

بررسی آزمایشگاهی تاثیر دما و میزان نانوذرات بر خواص نمونه‌های نانوکامپوزیتی Al6061-SiC تولید شده به روش تراکم دینامیکی گرم

غلامحسین مجذوبی*، حامد بختیاری و امیر عطریان

دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه بوعلی سینا، بخش مهندسی مکانیک، همدان

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۳/۰۲/۱۸، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۳/۰۴/۰۲، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۳/۰۵/۰۱

چکیده

تراکم دینامیکی گرم، یکی از روش‌های متالورژی پودر جهت متراکم‌سازی کامپوزیت‌ها و موادی با کارسختی بالا است. در این مقاله با استفاده از روش تراکم دینامیکی گرم، تاثیر دمای تراکم و درصد حجمی نانوذرات تقویت کننده بر خواص نمونه‌های خام نانوکامپوزیتی Al6061-SiC مورد بررسی قرار گرفته است. بدین منظور، نمونه‌های یکپارچه و نانوکامپوزیتی با مقادیر مختلفی از نانوذرات SiC تحت شرایط دمایی مختلف به صورت دینامیکی متراکم شدند. نمونه‌های متراکم شده به صورت استوانه‌هایی با قطر تقریبی ۱۵ میلی‌متر و ارتفاع ۱۰ میلی‌متر از داخل قالب خارج شدند و سپس خواص نظیر چگالی، نیروی بیرون اندازی، میزان بازگشت فنری، میکروسختی و توزیع میکروسختی داخل نمونه‌ها اندازه‌گیری شد. در انتها با انجام برازش غیرخطی و ایجاد سطح پاسخ برای هر یک از خواص، تاثیر دمای تراکم، میزان نانوذرات و اثر متقابل آن دو مورد ارزیابی قرار گرفت. نتایج نشان می‌دهند که افزایش دمای تراکم بیشترین تاثیر را بر تمام خواص یاد شده دارد و علیرغم کاهش میزان سختی، می‌تواند اثر نامطلوب نانوذرات در کاهش چگالی، افزایش نیروی بیرون اندازی و افزایش ناهمگنی داخل ماده را خنثی سازد.

واژه‌های کلیدی: تراکم دینامیکی گرم، نانوکامپوزیت پایه آلومینیوم، خواص مکانیکی، مطالعه پارامتری، روش سطح پاسخ.

۱- مقدمه

محدودیت در افزودن فاز تقویت کننده همواره با مشکلاتی روبرو بوده است. به همین دلیل بسیاری از محققین از روش‌های حالت جامد مانند متالورژی پودر جهت تولید این مواد استفاده کرده‌اند [۴]. بدلیل ماهیت سخت نانوذرات سرامیکی، معمولاً افزودن این ذرات به زمینه، قابلیت تراکم‌پذیری پودر را کاهش داده و علاوه بر آن ایجاد پیوند مناسب بین ذرات را دچار مشکل می‌سازد [۵]. همین امر موجب می‌گردد که چگالی و خواص نهایی کامپوزیت کاهش یابد. بنابراین انتخاب روش مناسب جهت

در طول دهه‌های اخیر مواد نانوکامپوزیتی کاربردهای مختلفی در صنایع الکترونیکی [۱]، بسته‌بندی، صنایع هوایی و دفاعی [۲] پیدا کرده‌اند. با این حال تولید این مواد همواره با چالش‌هایی روبرو بوده است [۳]. استفاده از روش‌های حالت مایع مانند ریخته‌گری مذابی برای تولید مواد کامپوزیتی فلز-سرامیک بدلیل قابلیت ترشوندگی پایین فاز سرامیک و امکان جدایش آن و همچنین

*عهده‌دار مکاتبات: غلامحسین مجذوبی

نشانی: همدان، دانشگاه بوعلی سینا، دانشکده مهندسی مکانیک، بخش مهندسی مکانیک

تلفن: ۰۸۱۳-۸۲۹۲۶۵۰۵، دورنگار: ۰۸۱۳-۸۲۹۲۶۳۱، پست الکترونیکی: gh_majzoobi@basu.ac.ir

سپس استفاده از روش انفجاری و ایجاد فشار شوکی معادل $3/14$ GPa توانستند آن را به چگالی $96/7\%$ برسانند. خان و همکاران [۱۷]، با استفاده از روش تراکم دینامیکی و ایجاد فشاری معادل $1/615$ GPa توانستند پودر آلیاژی Ti-10Mo را تا چگالی خام $90/86\%$ برسانند. آنها همچنین نتیجه‌گیری کردند که با افزایش نسبت ارتفاع به قطر نمونه، چگالی نهایی و خواص مکانیکی آن کاهش می‌یابد. اعمال حرارت در حین تراکم دینامیکی می‌تواند به عنوان راه حلی جهت بهبود چگالی و افزایش خواص مکانیکی مورد توجه قرار گیرد. در این روش که تراکم دینامیکی گرم نامیده می‌شود، افزایش دما موجب کاهش تنش تسلیم ذرات فلزی شده و لذا قابلیت تراکم‌پذیری پودر و همچنین امکان ایجاد پیوندهای مستحکم بین ذرات افزایش می‌یابد. ژائو و همکاران [۱۸] با استفاده از افزایش دمای پودر فولاد- 316 تا 90°C و اعمال تراکم دینامیکی موفق شدند تا چگالی این ماده را نسبت به نمونه مشابه متراکم شده در دمای اتاق، $27/0$ g/cm³ بهبود بخشند. با این حال کارایی روش تراکم دینامیکی گرم جهت تولید مواد کامپوزیتی تاکنون مورد بررسی قرار نگرفته است. همچنین تاثیر دمای تراکم و درصد حجمی ذرات تقویت کننده بر خواص نمونه‌های خام تاکنون به صورت دقیق مورد بررسی قرار نگرفته است. افزایش میزان فاز سرامیکی تقویت کننده می‌تواند موجب افزایش خلل و فرج در نمونه گردد و در مقابل افزایش دمای تراکم می‌تواند این نقیصه را مرتفع سازد. به همین دلیل، بررسی تاثیر این دو عامل بر خواص نمونه‌های کامپوزیتی ضروری به نظر می‌رسد. در این مقاله تاثیر پارامترهای فرآیند بر تولید نمونه‌های نانوکامپوزیتی Al6061-SiC با استفاده از روش تراکم دینامیکی گرم مورد بررسی قرار گرفته است. نمونه‌های ساده و نانوکامپوزیتی در شرایط دمایی مختلف و درصد‌های حجمی مختلف نانوذرات، تولید شده و به منظور بررسی و مقایسه اثر افزایش دما و درصد حجمی نانوذرات بر خواص نمونه‌های خام، تحلیل رگرسیون غیرخطی با استفاده از برازش سطوح پاسخ بر داده‌های تجربی انجام شده است. سپس با استفاده از تفسیر نمودارهای آماری، تاثیر این دو عامل بر خواص نظیر چگالی، نیروی بیرون اندازی، میزان

متراکم‌سازی این مواد بسیار حائز اهمیت است. تاکنون روش‌های مختلفی نظیر پرس داغ [۶]، پرس ایزواستاتیک داغ [۷]، اکستروژن داغ [۸] و تراکم دینامیکی [۹-۱۲] جهت تولید مواد نانوکامپوزیتی پایه فلزی بکار گرفته شده‌اند. سیم‌چی و همکاران [۵]، تولید نانوکامپوزیت Al-SiC را با استفاده از پرس شبه استاتیک سرد و گرم مورد بررسی قرار دادند و با استفاده از فشار 400 MPa توانستند به چگالی 95% دست یابند. آنها همچنین به این نتیجه رسیدند که با افزایش دما تا 100°C ، تراکم‌پذیری کامپوزیت تقویت شده با میکروذرات بهبود می‌یابد، اما تغییر چندانی در تراکم‌پذیری نانوکامپوزیت Al-SiC بوجود نمی‌آید. کامرانی و همکاران [۱۳]، نانوکامپوزیت Al-SiC را با استفاده از روش آلیاژسازی مکانیکی تولید کردند و اثر اندازه نانوذرات و درصد حجمی آنها بر ساختار کامپوزیت مورد بررسی قرار دادند. آنها دریافتند که اندازه کریستالی زمینه آلومینیومی با افزایش فاز نانوذرات کاهش می‌یابد اما کرنش شبکه تغییر چندانی نمی‌یابد. گو [۱۴] پس از آسیاب مکانیکی پودر نانوکامپوزیتی Al-SiC به مدت دو ساعت، با استفاده از روش پرس داغ آن در دمای 450°C تحت فشار 100 MPa قرار داد و به چگالی تقریبی 99% دست یافت. در مقایسه با روش‌های شبه استاتیک، استفاده از روش تراکم دینامیکی موجب تولید قطعاتی با چگالی، استحکام، سختی، کیفیت سطح و یکنواختی خواص مکانیکی بهتر و در مقابل نیروی خارج‌سازی و تغییر ابعادی کمتر می‌شود [۱۵]. در روش تراکم دینامیکی، موج شوک فشاری در اثر انفجار یک ماده منفجره و یا برخورد یک پرتابه به پودر ایجاد می‌شود و عبور این موج از داخل پودر منجر به متراکم‌سازی آن می‌گردد. زمان فرآیند معمولاً چند میلی‌ثانیه بوده و در صورتیکه موج شوک به اندازه کافی قوی باشد، منجر به پیوند بین ذرات شده و نیاز به تفجوشی نمونه خام از بین می‌رود. اما چنانچه موج فشاری ایجاد شده به اندازه کافی قوی نباشد، دلیل عدم پیوند مناسب بین ذرات، افزودن نانوذرات سرامیکی می‌تواند منجر به کاهش چگالی و افت خواص مکانیکی گردد. ژو و همکاران [۱۶] با پیش گرم نمودن پودر تنگستن به مدت کمتر از 3 دقیقه تحت دمای 700°C و

انرژی زیاد و جوش سرد بین ذرات، زمان آسیاب و نسبت گلوله به پودر، کم در نظر گرفته شده است.

خواص نهایی، متاثر از اندازه ذرات و نحوه توزیع نانوذرات تقویت کننده در بین ذرات زمینه است. در شکل ۱، تصاویر میکروسکوپ الکترونی از پودر زمینه Al6061 و پودر نانوکامپوزیتی شامل ۵ و ۱۰ درصد حجمی از نانوذرات کاربید سیلیسیم پس از آسیاب مکانیکی را نشان می‌دهد.

۲-۲- تراکم دینامیکی گرم

موج ضربه فشاری جهت متراکم‌سازی پودر توسط دستگاه وزنه سقوطی ایجاد می‌شود. در هر آزمایش در ابتدا ۵ گرم از پودر داخل قالب ریخته شد. در مرحله بعد پس از قرار دادن پانچ‌های پایین و بالا، مجموعه قالب روی پایه دستگاه بسته شد. همچنین به منظور گرم کردن قالب، از یک گرمکن حرارتی سرامیکی با توان ۴۰۰ W که در تماس با محیط خارجی قالب است، استفاده شده است. دمای قالب با استفاده از یک دماسنج که در نزدیکی محل پودر تعبیه شده است، اندازه‌گیری شد. این دما با اختلاف اندکی (در حدود ۵ °C) نزدیک به دمای پودر است.

شکل ۲ شماتیک دستگاه وزنه سقوطی و مجموعه قالب و گرمکن حرارتی مورد استفاده را نشان می‌دهد. به منظور تحمل تنش‌های ضربه‌ای و حرارتی، قالب از جنس فولاد گرم کار ۱/۲۳۴۴ عملیات حرارتی شده و پانچ از جنس فولاد مقاوم به ضربه ۱/۲۵۴۲ انتخاب شده است. دو قرص از جنس پانچ و طول ۵ mm در بالا و پایین پودر قرار داده شدند که وظیفه آنها نگهداری پودر، کاهش میزان بازگشت فنی و حفظ کیفیت سطوح قطعه متراکم شده است. جرم وزنه مورد استفاده برابر ۶۰ kg بوده و سرعت ضربه زننده در حین برخورد در حدود ۸ m/s است. همچنین به منظور روانکاری دیواره داخلی قالب و سطوح خارجی پانچ‌ها از افشانه MoS₂ استفاده شده است. این ماده روانکار، قابلیت تحمل دما تا ۴۵۰ °C را دارد. استفاده از روانکار پودری بدلیل امکان تبخیر و کاهش چگالی [۱۹] مورد استفاده قرار نگرفته است. پس از آماده‌سازی قالب و رسیدن دمای پودر به دمای مورد نظر، وزنه رها شده و پودر متراکم می‌شود.

بازگشت فنی، میکروسختی و توزیع میکروسختی داخل نمونه‌ها مورد بررسی قرار گرفته است.

۲- فعالیت‌های تجربی

۲-۱- تهیه پودر

روش‌های مختلفی نظیر الکترولیز، احیا، رسوب‌گذاری و تمیزه پودر به منظور تولید پودر فلزات وجود دارد. با این حال، روش تمیزه پودر بدلیل قابلیت تولید پودرهای مختلف فلزی و آلیاژی با خلوص بالا بطور گسترده‌تری مورد استفاده قرار می‌گیرد.

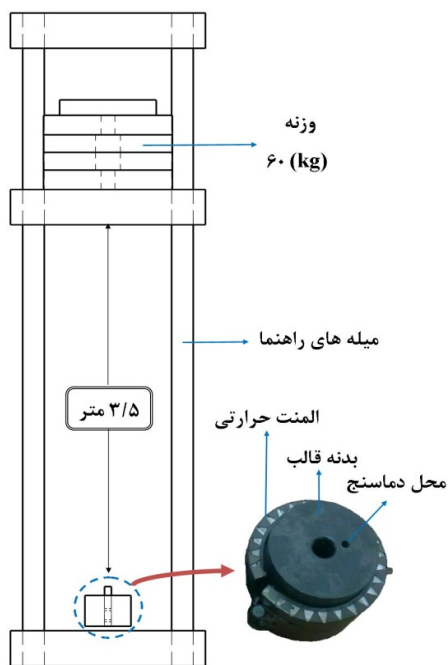
در این مقاله پودر آلیاژی Al6061 با استفاده از روش تمیزه‌سازی تولید شد. سپس پودر تولید شده از الک ۱۰۰ μm عبور داده شده و با درصدهای مختلفی از نانوذرات کاربید سیلیسیم ترکیب شد. مشخصات ذرات میکرون Al6061 و نانوذرات کاربید سیلیسیم در جدول ۱ نشان داده شده است. سپس به منظور توزیع یکنواخت نانوذرات در بین ذرات زمینه، مخلوط ایجاد شده با محلول اتانول ترکیب شده و به مدت ۲۰ دقیقه تحت عمل التراسونیک قرار گرفت.

جدول ۱: مشخصات پودر زمینه Al6061 و پودر تقویت کننده SiC.

پودر	اندازه	مشخصات شکل	سایر
Al6061	μm < ۱۰۰	نامنظم با گوشه‌های گرد	
SiC	۵۰ nm	کروی شکل و مساحت سطح ویژه بالاتر از ۹۰ m ² /g	درصد خلوص بالاتر از ۹۹٪

در این مرحله، اتانول به منظور کاهش اکسیداسیون آلومینیوم و به عنوان یک محیط خنثی برای توزیع یکنواخت نانوذرات SiC بکار برده شده است. پس از خشک شدن مخلوط، پودر با نیم درصد وزنی اسید استتاریک ترکیب شد و به مدت ۲ ساعت تحت آسیاب در یک آسیاب گلوله‌ای سیاره‌ای (با نسبت گلوله به پودر ۳:۱ و سرعت دورانی ۳۰۰ rpm تحت گاز آرگون) قرار گرفت. از آنجا که هدف از آسیاب مکانیکی در این مرحله توزیع مناسب پودرهای زمینه و تقویت کننده بوده است و نه آلیاژسازی مکانیکی و همچنین بدلیل جلوگیری از انتقال

به شکل استوانه‌ای با قطری در حدود ۱۵ mm و ارتفاعی در حدود ۱۰ mm هستند.



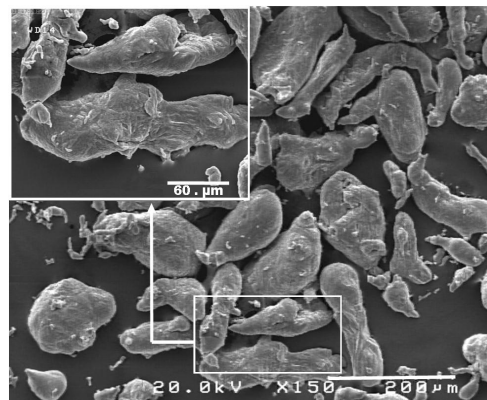
شکل ۲: دستگاه وزنه سقوطی و مجموعه قالب.

۲-۳- طراحی آزمایش‌ها و تعیین متغیرهای طراحی و پاسخ

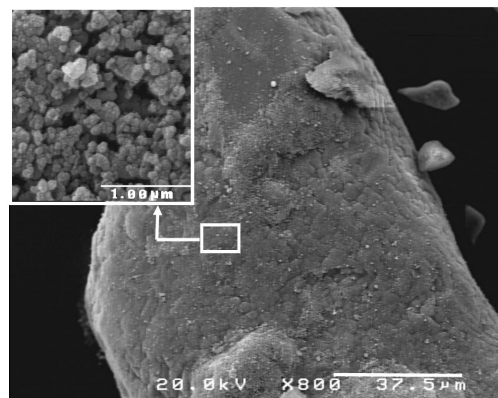
آزمایش‌ها در ۴ دمای مختلف و ۳ سطح مختلف از میزان نانوذرات تقویت کننده مطابق جدول ۲ طراحی شد که در مجموع ۱۲ آزمایش انجام شد.

جدول ۲: طراحی آزمایش‌ها.

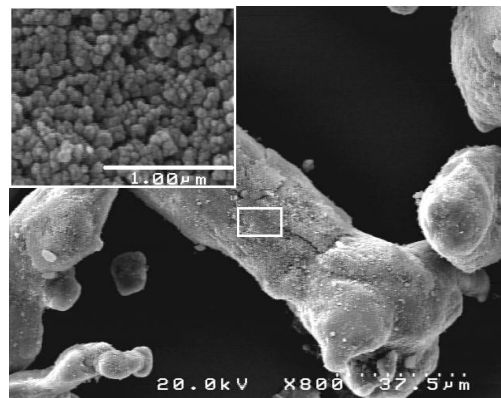
شماره	دما (°C)	درصد حجمی نانوذرات SiC (%)
۱	۲۵	صفر
۲	۲۵	۵
۳	۲۵	۱۰
۴	۱۲۵	صفر
۵	۱۲۵	۵
۶	۱۲۵	۱۰
۷	۲۲۵	صفر
۸	۲۲۵	۵
۹	۲۲۵	۱۰
۱۰	۴۲۵	صفر
۱۱	۴۲۵	۵
۱۲	۴۲۵	۱۰



(الف)



(ب)



(ج)

شکل ۱: تصاویر میکروسکوپ الکترونی از، الف) پودر زمینه Al6061، ب) پودر نانوکامپوزیتی شامل ۵ درصد و ج) پودر نانوکامپوزیتی شامل ۱۰ درصد حجمی نانوذرات کاربید سیلیسیم.

سپس به منظور خارج‌سازی نمونه متراکم شده از داخل قالب، مجموعه قالب، پودر و پانچ بالا زیر یک دستگاه پرس هیدرولیکی مجهز به سیستم اندازه‌گیری نیرو قرار می‌گیرد و پانچ با سرعت ۱۵ mm/min به داخل قالب هل داده می‌شود. نمونه‌های خارج شده که نمونه‌های خام نام دارند،

که در رابطه ۱، δ میزان بازگشت فنری بر حسب درصد، d قطر نمونه پس از خارج‌سازی از قالب و d_0 قطر داخلی قالب است. میکروسختی نمونه‌ها پس از خارج‌سازی توسط دستگاه سختی‌سنج ویکرز اندازه‌گیری شد. بدین منظور ابتدا سطوح نمونه پولیش زده شد و میکروسختی ویکرز ۶ نقطه (سه نقطه روی سطح بالا و سه نقطه روی سطح پایین) با اعمال بار ۱۰۰ gf در طی زمان ۱۵ s اندازه‌گیری شد و میانگین حسابی آنها به عنوان میکروسختی نمونه مدنظر قرار گرفت.

جدول ۳: متغیرهای طراحی و پاسخ.

متغیرهای طراحی	متغیرهای پاسخ
دمای تراکم	چگالی نسبی
درصد حجمی نانوذرات SiC	نیروی بیرون‌اندازی
-	بازگشت فنری
-	میکروسختی
-	توزیع میکروسختی

با استفاده از مقادیر میکروسختی اندازه‌گیری شده می‌توان یکنواختی توزیع خواص مکانیکی نظیر چگالی و مقاومت را در نمونه ارزیابی کرد. انتخاب سختی به منظور ارزیابی ناهمگنی ماده بدین جهت است که امکان اندازه‌گیری چگالی یا استحکام ماده در نقاط مختلف امری دشوار و یا غیرعملی است و از طرفی سختی با خواص مکانیکی و مشخصات ساختاری ماده ارتباط مستقیم دارد [۲۰]. به همین دلیل، با توجه به ۶ مقدار میکروسختی ویکرز اندازه‌گیری شده برای هر نمونه، یکنواختی توزیع میکروسختی بر اساس رابطه انحراف معیار طبق معادله ۲ محاسبه می‌شود.

$$S.D = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (HV_i - HV_{ave})^2}{N}} \quad (2)$$

$$HV_{ave} = \frac{\sum_{i=1}^N (HV_i)}{N}$$

که در آن، HV_i میکروسختی در نقطه i ام، N تعداد کل نقاط، HV_{ave} میانگین میکروسختی و $S.D$ ، میزان انحراف معیار سختی است. انحراف معیار، میزان پراکندگی نقاط اندازه‌گیری شده از مقدار میانگین را ارزیابی می‌کند. بنابراین، مقدار $S.D$ کمتر به معنی پراکندگی کمتر مقادیر

دمای تراکم و درصد حجمی نانوذرات تقویت‌کننده به عنوان متغیرهای طراحی و چگالی نسبی، نیروی بیرون‌اندازی، میزان بازگشت فنری، میکروسختی و توزیع میکروسختی داخل نمونه‌ها به عنوان متغیرهای پاسخ در نظر گرفته شده‌اند. انتخاب این پارامترها به عنوان متغیرهای پاسخ به این خاطر است که قابل اندازه‌گیری بوده و کیفیت نمونه از جمله خلل و فرج و یکنواختی خواص داخل آن را تعیین می‌کنند. جدول ۳، متغیرهای طراحی و پاسخ را به صورت جداگانه نشان می‌دهد. جهت اندازه‌گیری چگالی، با توجه به تخلخل نمونه‌های خام و امکان نفوذ سیال داخل حفره‌ها، روش ارشمیدس مورد استفاده قرار نگرفته و چگالی با استفاده از تقسیم جرم به حجم نمونه‌ها محاسبه شده است. استفاده از این روش برای نمونه مشابه نانوکامپوزیتی Al-SiC نیز گزارش شده است [۵].

در این پژوهش، جرم نمونه‌ها با استفاده از یک ترازوی دیجیتالی با دقت 0.01 g و ابعاد آن بوسیله میکرومتری با دقت 0.01 mm محاسبه شده است. سپس با تقسیم چگالی بر چگالی تئوری (چگالی نمونه در حالت کاملاً متراکم شده)، چگالی نسبی تعیین گردیده است. چگالی تئوری نمونه‌های ساده، نمونه‌های کامپوزیتی شامل ۵٪ حجمی نانوذرات کاربید سیلیسیم و نمونه‌های کامپوزیتی شامل ۱۰٪ حجمی نانوذرات کاربید سیلیسیم به ترتیب برابر $2776/87$ ، $2753/55$ و $2778/1$ kg/m^3 است. حداکثر نیرویی که در مرحله خارج‌سازی نمونه از داخل قالب توسط دستگاه پرس هیدرولیکی ثبت می‌شود به عنوان نیروی بیرون‌اندازی در نظر گرفته شده است. با کاهش این نیرو، احتمال ایجاد ترک داخل نمونه در اثر فشار زیاد در حین خارج‌سازی کاهش می‌یابد. انرژی الاستیک ذخیره شده داخل نمونه، پس از خارج‌سازی نمونه از داخل قالب به صورت تغییرات شعاعی آزاد می‌شود. به این پدیده بازگشت فنری می‌گویند. این فرآیند علاوه بر تغییر ابعاد نمونه می‌تواند باعث ایجاد ترک‌های عرضی در آن شود. میزان بازگشت فنری شعاعی را می‌توان طبق رابطه ۱ محاسبه نمود.

$$\delta = \frac{d - d_0}{d_0} \times 100 \quad (1)$$

تحلیل مورد اندازه‌گیری قرار می‌گیرد. نتایج این تحلیل در شکل ۳-ب نمایش داده شده است که نشان می‌دهد مطابق انتظار، نواحی خاکستری رنگ محصور بین ذرات فلزی همان نانوذرات SiC هستند و تنها درصد وزنی کوچکی از آلومینیوم در بین آنها موجود است. با این حال آگلومره شدن نانوذرات تقویت کننده مشهود است.

۲-۴- تحلیل سطح پاسخ

در این مقاله از تحلیل سطح پاسخ به منظور بررسی تاثیر دمای تراکم و میزان نانوذرات کاربید سیلیسیم بر خواص نمونه‌های خام استفاده شده است. استفاده از این روش جهت مدلسازی فرآیندهای غیرخطی مکانیکی کاربرد ویژه‌ای دارد [۲۱، ۲۲]. بدین منظور با استفاده از نرم‌افزار آماری استات گرافیکس در ابتدا با استفاده از مدل ریاضی مرتبه دو که به شکل رابطه ۳ نوشته می‌شود، یک رویه درجه دو بر داده‌های تجربی منطبق گردید. این رویه که سطح پاسخ نام دارد، ارتباط بین متغیرهای طراحی و پاسخ را تعیین می‌کند.

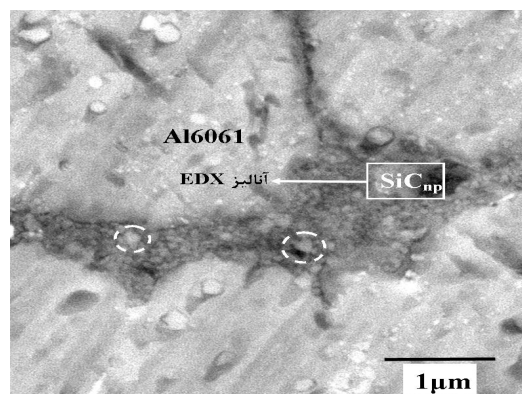
$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^3 \beta_i X_i + \sum_{i=1}^3 \beta_{ii} X_i^2 + \sum_{i < j} \beta_{ij} X_i X_j + e \quad (3)$$

در رابطه ۳، X_i و X_j متغیرهای طراحی و Y متغیر پاسخ است. همچنین e خطای برازش و $\beta_0, \beta_i, \beta_{ii}$ و β_{ij} ضرایب برازش مدل ریاضی هستند که از روش حداقل مربعات بدست می‌آیند. به منظور انجام تحلیل سطح پاسخ نیاز است تا رویه برازش شده از دقت کافی برخوردار باشد. به منظور محاسبه دقت برازش رویه، از رابطه ضریب تعیین که به صورت معادله ۴ نوشته می‌شود استفاده شده است.

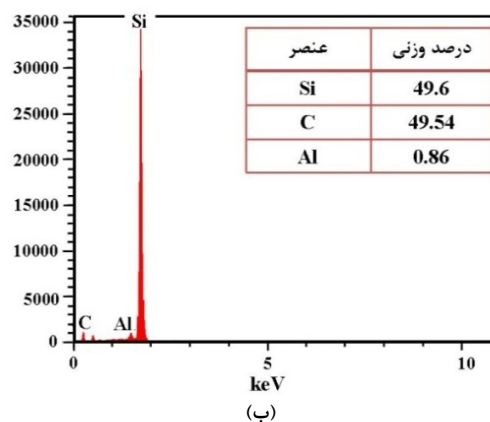
$$R^2 = 100 \times \left[1 - \frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2}{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2} \right] \quad (4)$$

که در رابطه ۴، y_i مقدار بدست آمده برای متغیر پاسخ از مشاهدات آزمایش، \hat{y}_i مقدار متغیر بدست آمده از مدل برازش شده و \bar{y} میانگین مقادیر پاسخ بدست آمده از آزمایشات است. همچنین n بیانگر تعداد نقاط برازش و یا

میکروسختی و ساختار همگن‌تر ماده است. شکل ۳-الف، تصویر میکروسکوپ الکترونی از محل تماس ذرات زمینه و تقویت کننده در نانوکامپوزیت Al6061-5%SiC_{np} متراکم شده در دمای ۴۲۵ °C را نشان می‌دهد. به منظور کسب اطمینان، تحلیل عنصری EDX بر روی ناحیه مشخص شده در شکل ۳-الف انجام شد. در این آزمایش یک دسته پرتوی پر انرژی از ذرات باردار مانند الکترون یا پروتون و یا یک دسته پرتو ایکس به نمونه برخورد می‌کند.



(الف)



(ب)

شکل ۳: (الف) تصویر میکروسکوپ الکترونی از محل تماس ذرات Al6061 و نانوذرات SiC و (ب) تحلیل عنصری EDX بر روی ناحیه مشخص شده در شکل ۳-الف.

در اثر برخورد، یک الکترون در پوسته درونی اتم تحریک شده و به پوسته بیرونی جهش می‌کند و در مقابل یک الکترون با انرژی بالاتر جای آن را در پوسته درونی پر می‌کند. اختلاف انرژی بین لایه پرنرژی و لایه کم انرژی می‌تواند به شکل پرتو ایکس ظاهر شود که این اختلاف انرژی بر حسب (keV) و تعداد پرتوهای آزاد شده در این

معنی که تغییرات ۹۵/۷٪ از داده‌ها را می‌توان توسط این مدل تبیین کرد.

$$D = 92.973 + 0.017387 \times A - 0.84844 \times B - 0.0002475 \times A^2 + 0.000972 \times AB + 0.0301 \times B^2 \quad (7)$$

با دقت در شکل سطح پاسخ مشخص است که افزایش دمای تراکم باعث افزایش چگالی و افزایش میزان ذرات تقویت کننده موجب کاهش آن می‌شود. دما و نانوذرات سرامیکی تاثیر متضادی بر چگالی دارند. علت این امر به قابلیت شکل‌پذیری پودر بر می‌گردد. نشان داده شده است که با افزایش دما، تنش تسلیم پودر و کارسختی آن کاهش می‌یابد [۲۳]. در مقابل، افزودن ذرات سرامیکی باعث افزایش کارسختی پودر و کاهش قابلیت شکل‌پذیری آن می‌شود [۲۴، ۵]. بعلاوه، سطح ویژه بالا و نیروی اصطکاکی بین ذره‌ای قوی نانوذرات، فشردن آنها را سخت‌تر می‌کند. مجموعه این عوامل موجب می‌گردد تا افزودن نانوذرات SiC، باعث کاهش چگالی خام نمونه گردد. اثر استاندارد هر پارامتر که حاصل تقسیم ضریب تاثیر آن پارامتر بر خطای استاندارد است، در شکل ۴-ب بوسیله نمودار پارتو مشخص شده است. چنانچه نمودار ستونی هر پارامتر از خط عمودی رسم شده عبور کند، این وضعیت بیانگر آن است که پارامتر یاد شده تاثیر قابل توجهی (با ۹۵٪ اطمینان) بر روی پاسخ دارد. همچنین علامت (مثبت) نشان دهنده رابطه مستقیم و علامت (منفی) نشان دهنده رابطه معکوس پارامتر با پاسخ است. با توجه به نمودار پارتو شکل ۴-ب، مشاهده می‌شود که تاثیر دمای تراکم، درصد حجمی نانوذرات سرامیکی و تاثیر واکنش بین این دو متغیر بر روی چگالی نسبی حائز اهمیت است. افزایش دما موجب افزایش چگالی می‌شود اما افزودن نانوذرات موجب کاهش چگالی نسبی می‌گردد. عدم پیوند مناسب با ذرات زمینه و همچنین تجمع نانوذرات در کنار یکدیگر می‌تواند موجب افزایش خلل و فرج و نواحی ضعیف در ماده مرکب شده و چگالی و خواص مکانیکی آن را کاهش دهد. نتایج برخی از محققین موید این مطلب است. اکبرپور و همکاران [۲۵] کاهش استحکام را با افزودن نانوذرات کاربید سیلیسیم به ذرات

آزمایش‌های انجام شده است. با توجه به رابطه ۴، R^2 مقداری بین صفر تا ۱۰۰٪ را اختیار می‌کند که افزایش این مقدار بیانگر دقت بیشتر مدل بکار رفته جهت برازش داده‌های آزمایش است.

تاثیر هر پارامتر را می‌توان به عنوان تغییرات متغیر پاسخ با تغییرات پارامتر طراحی در بازه تعریف شده خود در نظر گرفت. بر همین اساس، ضریب تاثیر هر پارامتر را می‌توان مطابق با رابطه ۵ محاسبه نمود.

$$\hat{\Delta}_j = \bar{y}_+ - \bar{y}_- \quad (5)$$

که در رابطه (۵)، $\hat{\Delta}_j$ بیانگر تاثیر زامین پارامتر طراحی بر متغیر پاسخ y است. \bar{y}_+ مقدار متغیر پاسخ در هنگامی است که زامین پارامتر طراحی در بیشترین مقدار خود و بقیه پارامترها در مقدار میانگین خود قرار دارند. همچنین \bar{y}_- مقدار متغیر پاسخ در هنگامی است که زامین پارامتر طراحی در مقدار کمینه و بقیه پارامترها در مقدار میانگین خود قرار دارند. از آنجائیکه اثر متقابل بین پارامترها نیز می‌تواند حائز اهمیت باشد، تاثیر متقابل پارامترهای طراحی بر پاسخ را می‌توان طبق رابطه ۶ بدست آورد.

$$\hat{\Delta}_{jk} = \bar{y}_{++} - \left[\frac{\sum_{i=1}^N y_i}{n} + \hat{\Delta}_j + \hat{\Delta}_k \right] \quad (6)$$

که در رابطه ۶، \bar{y}_{++} مقدار متغیر پاسخ در هنگامی است که هر دو متغیر طراحی j و k مقدار بیشینه خود را اختیار کرده باشند.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- تحلیل چگالی نسبی

شکل ۴-الف، سطح پاسخ چگالی نسبی را نسبت به متغیرهای دمای تراکم و درصد حجمی نانوذرات کاربید سیلیسیم نشان می‌دهد. معادله این سطح به صورت رابطه ۷ نوشته می‌شود. در این رابطه، D بیانگر چگالی نسبی، A نشان دهنده دمای تراکم و پارامتر B نشان دهنده درصد حجمی نانوذرات است. همچنین ضریب تعیین برای این برازش طبق رابطه ۴، برابر ۹۵/۷٪ درصد است به این

شکل پذیری ذرات فلزی باعث کاهش خلل و فرج و بهبود چگالی می‌گردد.

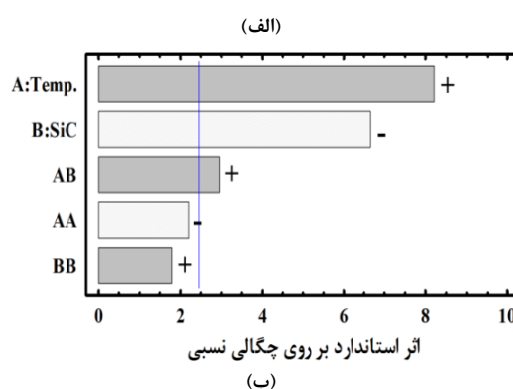
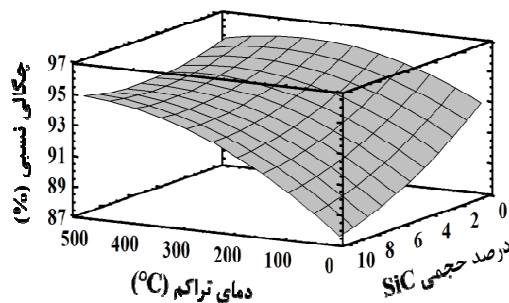
۳-۲- تحلیل نیروی بیرون‌اندازی

سطح پاسخ نیروی بیرون‌اندازی در شکل ۵-الف و معادله این سطح در رابطه ۸ نشان داده شده است. در این رابطه، E بیانگر نیروی بیرون‌اندازی، A دمای تراکم و پارامتر B نشان دهنده درصد حجمی نانوذرات است. ضریب تعیین این معادله برابر ۰/۹۳/۲ است که نشان می‌دهد برازش سطح بر داده‌های آزمایش با دقت مناسبی صورت گرفته است.

$$E = 8.80499 - 0.040808 \times A + 1.39253 \times B - 0.00007404 \times A^2 + 0.001965 \times AB - 0.0779 \times B^2 \quad (8)$$

با دقت در نمودار پارتو نیروی بیرون‌اندازی که در شکل ۵-ب نشان داده شده است، مشاهده می‌گردد که افزایش دما موجب کاهش نیروی بیرون‌اندازی و افزایش میزان نانوذرات کاربرد سیلیسیم باعث افزایش آن می‌شود. علت این امر به تنش‌های پسماند شعاعی باز می‌گردد. از آنجائیکه تنش پسماند شعاعی ایجاد شده در نمونه برابر تنش تسلیم آن است، با افزایش دما تنش تسلیم پودر کاهش یافته و در نتیجه تنش پسماند شعاعی کاهش می‌یابد. با کاهش تنش پسماند شعاعی، نیروی بیرون‌اندازی نیز کاهش می‌یابد. بعلاوه، نشان داده شده است که ویسکوزیته روانکار قالب با افزایش دما (تا دمایی کمتر از دمای تبخیر) کاهش یافته و در نتیجه اصطکاک بین نمونه و قالب کاهش می‌یابد [۲۷]. با توجه به خط عمودی معیار که معیاری برای سنجش تاثیر هر پارامتر است، اثر درصد حجمی نانوذرات کمتر از میزان تعیین شده است. دمای تراکم بیشترین تاثیر را بر نیروی بیرون‌اندازی داشته و پس از آن عبارت مرتبه دوم دمای تراکم و اثر واکنشی دما با درصد حجمی نانوذرات بیشترین تاثیر را بر نیروی بیرون‌اندازی دارند. اثرهای واکنشی بدین معنی هستند که تاثیر پارامتر اول با تغییر پارامتر دوم واکنش تغییر می‌یابد. به عنوان مثال اگر اثر واکنشی بین دمای تراکم با خودش قابل توجه باشد، این

زمینه مسی گزارش کردند. آلبا و همکارانشان [۲۶] نیز کاهش استحکام تسلیم را با افزودن ذرات میکرون کاربرد سیلیکون و کاهش بیشتر استحکام را با افزودن نانوذرات کاربرد سیلیکون به زمینه آلومینیوم مشاهده کردند.

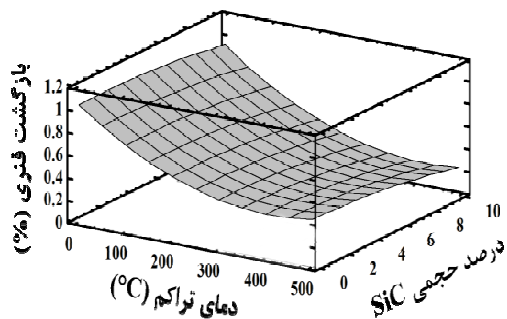


شکل ۴: الف) سطح پاسخ و ب) نمودار پارتو چگالی نسبی، A: دمای تراکم، B: درصد حجمی نانوذرات کاربرد سیلیسیم.

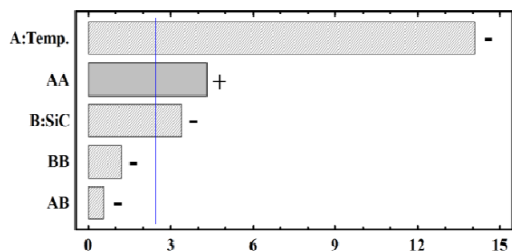
همچنین با دقت در شکل ۴ مشخص است که افزایش دمای تراکم تاثیر بیشتری نسبت به میزان نانوذرات موجود در ماده کامپوزیتی دارد. این بدان معنی است که با افزایش دمای تراکم می‌توان به خوبی اثر مخرب افزایش نانوذرات کاربرد سیلیسیم بر چگالی را کاهش داد. به عنوان مثال با توجه به مشاهدات آزمایش، چنانچه به میزان ۵٪ حجمی از نانوذرات کاربرد سیلیسیم در دمای محیط به پودر آلیاژ آلومینیوم افزوده گردد، چگالی نسبی از ۰/۹۳/۵ به ۰/۸۹/۷ می‌رسد که نشان می‌دهد چگالی نسبی به میزان ۳/۸٪ کاهش یافته است. ولی اگر همین مقدار از نانوذرات در دمای ۲۲۵ °C به پودر زمینه اضافه شود، چگالی به ۰/۹۳/۸ می‌رسد. البته باید توجه داشت که افزایش دما در محدوده پایین، تاثیر چندانی در کارنرمی نانوذرات سرامیکی ایجاد نمی‌کند و تنها با بهبود قابلیت

است و با توجه به انحنای سطح، مشخص است که افزایش دمای تراکم تاثیر بیشتری نسبت به درصد حجمی نانوذرات بر روی پاسخ دارد. از آنجائیکه تنش پسماند شعاعی ایجاد شده در نمونه برابر تنش تسلیم آن است، با افزایش دمای تراکم، تنش تسلیم پودر کاهش یافته و در نتیجه تنش پسماند شعاعی داخل نمونه محبوس شده در قالب کاهش می‌یابد.

$$S = 1.03793 - 0.00314328 \times A + 0.0061751 \times B + 0.000003812 \times A^2 - 0.00001475 \times AB - 0.0016 \times B^2 \quad (9)$$



(الف)



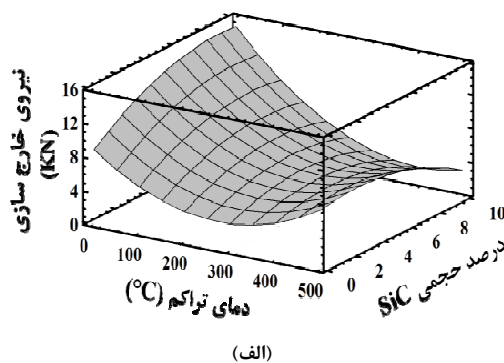
اثر استاندارد بر روی میزان بازگشت فنی

(ب)

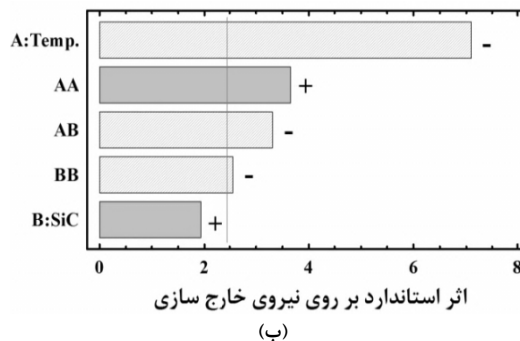
شکل ۶: الف) سطح پاسخ و ب) نمودار پارتوی میزان بازگشت فنی، A: دمای تراکم، B: درصد حجمی نانوذرات کاربرد سیلیسیم.

با کاهش این مقدار، انبساط شعاعی ناشی از تنش پسماند شعاعی نیز کاهش یافته و به همین دلیل میزان بازگشت فنی کاهش می‌یابد. نمودار پارتوی رسم شده در شکل ۶-ب نیز این مطلب را تایید می‌کند. با توجه به این نمودار، دمای تراکم و میزان نانوذرات سرامیکی موجود در نمونه کامپوزیتی، تاثیر معکوسی بر میزان بازگشت فنی دارند. همچنین قابل مشاهده است که عبارت مرتبه دوم دمای تراکم تاثیر همسو و قابل توجهی بر بازگشت فنی

بدان معنی است که تاثیر تغییرات دمای تراکم با افزایش یا کاهش دما تغییر می‌یابد و این تاثیر قابل ملاحظه است. نکته مهم دیگری که می‌توان از شکل ۵-ب دریافت، این است که اثر مخرب افزایش نانوذرات بر افزایش نیروی بیرون‌اندازی را می‌توان با افزایش دمای تراکم خنثی کرد. به همین دلیل می‌توان بیان داشت که روش تراکم دینامیکی گرم یک روش کارآمد جهت متراکم‌سازی پودرهای نانوکامپوزیتی است.



(الف)



اثر استاندارد بر روی نیروی خارج سازی

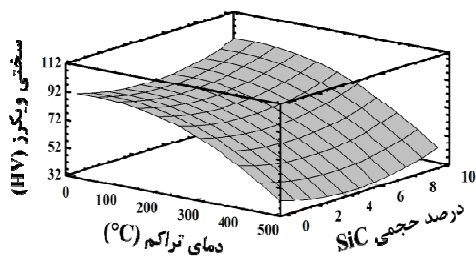
(ب)

شکل ۵: الف) سطح پاسخ و ب) نمودار پارتوی نیروی بیرون‌اندازی، A: دمای تراکم، B: درصد حجمی نانوذرات کاربرد سیلیسیم.

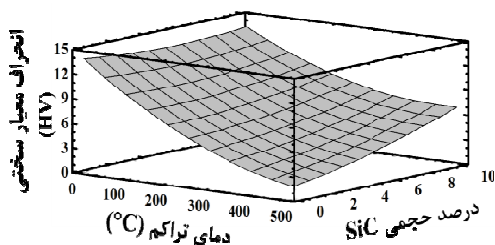
۳-۳- تحلیل میزان بازگشت فنی

رابطه ۹ معادله برازش سطح پاسخ بازگشت فنی شعاعی را نشان می‌دهد. در این رابطه، S بیانگر نیروی بیرون‌اندازی، A دمای تراکم و پارامتر B نشان دهنده درصد حجمی نانوذرات است. مقدار ضریب تعیین محاسبه شده برای این برازش برابر ۹۷/۳۳٪ است. همچنین سطح پاسخ و نمودار پارتوی مربوط به پارامتر بازگشت فنی، به ترتیب در شکل‌های ۶-الف و ۶-ب نشان داده شده است. با توجه به شکل ۶-الف مشاهده می‌شود که تغییرات میزان بازگشت فنی نسبت به افزایش دمای تراکم، اکیدا نزولی

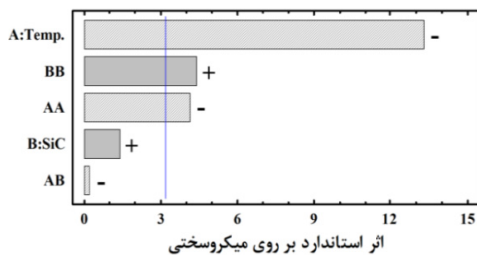
یافته و در نتیجه مقاومت آن به نفوذ کاهش افزایش می‌یابد.



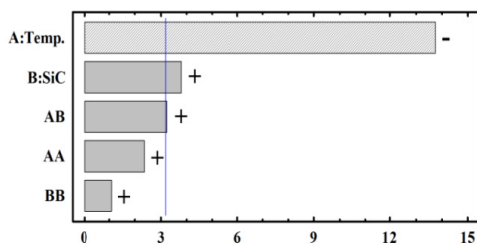
(الف)



(ب)



(ج)



(د)

شکل ۷: سطوح پاسخ، (الف) میکروسختی میانگین، (ب) انحراف معیار میکروسختی و نمودار پارتوی، (ج) میکروسختی میانگین و (د) انحراف معیار میکرو سختی، (A): دمای تراکم، B: درصد حجمی نانوذرات کاربید سیلیسیم).

هر چند افزایش دمای تراکم تاثیر نامطلوبی بر میزان سختی دارد، اما موجب کاهش غیریکنواختی خواص

نمونه‌های کامپوزیتی ایجاد می‌کند. با توجه به این مطلب، بکارگیری روش تراکم دینامیکی گرم در مقایسه با تراکم دینامیکی در دمای اتاق باعث کاهش تغییرات ابعادی نمونه شده و احتمال رشد ترک و یا حتی شکست نمونه پس از خروج از داخل قالب را کاهش می‌دهد.

۳-۴- تحلیل میکروسختی و انحراف معیار سختی

همانگونه که در بخش ۲-۳ به آن اشاره شد، مقادیر میکروسختی در شش نقطه از هر نمونه اندازه‌گیری شده و میانگین حسابی آنها به عنوان میکروسختی میانگین نمونه و انحراف معیار آنها به عنوان معیاری جهت سنجش یکنواختی توزیع خواص در نمونه محاسبه می‌گردد. روابط ۱۰ و ۱۱ به ترتیب مدل ریاضی میکروسختی میانگین و انحراف معیار میکروسختی را بیان می‌کنند. در این روابط، H بیانگر میکروسختی میانگین، SD انحراف معیار کرنش، A دمای تراکم و پارامتر B نشان دهنده درصد حجمی نانوذرات است. به همین ترتیب، شکل‌های ۷-الف و ۶-ب سطوح پاسخ مربوط به این دو پارامتر را نشان می‌دهند. ضریب تعیین مربوط به سطوح پاسخ میکروسختی و انحراف معیار میکروسختی به ترتیب برابر ۹۸/۶ و ۹۸/۷ است که نشان می‌دهد هر دو مدل ریاضی به خوبی بیانگر رابطه بین متغیرهای طراحی و پاسخ هستند.

$$H = 90.3071 + 0.0204419 \times A - 3.56876 \times B - 0.00023745 \times A^2 - 0.0003297 \times AB + 0.4019 \times B^2 \quad (10)$$

$$SD = 13.8314 - 0.0393286 \times A - 0.257615 \times B + 0.000029783 \times A^2 + 0.0011584 \times AB + 0.0219297 \times B^2 \quad (11)$$

با توجه به سطوح پاسخ، افزایش دمای تراکم بر خلاف درصد حجمی نانوذرات، موجب کاهش سختی و کاهش انحراف معیار می‌گردد. افزایش دمای تراکم، باعث نرم شدن ذرات فلزی شده و در نتیجه مقاومت ذرات به تغییر شکل ناشی از اعمال فشار نفوذ کاهش می‌یابد. به همین دلیل، سختی نمونه‌ها با افزایش دما کاهش می‌یابد. با افزایش نانوذرات، کارسختی نمونه‌های کامپوزیتی افزایش

فنری، میکروسختی و انحراف معیار میکروسختی به ترتیب برابر ۹۵/۷، ۹۳/۲، ۹۷/۳۳، ۹۸/۶ و ۹۸/۷٪ است.

- دمای تراکم بیشترین تاثیر را بر خواص نمونه‌های ساده و کامپوزیتی دارد. همچنین تاثیر واکنش دما و مقدار نانوذرات بر چگالی نسبی، نیروی خارج‌سازی و انحراف معیار میکروسختی قابل توجه است.

- دمای تراکم با چگالی رابطه‌ای مستقیم و با نیروی خارج‌سازی، میزان بازگشت فنری، میکروسختی و انحراف معیار میکروسختی رابطه‌ای معکوس دارد.

- مقدار نانوذرات موجود در نمونه با چگالی و بازگشت فنری رابطه‌ای معکوس و با نیروی خارج‌سازی، میکروسختی و انحراف معیار میکروسختی رابطه‌ای مستقیم دارد.

- افزودن نانوذرات به ماده زمینه، بدلیل عدم ایجاد پیوند مناسب و ماهیت سخت ذرات سرامیکی تاثیر نامطلوبی بر کاهش چگالی، افزایش نیروی خارج‌سازی و ناهمگنی خواص داخل ماده کامپوزیتی دارد. در این مقاله نشان داده شد که با استفاده از روش تراکم دینامیکی گرم و افزایش دمای تراکم می‌توان این اثرات نامطلوب را برطرف کرد. به عنوان نمونه، افزودن ۵٪ حجمی از نانوذرات کاربید سیلیسیم در دمای محیط به پودر Al6061، موجب کاهش چگالی به میزان ۳/۸٪ می‌شود. در صورتیکه افزودن همین مقدار از نانوذرات در دمای تراکم ۲۲۵ °C چگالی نمونه را کاهش نمی‌دهد.

مراجع

- [1] S. Park, S. Lim, M. Cho, H. Kim, J. Joo, H. Choi, *Current Applied Physics*, **5**, 2005, 302.
- [2] G.H. Pol, E. Zamani, *Modares Mechanical Engineering*, **13**, 2013, 30.
- [3] V. Viswanathan, T. Laha, K. Balani, A. Agarwal, S. Seal, *Materials Science and Engineering, R: Reports*, **54**, 2006, 121.
- [4] C. Suryanarayana, N. Al-Aqeeli, *Progress in Materials Science*, **58**, 2013, 383.
- [5] H. Hafizpour, A. Simchi, S. Parvizi, *Advanced Powder Technology*, **21**, 2010, 273.
- [6] H.R. Moradkhani, M. Tajdari, *Modares Mechanical Engineering*, **12**, 2013, 10.
- [7] A. Ahmed, A. Neely, K. Shankar, P. Nolan, S. Moricca, T. Eddowes, *Metallurgical and Materials Transactions A*, **41**, 2010, 1582.
- [8] K.I. Moon, K.S. Lee, *Journal of Alloys and Compounds*, **291**, 1999, 312.
- [9] K. Sivakumar, T. Balakrishna Bhat, P. Ramakrishnan, *Journal of Materials Processing Technology*, **62**, 1996, 191.

(کاهش انحراف معیار میکروسختی) در نمونه می‌گردد. نمودارهای پارتوی میکروسختی و انحراف معیار میکروسختی که به ترتیب در شکل‌های ۷-ج و ۷-د نشان داده شده است، موید این مطلب است. بر اساس این دو نمودار، دمای تراکم بیشترین تاثیر را بر میزان میکروسختی و انحراف معیار میکروسختی دارد. با این حال، افزایش درصد حجمی نانوذرات تاثیر نامطلوب و قابل توجهی بر انحراف معیار میکروسختی داخل نمونه دارد و تاثیر آن در افزایش میزان میکروسختی بدلیل عدم ایجاد پیوند مناسب با ذرات زمینه آلومینیومی قابل ملاحظه نیست. با توجه به شکل ۷-د می‌توان اظهار داشت که افزایش غیریکنواختی ناشی از افزودن نانوذرات کاربید سیلیسیم را می‌توان با افزایش دمای تراکم جبران نمود. زیرا تاثیر دمای تراکم تاثیر به مراتب بیشتری نسبت به درصد حجمی نانوذرات بر انحراف معیار سختی دارد. به همین دلیل، روش تراکم دینامیکی گرم می‌تواند به عنوان یک روش مناسب جهت تولید مواد نانوکامپوزیتی با درجه یکنواختی مناسب تلقی گردد.

۴- نتیجه‌گیری

در این مقاله، با انجام تحلیل پارامتری بر روی سطوح پاسخ، تاثیر دمای تراکم و درصد حجمی نانوذرات تقویت کننده در فرآیند تراکم دینامیکی گرم مورد بررسی قرار گرفت. بدین منظور، نمونه‌های استوانه‌ای کامپوزیتی Al6061-SiC به روش تراکم دینامیکی گرم متراکم شده و چگالی، نیروی بیرون‌اندازی، میزان بازگشت فنری، میکروسختی و توزیع میکروسختی داخل نمونه‌ها اندازه‌گیری شد. سپس با برآزش یک مدل ریاضی به صورت سطح پاسخ برای هر یک از خواص اندازه‌گیری شده و تحلیل آماری سطوح پاسخ، تاثیر دما و مقدار نانوذرات مورد ارزیابی و مقایسه قرار گرفت. مهمترین نتایج این تحقیق عبارتند از:

- با استفاده از روش سطح پاسخ به خوبی می‌توان ارتباط بین متغیرهای خروجی با دما و درصد حجمی نانوذرات را تعیین نمود. ضریب تعیین این سطح برای متغیرهای خروجی چگالی، نیروی بیرون‌اندازی، میزان بازگشت

- 2010, 485.
- [19] G. Sethi, N. Myers, R.M. German, *International Materials Reviews*, **53**, 2008, 219.
- [20] M. Gupta, T. Srivatsan, *Materials Letters*, **51**, 2001, 255.
- [21] H.B. M. Karimi, A. Keshavarz, *Modares Mechanical Engineering*, **13**, 2013, 60.
- [22] S.H. Torabi, M.H. Sadeghi, *Modares Mechanical Engineering*, **13**, 2013, 26.
- [23] A. Simchi, G. Veltl, *Powder Metallurgy*, **49**, 2006, 281.
- [24] D. Bouvard, *Powder Technology*, **111**, 2000, 231.
- [25] M. Akbarpour, E. Salahi, F. Alikhani Hesari, H. Kim, A. Simchi, *Materials and Design*, **51**, 2013, 375.
- [26] N.G. Alba-Baena, W. Salas, L.E. Murr, *Materials Characterization*, **59**, 2008, 1152.
- [27] Y.Y. Li, T.L. Ngai, S.L. Wang, M. Zhu, W.P. Chen, *Transactions of the Nonferrous Metals Society of China*, **15**, 2005, 14.
- [10] T. Vogler, M. Lee, D. Grady, *International Journal of Solids and Structures*, **44**, 2007, 636.
- [11] Z. Wang, X. Li, J. Zhu, F. Mo, C. Zhao, L. Wang, *Materials Science and Engineering: A*, **527**, 2010, 6098.
- [12] W.H. Gourdin, *Progress in Materials Science*, **30**, 1986, 39.
- [13] S. Kamrani, A. Simchi, R. Riedel, S. Seyed Reihani, *Powder Metallurgy*, **50**, 2007, 276.
- [14] W. Gu, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, **16**, 2006, s398.
- [15] J. Wang, X. Qu, H. Yin, M. Yi, X. Yuan, *Powder Technology*, **192**, 2009, 131.
- [16] Q. Zhou, P. Chen, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, **42**, 2014, 215.
- [17] D.F. Khan, H. Yin, H. Li, Z. Abideen, X. Qu, M. Ellahi, *Materials and Design*, **54**, 2014, 149.
- [18] Z.Y. Xiao, C.Y. Tang, *Advanced Materials Research*, **139**,