما به نظر می‌رسد که مقدار آن بسیار کم است زیرا عنصر آهن توسط پرتو ایکس تشخیص داده نمی‌شود. تجربیات قبلی نویسندگان مقاله و همچنین سایر محققین نیز ناچیز بودن این آلودگی تا زمان ۴۰ ساعت را تأیید می‌کند [۳۶]. بنابراین از تأثیر عنصر آهن افزوده شده در اثر سایش گلوله‌ها بر نتایج چشم‌پوشی شد.

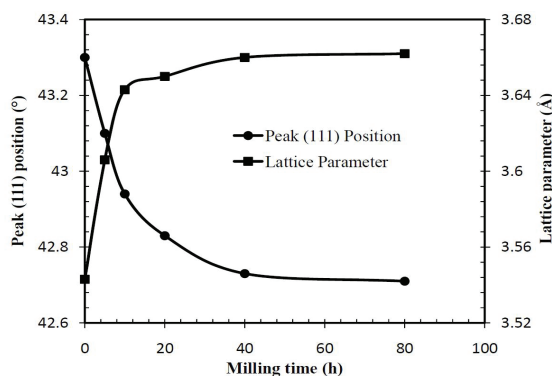
اثر آسیابکاری بر اندازه کریستالیت‌ها و کرنش شبکه‌ای

مطابق شکل ۳ با افزایش زمان آسیابکاری اندازه کریستالیت‌ها کاهش و میکروکرنش شبکه افزایش می‌یابد. در ابتدای فرایند آسیابکاری این تغییرات، شدیدتر بوده و به تدریج روند این تغییرات آهسته‌تر می‌شود و پس از ۲۰ ساعت آسیابکاری هر دو متغیر تقریباً ثابت می‌شوند. قبل از ۲۰ ساعت آسیابکاری به دلیل افزایش عیوب کریستالی از جمله نابجایی‌ها با افزایش زمان آسیابکاری اندازه کریستالیت‌ها کوچک ترمی‌شود اما بعد از ۲۰ ساعت توانایی ایجاد نابجایی‌های جدید در نمونه وجود نداشته و بنابراین میکروکرنش بیشتر ایجاد نمی‌شود و میزان آن ثابت می‌ماند.

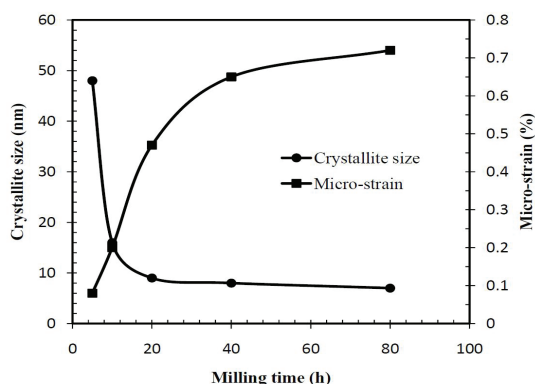
با توجه به شکل‌های ۲ و ۳، با افزایش زمان آسیابکاری از ۴۰ ساعت به ۸۰ ساعت، تغییر زیادی در اندازه کریستالیت‌ها و پارامتر شبکه ایجاد نمی‌شود. پس می‌توان گفت در ۴۰ ساعت آسیابکاری، آلیاژسازی کامل شده است. بنابراین در ادامه به بررسی پودرهای ۲۰ و ۴۰ ساعت آسیابکاری شده و ۴۰ ساعت آسیابکاری شده حاوی مقادیر مختلف بور پرداخته می‌شود.

اثر آسیابکاری بر اندازه و شکل ذرات

تصاویر مربوط به میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های پودری آسیابکاری شده در زمان‌های مختلف در شکل ۴ آمده است. در ۵ ساعت اولیه آسیابکاری، مسطح شدن و جوش سرد ذرات پودر نسبت به شکست غالب است. این امر موجب تشکیل آگلومره‌های بزرگ از ذرات ورقه‌ای جوش خورده به یکدیگر می‌شود. به علت جوش خوردن ذرات ریز و شکسته شدن ذرات درشت، در این مرحله درصد ذرات ریز و درشت، هر دو افزایش می‌یابد. به علت پیش افتادن پدیده جوش سرد نسبت به شکسته شدن ذرات درشت، کامپوزیت‌های لایه‌ای به شکل ذرات درشت تشکیل می‌شود [۳۷]. پس از ۱۰ ساعت آسیابکاری، ازدیاد ذرات هم محور در اثر شکسته شدن ذرات صفحه‌ای مشاهده می‌شود. در این مرحله حل شدن عناصر آلیاژی در پودر فلز زمینه به دلیل انباشته شدن تنش‌های



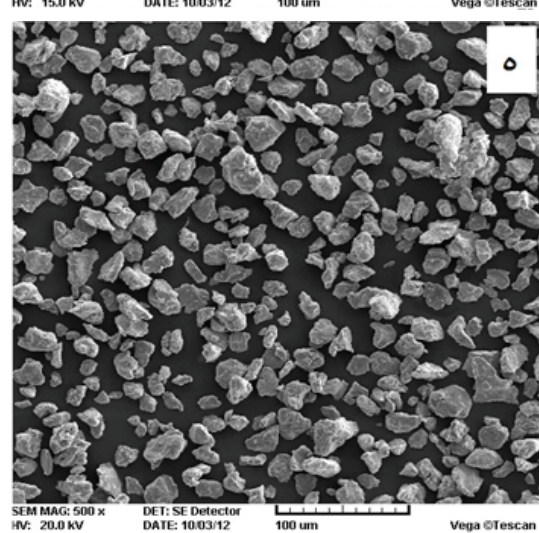
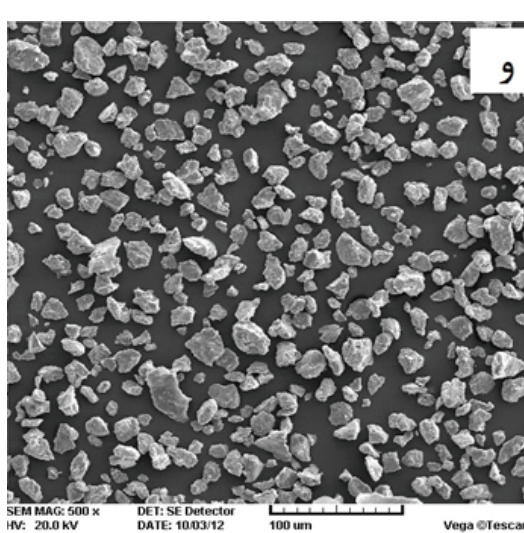
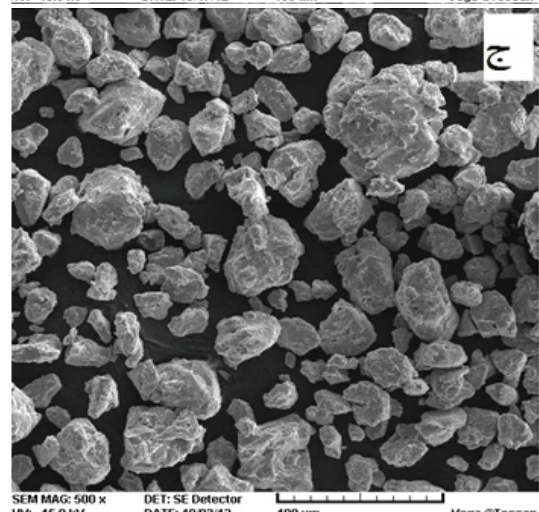
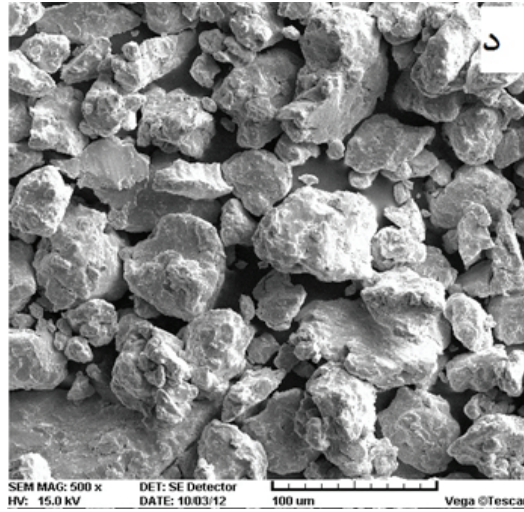
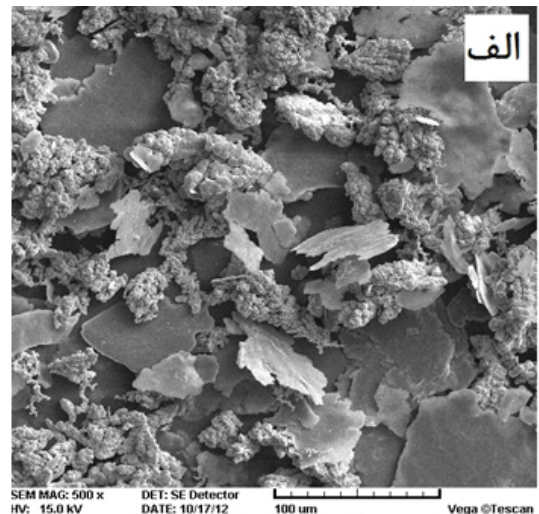
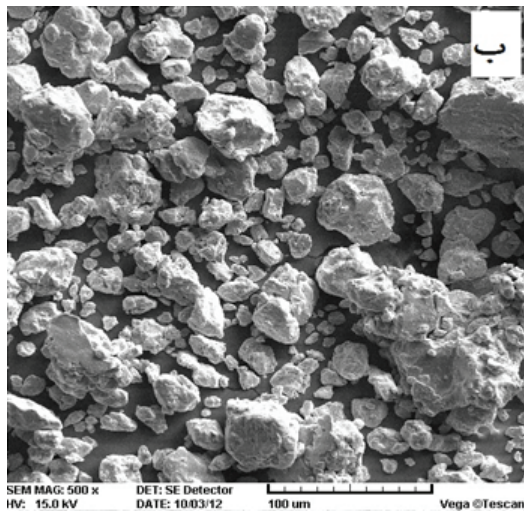
شکل ۲. موقعیت پیک اصلی و پارامتر شبکه مس بر حسب زمان آسیابکاری.



شکل ۳. تغییرات اندازه کریستالیت و کرنش شبکه‌ای بر حسب زمان آسیابکاری.

طور قطع بیان کرد که در مس حل شده است زیرا حلالیت نیکل در مس به علت پایین بودن ضریب نفوذ نیکل در اغلب مواد از جمله مس بسیار کم است. دلیل این موضوع نقطه ذوب بالا و شبکه فلزی قوی در بین اتم‌های نیکل است. بنابراین ناپدید شدن پیک‌های نیکل حتی پس از ۵ ساعت احتمالاً می‌تواند به علت انباشت تنش در آن باشد. همچنین به دلیل پهن شدگی پیک‌ها، پیک‌های نیکل و مس با یکدیگر همپوشانی کرده و در نتیجه نمی‌توان پیک‌های کوچک نیکل را از پیک‌های مس تفکیک نمود. پس از آسیابکاری به مدت ۲۰ ساعت، پیک‌های عناصر خالص کاملاً ناپدید شده و تغییر زاویه پیک‌های مس قابل توجه است. پس از ۴۰ ساعت تنها پیک‌های یک فاز مشاهده می‌شود. براساس گزارش‌های موجود ساختار این فاز FCC است [۲]. در این تحقیق، مطابق شکل ۲ ثابت شبکه پس از ۸۰ ساعت آسیابکاری حدود ۳/۶۶۴۸ آنگستروم محاسبه شد که این مقدار بسیار نزدیک به ثابت شبکه مس (۳/۶۱۵۰ آنگستروم) است. در واقع این فاز، محلول جامد α (Cu-Al-Ni) است.

بنابراین می‌توان اظهار داشت که پس از ۴۰ ساعت آسیابکاری، آلیاژسازی کامل شده است. با ادامه روند آسیابکاری به ۸۰ ساعت پهن شدگی پیک‌ها بیشتر شده که نشان دهنده



شکل ۴. تصاویر میکروسکوپ الکترونی پودرهای آسیاکاری شده در زمان‌های مختلف (الف) مخلوط قبل از آسیاکاری، (ب) ۵ ساعت آسیاکاری شده، (ج) ۱۰ ساعت آسیاکاری شده، (د) ۲۰ ساعت آسیاکاری شده، (ه) ۴۰ ساعت آسیاکاری شده، (و) ۸۰ ساعت آسیاکاری شده.

گذار معروف است در واقع شروع آلیاژسازی مکانیکی است. پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری با از میان رفتن جهات مرجع، جوش خوردن ذرات در جهات اتفاقی رخ داده و همچنین

ناشی از ضربات گلوله و افزایش موضعی درجه حرارت تسهیل می شود. در پایان این مرحله توزیع یکنواخت‌تری از اندازه ذرات قابل مشاهده است. این مرحله از آسیاکاری به مرحله

جدول ۲. چگالی نمونه‌های تولید شده از پودر پس از مراحل پرس- سینتر و متعاقب آن نورد - عملیات حرارتی

نام نمونه	پرس - سینتر (gr/cm^3)	نورد - عملیات حرارتی (gr/cm^3)
۲۰ ساعت آسیاکاری شده	۵/۸	۵/۹
۴۰ ساعت آسیاکاری شده	۵/۵	۶/۱
۴۰ ساعت آسیاکاری شده حاوی ۰/۱٪ بور	۵/۶	۵/۹
۴۰ ساعت آسیاکاری شده حاوی ۰/۲٪ بور	۵/۷	۶/۱
۴۰ ساعت آسیاکاری شده حاوی ۰/۵٪ بور	۵/۷	۶/۲

آسیاکاری، فرایند در مرحله تغییر شکل و جوش سرد ذرات بوده و پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری، فرایند وارد مرحله شکست ذرات کارسخت شده و کاهش اندازه ذرات شده است که نشان گر موفق بودن فرایند آسیاکاری است.

چگالی نهایی و تخلخل نمونه‌ها

چگالی نمونه‌های ساخته شده از پودرهای ۲۰ و ۴۰ آسیاکاری شده و همچنین پودرهای ۴۰ ساعت آسیاکاری شده حاوی بور پس از مراحل پرس- سینتر و متعاقب آن نورد-عملیات حرارتی در جدول ۲ آورده شده است.

همان‌طور که مشاهده می‌شود با افزایش زمان آسیاکاری از ۲۰ ساعت به ۴۰ ساعت چگالی نمونه‌های فاقد بور پس از مرحله پرس- سینتر از $5/8 gr/cm^3$ به $5/5 gr/cm^3$ کاهش می‌یابد. علت کاهش چگالی وقوع مرحله کارسختی بر اثر اعمال کرنش توسط گلوله‌ها و بدنه فولادی در پودرها است که باعث دشوارتر شدن تغییر شکل پلاستیک ذرات پودر در حین فشرده شدن می‌شود. این امر منجر به بروز اختلال در فرایند فشرده شدن گشته و در نتیجه چگالی کاهش و تخلخل در نمونه‌ها افزایش می‌یابد. پس از نورد و عملیات حرارتی نمونه‌ها، چگالی نمونه‌ها افزایش و تخلخل نمونه‌ها کاهش می‌یابد، البته این افزایش چگالی در مورد نمونه ۴۰ ساعت آسیاکاری شده بیشتر بوده است. از جدول ۲ مشاهده می‌شود که چگالی نمونه‌های تولید شده از پودرهای ۲۰ و ۴۰ ساعت آسیاکاری شده پس از نورد و عملیات حرارتی به ترتیب $5/9 gr/cm^3$ و $6/1 gr/cm^3$ است. این افزایش چگالی احتمالا به دلیل ریزتر بودن ذرات پودرهای ۴۰ ساعت آسیاکاری شده نسبت به ذرات پودر ۲۰ ساعت آسیاکاری است. با توجه به اینکه نورد در دمای $950^\circ C$ انجام می‌شود عامل کارسختی که دلیل چگالی کمتر نمونه ۴۰ ساعت آسیاکاری شده در مرحله پرس-سینتر بود، در مرحله نورد-عملیات حرارتی حذف می‌شود.

تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه‌های تولید شده از پودرهای ۲۰ و ۴۰ ساعت آسیاکاری شده پس از پرس- سینتر و متعاقب آن نورد-عملیات حرارتی در شکل ۵ آورده شده است.

با ادامه فرایند اعمال کرنش، کارسختی هم رخ می‌دهد. مورفولوژی پودرها از حالت صفحه‌ای به سمت هم‌محور شدن پیش می‌رود و بیشتر ذرات پودر در اثر چسبیدن به یکدیگر به صورت آگلومره درشت هستند. اندازه ذرات پودر از حالت قبلی (۱۰ ساعت) بزرگ‌تر است این امر در توافق با گزارش‌های سایرین می‌باشد [۳۶ و ۳۷].

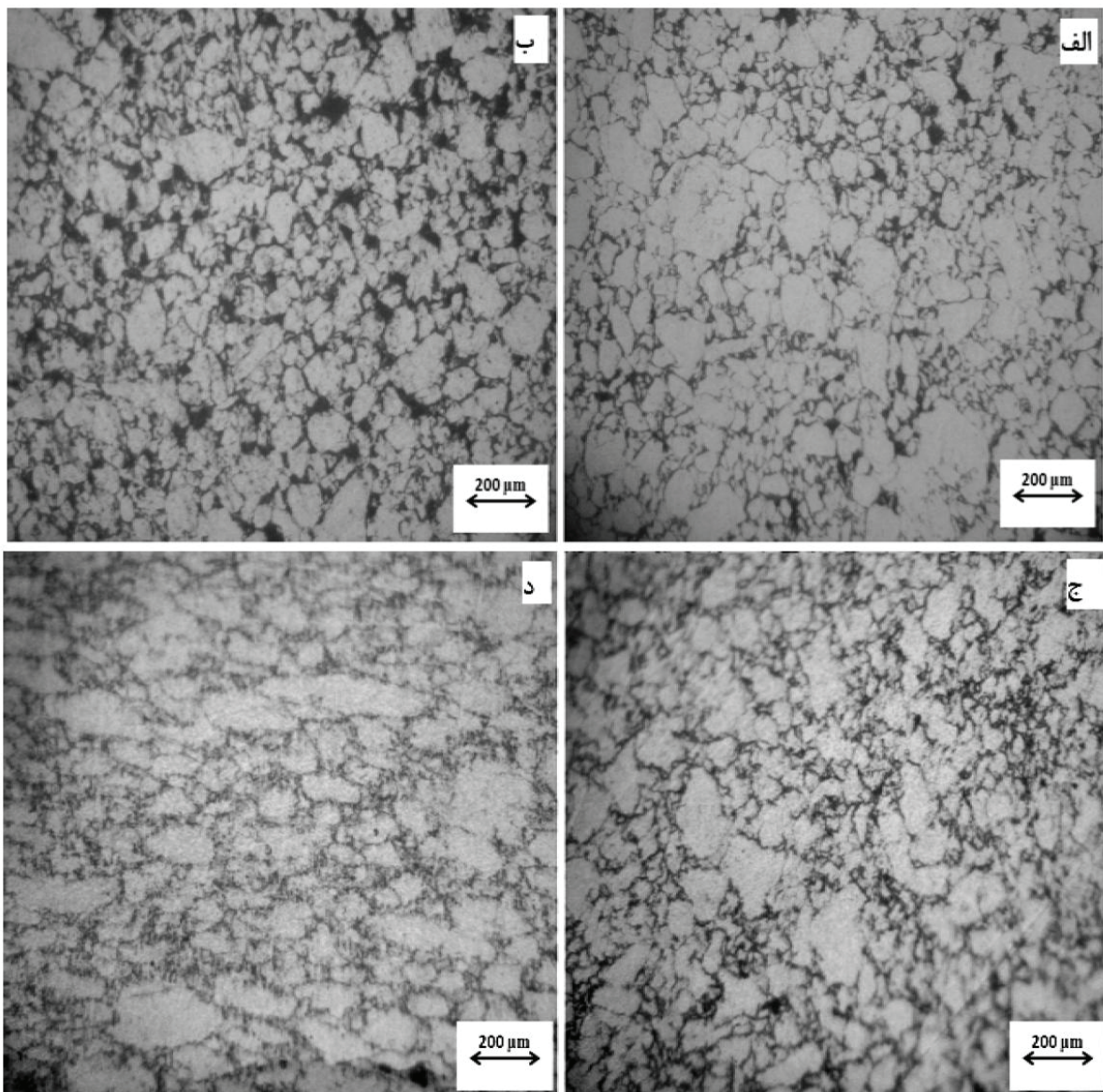
با غالب شدن شکست ذرات در اثر افزایش سختی به علت کارسختی، ذرات از نظر اندازه همگن شده و به پایداری نسبی می‌رسند. بنابراین پس از ۴۰ ساعت آسیاکاری، ذرات ریزتر شده و ذرات درشت متلاشی می‌شوند. در این مرحله ذرات شکسته شده و ظریف مشاهده می‌گردند. پس در دوره ۲۰ تا ۴۰ ساعت آسیاکاری تغییر فرم پلاستیک شدید که باعث ریز شدن و شکسته شدن ذرات پودر می‌شود، غالب است. بنابراین پس از ۴۰ ساعت آسیاکاری توزیع یکنواختی از ذرات ریز مشاهده می‌شود. در زمان ۴۰ ساعت آسیاکاری بیشترین یکنواختی در اندازه ذرات حاصل می‌شود.

به نظر می‌رسد مکانیزم جوش خوردن و شکسته شدن ذرات به این صورت باشد که ذرات پودر در اثر اعمال کار سرد شدید به تدریج ترد شده و در نهایت می‌شکنند و در اثر شکست ذرات پودر سطوح تمیز و فعالی ایجاد می‌شوند که اگر با سطوح فعال دیگر برخورد کنند برای کاهش انرژی سطحی، در اثر اعمال ضربه‌های مداوم به هم جوش خواهند خورد [۳۷ و ۳۶]. تفاوت زیادی از نظر مورفولوژی و اندازه ذرات بین ۴۰ و ۸۰ ساعت آسیاکاری مشاهده نمی‌شود.

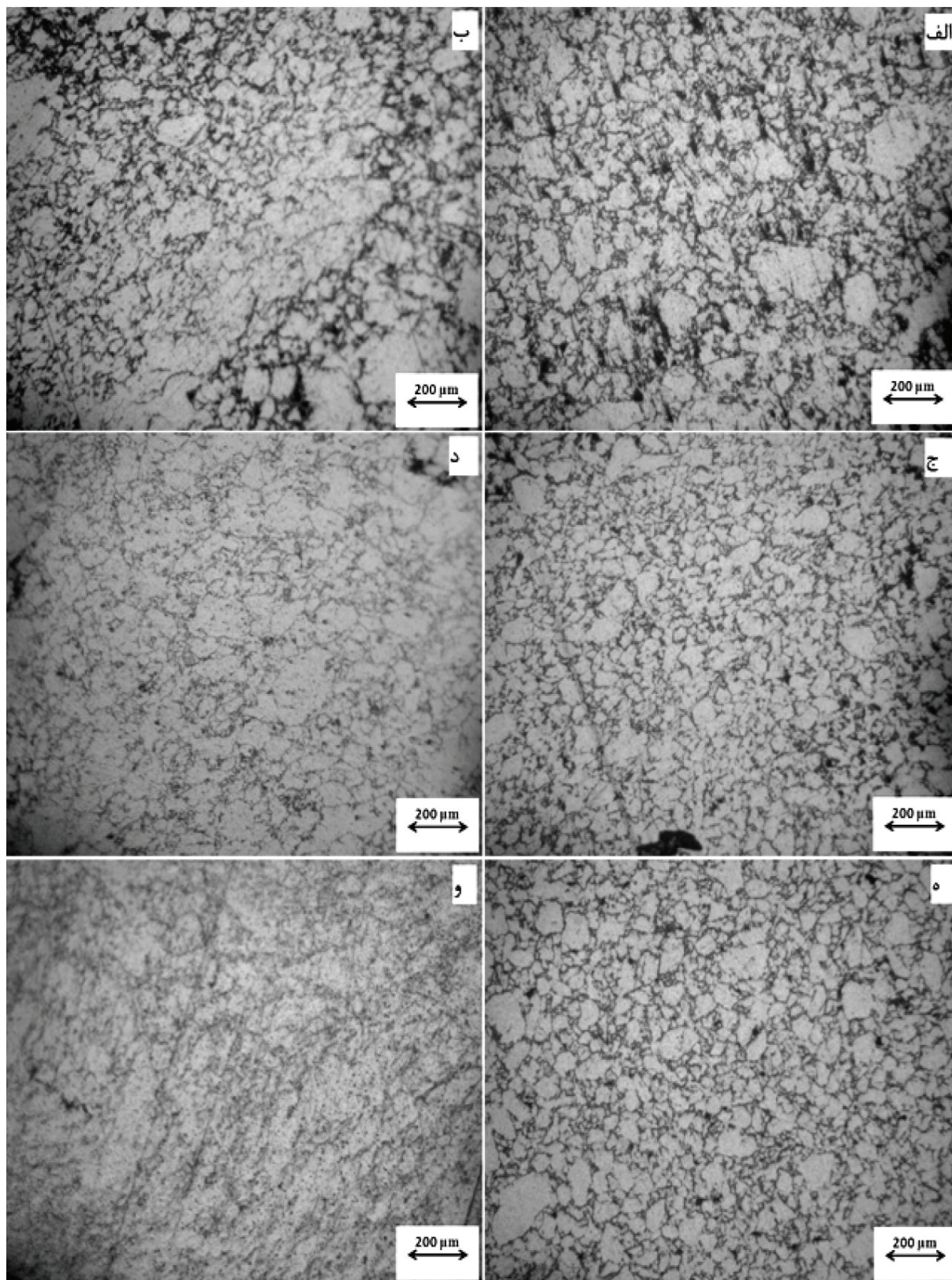
با اندازه‌گیری‌هایی که توسط نرم‌افزار Clemex از تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودرهای ۲۰ و ۴۰ ساعت آسیاکاری و پودرهای ۴۰ ساعت آسیاکاری حاوی بور انجام شد، متوسط اندازه ذرات برای نمونه‌های ۲۰ و ۴۰ ساعت آسیاکاری شده و ۴۰ ساعت آسیاکاری شده حاوی ۰/۱، ۰/۲ و ۰/۵٪ بور به ترتیب ۵۰، ۴۸، ۴۱، ۳۸ و ۳۰ میکرون تعیین شد. به طور کلی پودر بور یک پودر انعطاف‌پذیر و نرم بوده و هنگام آلیاژسازی به بقیه ذرات پودر چسبیده و احتمالاً در نقش عامل کنترل‌کننده فرایند عمل می‌کند و همان‌طور که در نتایج فوق مشاهده می‌شود باعث ریز شدن ذرات می‌گردد. بنابر این می‌توان نتیجه گرفت که تا پیش از ۲۰ ساعت

شکل ۶ تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه‌های تولید شده از پودرهای حاوی مقادیر مختلف بور و ۴۰ ساعت آسیاکاری شده را نشان می‌دهد. با مقایسه تصاویر در شکل های ۵ و ۶ مشاهده می‌شود که در نمونه‌های حاوی بور به ویژه نمونه حاوی ۲٪ و ۵٪ بور، مشابه نمونه ۴۰ ساعت آسیاکاری شده، پس از مرحله نورد- عملیات حرارتی توزیع تخلخل یکنواخت‌تر است. همچنین نمونه های حاوی بور نسبت به نمونه های عاری از بور، ذرات کوچک‌تری دارند که منجر به توزیع یکنواخت‌تر تخلخل پس از نورد و عملیات حرارتی شده است. همانطور که ذکر شد احتمالاً پودر بور هنگام آسیاکاری مکانیکی نقش عامل کنترل‌کننده فرایند را ایفا نموده و موجب ریز شدن ذرات می‌شود. در نتیجه سطح تماس آزاد

این تصاویر تطابق خوبی با توضیحات فوق دارند. مشاهده می‌شود که در نمونه ۴۰ ساعت آسیاکاری شده (شکل ۵) پس از نورد و عملیات حرارتی میزان تخلخل به حداقل خود می‌رسد. با توجه به اینکه تخلخل نقش مهمی در خواص میرایی و حافظه‌داری و همچنین خواص مکانیکی آلیاژ دارد، لذا باید میزان تخلخل و توزیع مناسبی از آن در قطعه وجود داشته باشد. با توجه به اینکه چگالی تئوریک آلیاژ مورد نظر gr/cm^3 ۷/۳ است، مقدار تخلخل در نمونه‌های نهایی فاقد بور تولید شده از پودرهای ۲۰ و ۴۰ ساعت پس از مرحله نورد-عملیات حرارتی به ترتیب ۲۲/۲٪ و ۱۶/۷٪ است. بنابراین، به نظر می‌رسد نمونه‌ی تولید شده از پودرهای ۴۰ ساعت آسیاکاری شده برای استفاده‌های میرایی انرژی مناسب‌تر باشند.



شکل ۵. تصاویر میکروسکوپ نوری ریزساختار نمونه‌های تولید شده از پودرهای الف) ۲۰ ساعت آسیاکاری شده پس از پرس- سینتر، ب) ۴۰ ساعت آسیاکاری شده پس از پرس- سینتر، ج) ۲۰ ساعت آسیاکاری شده پس از نورد-عملیات حرارتی و د) ۴۰ ساعت آسیاکاری شده پس از نورد-عملیات حرارتی.



شکل ۶. تصاویر میکروسکوپ نوری ریزساختار نمونه‌های تولید شده از پودرهای الف) حاوی ۰/۱٪ وزنی بور پس از پرس-سینتر، ب) حاوی ۰/۱٪ وزنی بور پس از پرس-سینتر، ج) حاوی ۰/۲٪ وزنی بور پس از پرس-سینتر، د) حاوی ۰/۲٪ وزنی بور پس از پرس-سینتر، ه) حاوی ۰/۵٪ وزنی بور پس از پرس-سینتر، و) حاوی ۰/۵٪ وزنی بور پس از پرس-سینتر و ز) حاوی ۰/۵٪ وزنی بور پس از پرس-سینتر.

References

- [1] D. C. Lagoudas, *Shape Memory Alloys: Modeling and Engineering Applications*, Springer, USA, 2007, pp. 1-117.
- [2] S. K. Vajpai, R. K. Dube, M. Sharma, "Studies on the mechanism of the structural evolution in Cu-Al-Ni elemental powder mixture during high energy ball milling", *Journal of Materials Science*, 2009, Vol. 44, pp. 4334-4341.
- [3] S. Pourkhorshidi, N. Parvin, M. S. Kenevisi, M. Naeimi, H. Ebrahimnia Khaniki, "A study on the microstructure and properties of Cu-based shape memory alloy produced by hot extrusion of mechanically alloyed powders", *Materials Science and Engineering A*, 2012, Vol. 556, pp. 658-663.
- [4] M. Sharma, S. K. Vajpai, R. K. Dube, "Processing and characterization of Cu-Al-Ni shape memory alloy strips prepared from elemental powders via a novel powder metallurgy route", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2010, Vol. 41, pp. 2905-2913.
- [5] *ASM metals handbook*, Vol. 15, 10th ed., ASM international, USA, 1992, PP. 171-265.
- [6] V. Sampath, "Studies on the effect of grain refinement and thermal processing on shape memory characteristics of Cu-Al-Ni alloys", *Smart Materials Structure*, 2005, Vol. 14, pp. 253-260.
- [7] Z. Xiao, Z. Li, M. Fang, M. Luo, S. Gong, N. Tang, "Structure evolution of Cu-based shape memory powder during mechanical alloying", *Transactions of Nonferrous Metals Society China*, 2007, Vol. 17, pp. 1422-1427.
- [8] M. Izadina, K. Dehghani, "Structure and properties of nano-structured Cu-13.2Al-5.1Ni shape memory alloy produced by melt spinning", *Transactions of Nonferrous Metals Society China*, 2011, Vol. 21, pp. 2037-2043.
- [9] K. Y. Wang, T. D. Shen, "Structural evolutions of NiTi systems caused by mechanical alloying in different atmospheres", *Materials Science and Engineering A*, 1994, Vol. 179-180, pp. 215-219.
- [10] Darel E. Hodgson, Ming H. Wu, Robert J. Biermann, *Shape Memory Application Inc., Memory Technologies, Harrison Alloys*, 1999.
- [11] T. Minemura, H. Andoh, I. Ikuta, "Reversible colour change in Cu-Al-Ni alloy ribbon associated with phase transformation", *Journal of Materials science*, 1987, Vol. 22, pp. 932-936.
- [12] D. E. Hodgson, M. H. Wu, R. J. Biermann, *Shape Memory Alloy, ASM Handbook, 10th ed., Metals Park, Ohio*, 1990, Vol. 2, pp. 897-902.
- [13] V. Novak, P. Sittner, D. Vokoum, N. Zarubova, "On the anisotropy of martensitic transformations in Cu-based alloys", *Materials Science and Engineering A*, 1999, Vol. 273-275, pp. 280-285.
- [14] H. H. Kuo, W. H. Wang, Y. F. Hsu, "Microstructural characterization of precipitates in Cu-10Al-0.8Be shape memory alloy", *Materials Science and Engineering A*, 2006, Vol. 430, pp. 292-300.
- [15] C. Picornel, R. Rapacioli, J. Pons, E. Cesari, "Two way shape memory effect in Cu-Al-Ni single crystal", *Materials Science and Engineering A*, 1999, Vol. 273-275, pp.605-609.
- [16] S. Montecinos, A. Cuneberti, A. Sepulveda, "Grain size and pseudoelastic behaviour of a Cu-Al-Be alloy", *Materials Characterization*, 2008, Vol. 59, pp. 117-123.
- [17] J. Font, E. Cesari, J. Muntasell, J. Pons, "Thermomechanical

بین ذرات افزایش یافته و این امر موجب یکنواختی بیشتر تخلخل ها پس از نورد و عملیات حرارتی می گردد. بعلاوه این موضوع در نمونه حاوی ۰/۵٪ بور باعث کاهش مقدار تخلخل نیز گردیده است. تخلخل نمونه‌های حاوی ۰/۱، ۰/۲ و ۰/۵٪ بور پس از مرحله نورد-عملیات حرارتی به ترتیب ۱۸/۶٪، ۱۷/۸٪ و ۱۵/۸٪ محاسبه شد.

۴. نتیجه گیری

با توجه به نتایج آزمایش‌های انجام شده در این تحقیق، نتایج زیر بدست آمد:

۱. تولید آلیاژ Cu-12Al-4Ni به روش آلیاژسازی مکانیکی در یک آسیای سیاره‌ای با نسبت وزنی گلوله به پودر ۲۰:۱ و سرعت ۲۵۰ rpm در زمان‌های بالای ۲۰ ساعت با موفقیت انجام شد.
۲. انجام آسیاکاری باعث افزایش ثابت شبکه مس به دلیل کرنش اعمالی و تشکیل فاز محلول جامد α در مراحل اولیه می‌شود.
۳. با افزایش زمان آسیاکاری از ۴۰ ساعت به ۸۰ ساعت، تغییر زیادی در اندازه کریستالیت و پارامتر شبکه ایجاد نمی‌شود و فقط باعث آمورف شدن جزئی و انباشت تنش می‌شود. بنابراین می‌توان گفت در ۴۰ ساعت آسیاکاری، آلیاژسازی کامل می‌شود.
۴. در مراحل اولیه آسیاکاری، اندازه ذرات به دلیل تغییر شکل افزایش می‌یابد ولی در ادامه به دلیل کارسختی و شکست متوسط اندازه ذرات کوچک‌تر می‌شود. متوسط اندازه ذرات پس از ۴۰ ساعت آسیاکاری ۴۳ میکرون بدست آمد. با این وجود، بسیاری از ذرات به هم آگلومره شده و آگلومره‌های بزرگ‌تری را تشکیل دادند.
۵. افزودن بور به مخلوط پودر آلیاژی باعث ریز شدن ذرات پس از آسیاکاری می‌شود.
۶. افزودن بور به مخلوط پودری موجب توزیع یکنواخت‌تر تخلخل ها پس از مرحله نورد-عملیات حرارتی گردید.
۷. مقدار تخلخل نمونه تولید شده از پودر ۴۰ ساعت آسیاکاری شده پس از مرحله نورد-عملیات حرارتی ۱۶/۷٪ و تخلخل نمونه‌های تولید شده از پودر ۴۰ ساعت آسیاکاری شده و حاوی ۰/۱، ۰/۲ و ۰/۵٪ بور پس از مرحله نورد-عملیات حرارتی به ترتیب ۱۸/۶٪، ۱۷/۸٪ و ۱۵/۸٪ اندازه‌گیری شد.

- cycling in Cu-Al-Ni based melt-spun shape memory ribbons", *Materials Science and Engineering A*, 2003, Vol. 354, pp. 207-211.
- [18] C.Y. Chung, C.W.H. Lam, "Cu-based shape memory alloys with enhanced thermal stability and mechanical properties", *Materials Science and Engineering A*, 1999, Vol. 273-275, pp. 622-624.
- [19] S.K. Vajpai, R.K. Dube, P. Chatterjee, S. Sangal, "A novel powder metallurgy approach to prepare fine-grained Cu-Al-Ni shape memory alloy strips from elemental", *Metallurgical and Materials Transaction A*, 2012, Vol. 43, pp. 2484-2499.
- [20] S. M. Tang, C. Y. Chung, W. G. Liu, "Preparation of Cu-Al-Ni based shape memory alloys by mechanical alloying and powder metallurgy method", *Journal of Minerals Processing Technology*, 1997, Vol. 63, pp. 307-312.
- [21] S.K. Vajpai, R.K. Dube, S. Sangal, "Microstructure and properties of Cu-Al-Ni shape memory alloy strips prepared via hot densification rolling of argon atomized powder preforms", *Materials Science and Engineering A*, 2011, Vol. 529, pp. 378-387.
- [22] A. Ibarra, P.P. Rodríguez, V. Recarte, J.I. Pérez-Landazábal, M.L. No, J. San Juan, "Internal friction behaviour during martensitic transformation in shape memory alloys processed by powder metallurgy", *Materials Science and Engineering A*, 2004, Vol. 370, pp. 492-496.
- [23] M. Silvaa, S. Lima, "Evaluation of mechanical alloying to obtain Cu-Al-Nb shape memory alloy", *Materials Research*, 2005, Vol. 8, No. 2, pp. 169-172.
- [24] Z. Li, Z.Y. Pan, N. Tang, Y.B. Jiang, N. Liu, M. Fang, F. Zheng, "Cu-Al-Ni-Mn shape memory alloy processed by mechanical alloying and powder metallurgy", *Materials Science and Engineering A*, 2006, Vol. 417, pp. 225-229.
- [25] Z. Xiao, Z. Li, M. Fang, S. Xiong, X. Sheng, M. Zhou, "Effect of processing of mechanical alloying and powder metallurgy on microstructure and properties of Cu-Al-Ni-Mn alloy", *Materials Science and Engineering A*, 2008, Vol. 488, pp. 266-272.
- [26] R. Amini, S.M.M. Mousavizad, H. Abdollahpour, M. Ghaffari, M. Alizadeh, A. K. Okyay, "Structural and microstructural phase evolution during mechano-synthesis of nanocrystalline/amorphous CuAlMn alloy powders", *Advanced Powder Technology*, 2013, Vol. 579, pp. 1-6.
- [27] A. Ibarra, J. San Juan, E.H. Bocanegra, M.L. No, "Thermo-mechanical characterization of Cu-Al-Ni shape memory alloys elaborated by powder metallurgy", *Materials Science and Engineering A*, 2006, Vol. 438-440, pp. 782-786.
- [28] U. Sari, "Influences of 2.5 wt% Mn addition on the microstructure and mechanical properties of Cu-Al-Ni shape memory alloys", *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, 2010, Vol. 17, pp. 192-198.
- [29] K. Enami, N. Takimoto, S. Nenno, "Effect of the vanadium addition on the grain size and mechanical properties of the Copper-Aluminium-Zinc shape memory alloys", *Journal de Physique*, 1982, Vol. 4, pp. 773-778.
- [30] J.S. Lee, C.M. Wayman, "Grain refinement of a Cu-Al-Ni shape memory alloy by Ti and Zr addition", *Transactions of Japan Institute of Metals*, 1986, Vol. 27, No. 8, pp. 584-591.
- [31] M. A. Morris, "High temperature properties of ductile Cu-Al-Ni shape memory alloys with boron additions", *Acta Metallurgica et Materialia*, 1992, Vol. 40, No. 7, pp. 1573-1586.
- [32] Y. S. Han, Y. G. Kim, "The effects of boron and aging on mechanical properties and martensitic temperatures in Cu-Zn-Al shape memory", *Scripta Metallurgica*, 1987, Vol. 21, pp. 947-952.
- [33] S.M. Tuomine, R.J. Biermann, "Shape memory wires", *Journal of Metals*, 1988, pp. 32-35.
- [34] W. S. Yang, D. E. Mikkola, "Ductilization of Ti-Ni-Pd shape memory alloys with boron additions", *Scripta Metallurgica et Materialia*, 1993, Vol. 28, pp. 161-165.
- [35] Y. Suzuki, Y. Xu, S. Morito, K. Otsuka, K. Mitose, "Effects of boron addition on microstructure and mechanical properties of Ti-Td-Ni high temperature shape memory alloys", *Materials Letters*, 1998, Vol. 36, pp. 85-94.
- [۳۶] عطائی، س. شیپانی، غ. خیاطی، س. اسدی کوهنجانی، آلیاژسازی و فعال‌سازی مکانیکی فناوری تهیه نانومواد، سازمان انتشارات جهاد دانشگاهی شعبه واحد تهران، ۱۳۸۵، ۱۴۰-۱۴۹.
- [37] L. Lu, M. O. Lai, *Mechanical alloying*, Kluwer Academic Publication, Boston, 1998, pp. 15-49.