

بررسی ساختار و مورفولوژی نانوذرات آلیاژی Fe-Cr-Al تولید شده به روش انفجار الکتریکی سیم

عاطفه رحیمی، رضا احمدی* و آرمان صدقی

گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه بین‌المللی امام خمینی (ره)، قزوین، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۹/۰۲/۲۲، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۹/۰۴/۱۶، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۹/۰۵/۰۸

چکیده

در پژوهش حاضر نانوذرات آلیاژی Fe-Cr-Al به روش انفجار الکتریکی تولید شدند. با استفاده از روش‌های XRD، TEM و HRTEM ساختار و مورفولوژی نانوذرات تولید شده بررسی شد. نتایج بررسی‌ها نشان داد ذرات تولید شده شبه کروی تا کروی هستند که احتمالاً به دلیل نرخ سرد شدن یکسان و بالای نانوذرات و جوانه‌های اولیه در همه جهات است. فازهای شناسایی شده از نتایج XRD محلول جامد Fe-Cr با ساختار bcc، اکسید آهن Fe₃O₄ و ترکیب بین فلزی AFe بودند. همچنین با تغییر ولتاژ اعمالی از ۳۵۰ به ۳۸۰ و ۴۰۰ ولت، میانگین اندازه ذرات به ترتیب از ۳۱/۲ nm به ۲۷/۶ nm و ۲۳/۵ nm کاهش و نسبت تقریبی فاز اکسیدی به ترتیب از ۱۰ درصد به ۱۱ درصد و ۱۶ درصد افزایش یافت. نتایج تصاویر HRTEM نمونه‌های تولید شده در ولتاژ ۳۵۰ و ۳۸۰ V نشان داد صفحات غالب رشد فاز Fe-Cr از نوع (۱۱۰) و (۲۰۰) و در مورد فاز Fe₃O₄ از نوع (۴۲۲) است.

واژه‌های کلیدی: نانوذرات Fe-Cr-Al، فاز اکسیدی، روش انفجار الکتریکی سیم، HRTEM.

۱- مقدمه

عبارتند از استفاده در سطوح ابرآبگریز و خودتمیز شونده [۱]، کاتالیست‌ها [۲]، کاهش ضریب اصطکاک و بهبود خواص روانکاری [۳]، دارورسانی [۴]، بهبود خواص مکانیکی و سایشی [۵]، تصویربرداری پزشکی [۶،۷] و افزایش نرخ رشد گیاهان [۸]. منشا بسیاری از خواص و کاربردهای پیش گفته نسبت بالای سطح به حجم و ناپایداری سطحی نانو ساختارها به ویژه نانوذرات می‌باشد. روش‌های

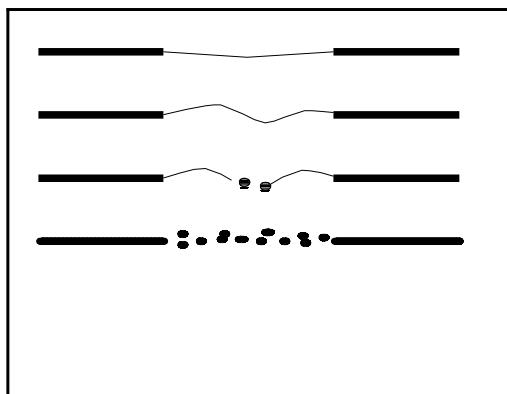
امروزه توجه به نانو ساختارها به دلیل خواص منحصر بفرد فیزیکی، شیمیایی، الکتریکی، مغناطیسی و غیره گسترش زیادی یافته است. این خواص ویژه منجر به استفاده از نانو ساختارها در کاربردهای وسیع و متنوعی در زمینه‌های مختلف صنعتی و پزشکی شده است. برخی از این کاربردها

* عهده‌دار مکاتبات: رضا احمدی

نشانی: گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه بین‌المللی امام خمینی (ره)، قزوین، ایران

تلفن: ۰۲۸-۳۳۹۰۱۱۴۳، دورنگار: ۰۲۸-۳۳۹۰۱۱۴۳، پست الکترونیکی: re.ahmadi@eng.ikiu.ac.ir

ترکیب شیمیایی نانوذرات تولید شده موثر است. در پژوهش حاضر نانوذرات آلیاژی Fe-Cr-Al به روش انفجار الکتریکی سیم Fe80-Cr15-Al5 با قطر ۰/۱۵ mm تولید و به روش های XRD، TEM و HRTEM مشخصه یابی شدند. آلیاژهای Fe-Cr-Al به دلیل مقاومت خوردگی و اکسیداسیون بالا در محیط های اکسیدی و سولفیدی در طیف وسیعی از دما و همچنین استحکام بالا با زیرلایه آهنی و ارزان بودن نسبت به آلیاژهای پایه نیکل به عنوان پوشش برای فلزات و آلیاژهای دیگر در صنایع مختلف شیمیایی، پتروشیمی و نیروگاه ها استفاده می شوند. همچنین مقاومت سایشی مناسبی دارند و به ویژه در محیط هایی با شرایط خوردگی و سایش شدید در دماهای بالاتر از ۹۰۰ °C کارآیی مطلوبی دارند. آلیاژ Fe-Cr-Al به علت وجود عناصری که تمایل به تشکیل ترکیبات بین فلزی ریز و پراکنده مانند آلومیناید آهن و همچنین انحلال در زمینه دارند، باعث افزایش سختی و مقاومت به سایش لایه سخت به ویژه در ابعاد نانومتری می شوند [۲۱]. حضور عناصر آلیاژی دیگر مانند سیلیسیم، وانادیوم و روی در این نانوساختارها همچنین باعث بهبود خواص مکانیکی، تربولوژیکی و الکتروشیمیایی آلیاژ می شود [۲۲]. با توجه به کاربردهای پیش گفته، در پژوهش حاضر خواص ساختاری و ترکیب شیمیایی نانوذرات تولید شده بررسی و اثر تغییر شدت ولتاژ اعمالی بر این خواص بررسی شده است.



شکل ۱: شماتیک توالی اتفاقات ذوب، تبخیر و تشکیل نانوذرات در روش انفجار الکتریکی سیم [۱۵].

متنوع بالا به پایین و پایین به بالا برای دستیابی به نانوذرات با این خواص ابداع و استفاده شده اند مانند روش همرسویی، هیدروترمال، تجزیه حرارتی، سل-ژل، آسیاکاری مکانیکی و انفجار الکتریکی سیم [۹-۱۴]. روش اخیر با توجه به مزایا و ویژگی های چشمگیرش در دو دهه گذشته مورد توجه و استفاده وسیعی قرار گرفته است. انفجار الکتریکی سیم (Electro-Explosion of Wire-EEW)، یک روش فاز بخار است که در آن، بوسیله تبخیر یک سیم فلزی نازک پس از عبور جریان الکتریکی قوی، ذرات تبخیر می شوند. در این فرآیند ابتدا با تخلیه یک منبع الکتریکی ولتاژ بالا، یک پالس جریان با دانسیته بالا داخل سیم تشکیل می شود. به دلیل نرخ بالای تزریق انرژی، دانسیته انرژی سیم از انرژی پیوند فراتر می رود. بنابراین، به سرعت به جوش می آید، نوری ساطع می شود و ترکیبی از قطرات بخار فوق اشباع و در حال جوش از سیم انفجار یافته تشکیل می شود. این فرآیند می تواند در محیط مایع یا گاز انجام شود.

مراحل این فرآیند را می توان به این صورت بیان کرد [۱۵]: ابتدا حرارت دهی سیم با عبور یک جریان الکتریکی قوی از آن انجام می شود. سپس یک ستون مایع از فلز تشکیل و جایگزین سیم می شود. ناپایدار شدن سیم باعث تشکیل سطوحی با انحنای ثابت می شود و به دلیل نیروهای مکانیکی و مغناطیسی ناشی از تخلیه و حرارت دهی، بخار فلز به صورت خطی در می آید. با شکستن قوس تشکیل شده، جریان الکتریکی قطع شده و ولتاژ ثابت می ماند. همزمان، اتم های گازی ناشی از تبخیر سیم به سرعت منتشر و بوسیله محیط مایع یا گاز پیرامون خنک می شوند و تشکیل جوانه ها و ذرات اولیه را می دهند که با پیوستن و رشد آنها، نانوذرات نهایی تشکیل می شوند (شکل ۱).

روش انفجار الکتریکی سیم تاکنون برای تولید نانوذرات متنوعی از قبیل نانوذرات طلا، نقره، آلومینیوم، اکسید مس، اکسید آلومینیوم، کاربید تنگستن و ... استفاده شده است [۱۶-۲۰]. پارامترهای مختلفی مانند قطر سیم، شدت جریان و ولتاژ اعمالی، محیط پیرامون سیم و ... بر اندازه، شکل و

۲- فعالیت‌های تجربی

با در نظر گرفتن حداقل ۷۵ ذره برای هر نمونه بدست آمده‌اند.

همانطور که از نتایج این تصاویر و داده‌های جدول ۱ مشخص است، با افزایش ولتاژ از ۳۵۰ V به ۳۸۰ V و ۴۰۰ V، میانگین اندازه ذرات به ترتیب از ۳۱/۲ nm به ۲۷/۶ nm و ۲۳/۵ nm کاهش یافته است. با افزایش ولتاژ و انرژی الکتریکی اعمالی به سیم در حال انفجار، دمای نهایی اتم‌های گازی افزایش می‌یابد و با توجه به اینکه محیط مایع سردکننده در دمای اتاق قرار دارد، نرخ سرد شدن اتم‌های گازی بالا می‌رود.

بنابراین اتم‌های گازی در جریان چگالش و تشکیل جوانه‌ها و ذرات جامد اولیه، فرصت کمتری برای به هم پیوستن و تشکیل ذرات نهایی درشت‌تر دارند و نتیجتاً با افزایش ولتاژ اعمالی، میانگین اندازه ذرات نهایی کاهش می‌یابد. این نتایج با گزارش‌های پیشین هماهنگی مناسبی دارد [۲۰-۱۷]. با توجه به نرخ یکسان سرد شدن در جهات مختلف و تشکیل مستقیم فاز جامد از اتم‌های گازی، جهت مرجع رشد وجود ندارد و ذرات بدست آمده شبه کروی تا کروی هستند.

نمودار XRD نمونه A1، A2 و A3 در شکل ۳ ارائه شده که نشانگر حضور فازهای محلول جامد Fe-Cr با ساختار bcc، اکسید آهن Fe_3O_4 و ترکیب بین فلزی AlFe است. پیک‌های مربوط به فازهای پیش گفته در شکل ۲ مشخص شده است. حضور محلول جامد Fe-Cr به عنوان فاز اصلی در محصول نهایی، هماهنگی خوبی با نتایج پژوهش‌های پیشین دارد [۲۱].

با استفاده از نرم‌افزار Xpert و روش Reitveld درصد تقریبی فازها تعیین و در جدول ۱ ارائه شده است. در این روش با استفاده از برازش منحنی مربوط به پیک اصلی فازها با مدل گوسین (بدون در نظر گرفتن background پیک) یا مدل لورنسین (با در نظر گرفتن background)، مساحت سطح زیر منحنی پیک برازش داده شده محاسبه می‌شود. درصد وزنی فازها متناسب با سطح محاسبه شده است [۲۵-۲۳].

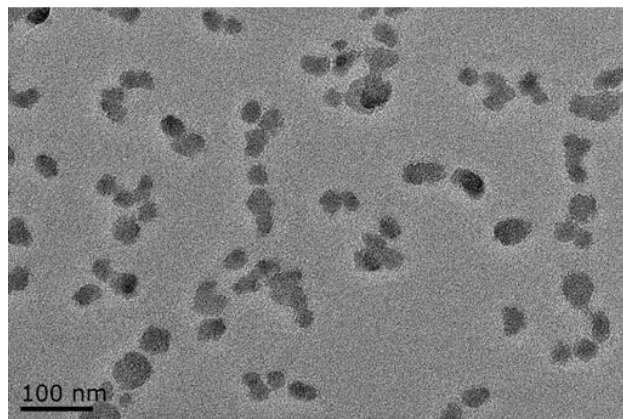
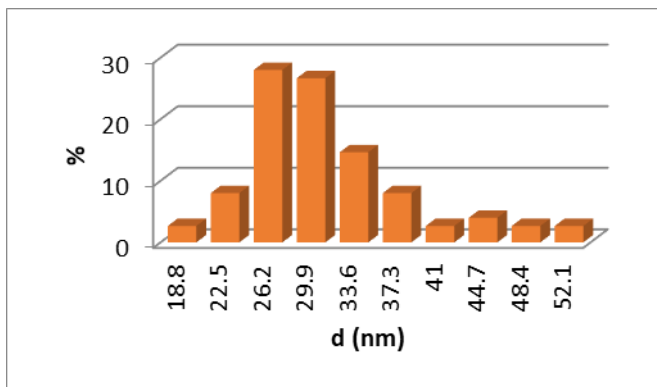
در پژوهش حاضر برای تولید نانوذرات آلیاژی Fe-Cr-Al به روش EEW، از دستگاه انفجار الکتریکی مدل PNC1K-D ساخت شرکت نانوفن آوران ایران استفاده شد. بدین منظور سیم‌های آلیاژی Fe80-Cr15-Al5 با ضخامت ۰/۱۵ mm تولید شرکت Interheat مورد استفاده قرار گرفتند. اختلاف ولتاژ اعمالی برای انفجار سیم‌ها در محدوده ۳۵۰ V تا ۴۰۰ V و ولت در نظر گرفته شد و جریان الکتریکی مورد استفاده از نوع مستقیم بود. بلافاصله پس از هر انفجار پودر سیاه‌رنگی تشکیل شد و در کف محفظه آزمایش رسوب کرد. بخشی از پودر بدست آمده پس از حذف آب و خشک شدن کامل برای مشخصه‌یابی به روش XRD آماده‌سازی شد.

بخش دیگر رسوبات پس با استفاده از امواج آلتراسونیک به صورت سوسپانسیون در آمد، سپس برای مطالعه TEM آماده‌سازی شد. یک قطره از سوسپانسیون بر روی شبکه Cu پوشش داده شده با کربن (Carbon Coated Copper grid) چکانده شد و پس از خشک شدن قطره، شبکه مسی که نانوذرات بر روی آن ثابت شده بودند، به عنوان نمونه TEM مورد مطالعه و بررسی قرار گرفت.

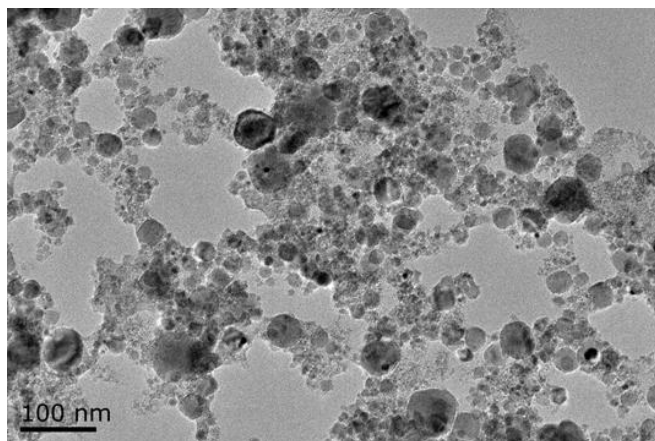
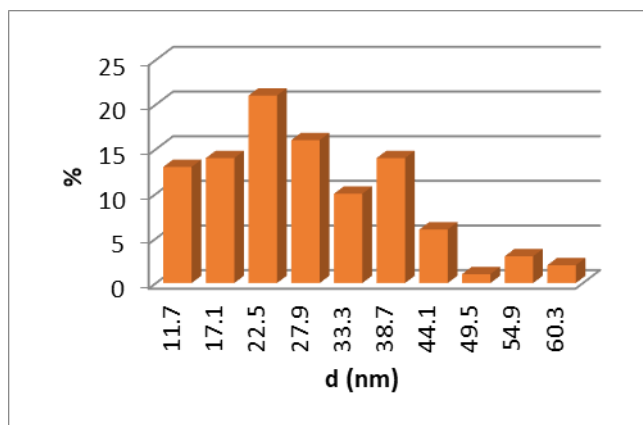
بررسی آنالیز ساختار بلوری و تخمین درصد فاز اکسیدی ذرات تولید شده، با استفاده از دستگاه پراش XRD مدل Siemens D5000 با لامپ مس ($\lambda=1.54 \text{ \AA}$) انجام شد. نرخ اسکن $0.02^\circ \text{ s}^{-1}$ با اندازه گام (step size) برابر 0.02° بود. برای تعیین مورفولوژی و اندازه ذرات نمونه‌ها، بررسی‌های TEM و HRTEM با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری شرکت Jeol مدل JEM-2010F در ولتاژ شتاب‌دهنده ۲۰۰ kV انجام شد.

۳- نتایج و بحث

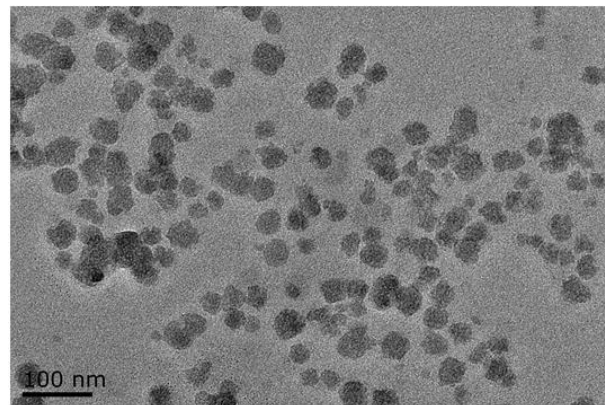
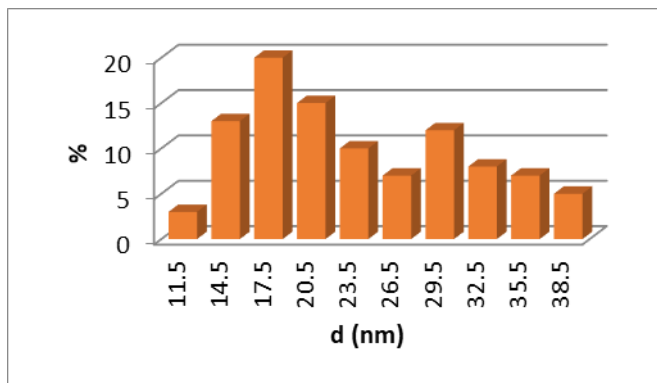
تصویر TEM و نمودار توزیع اندازه ذرات نمونه A1، A2 و A3 در شکل ۲ نشان داده شده است (جدول ۱). این نمودارها



(الف)



(ب)



(ج)

شکل ۲: تصویر TEM و نمودار توزیع اندازه ذرات Fe-Cr-Al تهیه شده در ولتاژ، الف) ۳۵۰ V با میانگین اندازه ذرات ۳۱/۲ nm (نمونه A1)، ب) ۳۸۰ V با میانگین اندازه ذرات ۲۷/۶ nm (نمونه A2) و ج) ۴۰۰ V با میانگین اندازه ذرات ۲۳/۵ nm (نمونه A3).

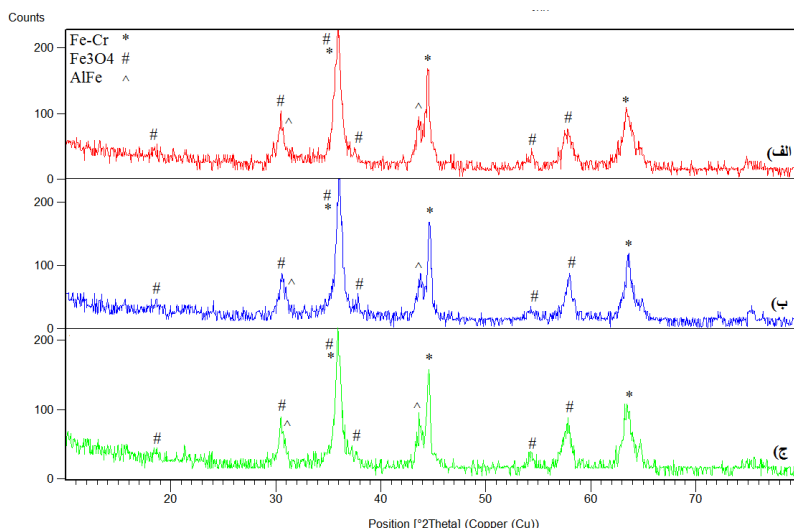
درصد تقریبی فاز اکسیدی به ترتیب از ۱۰ به ۱۱ و ۱۶ درصد افزایش یافته است. با کاهش میانگین اندازه ذرات سطح تماس ذره در حال رشد با محیط اطراف افزایش می‌یابد و مقدار اکسیژن آزاد در دسترس ناشی از تبخیر موضعی مولکول‌های آب اطراف محل انفجار سیم Fe-Cr-Al بالا می‌رود. بنابراین انتظار می‌رود با افزایش ولتاژ اعمالی و کاهش میانگین اندازه ذرات، درصد فاز اکسیدی افزایش یابد که این روند در هماهنگی با نتایج بدست آمده در پژوهش حاضر است. طبق بررسی‌های انجام شده، اثر ولتاژ اعمالی و اندازه ذره بر درصد فاز اکسیدی نانوذرات تولید شده به روش EEW تاکنون در پژوهش‌های پیشین بررسی نشده است. درصد کم فاز بین فلزی AlFe به دلیل کم بودن درصد آلومینیوم در آلیاژ اولیه Fe80-Cr15-Al5 است.

جدول ۱: شرایط تولید و مشخصات نمونه‌های تولید شده.

نمونه	ولتاژ (ولت)	قطر سیم (mm)	میانگین اندازه ذرات (nm)	درصد تقریبی فاز اکسیدی
A1	۳۵۰	۰/۱۵	۳۱/۲	۱۰
A2	۳۸۰	۰/۱۵	۲۷/۶	۱۱
A3	۴۰۰	۰/۱۵	۲۳/۵	۱۶

شکل ۴ تصاویر HRTEM نمونه A1، A2 و A3 را نشان می‌دهد که حاکی از درصد بالای فاز بلوری به ویژه در نمونه A1 و A2 است که میانگین اندازه ذرات بزرگتری دارند. به دلیل بزرگنمایی و وضوح بالا، تصویر مربوط به برخی از دسته صفحات بلوری شبکه‌ای (lattice fringes) قابل تشخیص است و با توجه به فاصله صفحات بلوری، فازهای Fe-Cr و Fe₃O₄ قابل شناسایی است. شکل ۴-الف تصویر HRTEM نمونه A1 را نشان می‌دهد. فاصله دسته صفحات موازی نشان داده شده برابر ۰/۲۱ nm است که بسیار نزدیک به فاصله دسته صفحات (۱۱۰) محلول جامد Fe-Cr با ساختار bcc و شماره کارت JCPDS معادل ۰۳۹۶-۰۳۴-۰۰ است و حاکی از وجود این فاز در نانوذرات تولید شده است.

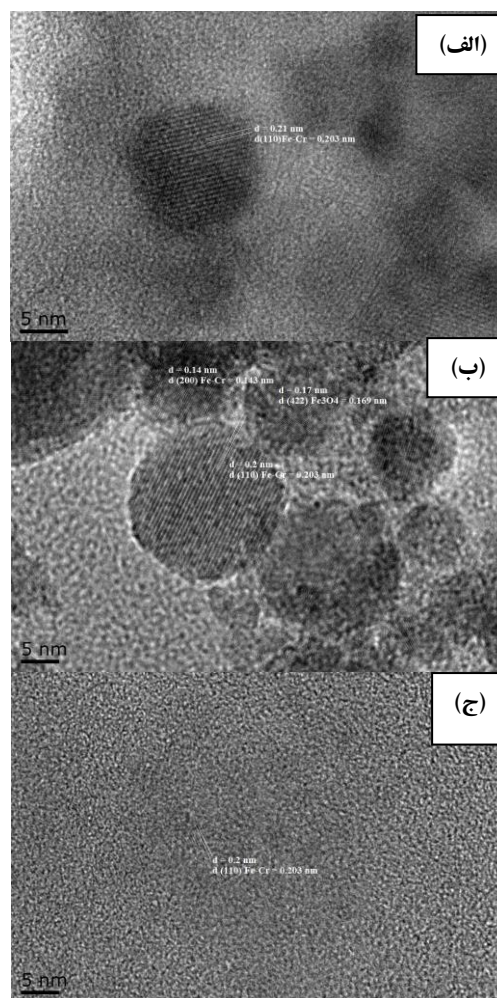
با افزایش ولتاژ از ۳۵۰ V به ۳۸۰ V و ۴۰۰ V و کاهش میانگین اندازه ذرات به ترتیب از ۳۱/۲ به ۲۷/۶ و ۲۳/۵ nm، درصد تقریبی فاز اکسیدی به ترتیب از ۱۰ به ۱۱ و ۱۶ درصد افزایش یافته است. با کاهش میانگین اندازه ذرات سطح تماس ذره در حال رشد با محیط اطراف افزایش می‌یابد و مقدار اکسیژن آزاد در دسترس ناشی از تبخیر موضعی مولکول‌های آب اطراف محل انفجار سیم Fe-Cr-Al بالا می‌رود. بنابراین انتظار می‌رود با افزایش ولتاژ اعمالی و کاهش میانگین اندازه ذرات، درصد فاز اکسیدی افزایش یابد که این روند در هماهنگی با نتایج بدست آمده در پژوهش حاضر است. طبق بررسی‌های انجام شده، اثر ولتاژ اعمالی و اندازه ذره بر درصد فاز اکسیدی نانوذرات تولید شده به روش EEW تاکنون در پژوهش‌های پیشین بررسی نشده است. درصد کم فاز بین فلزی AlFe به دلیل کم بودن درصد آلومینیوم در آلیاژ اولیه Fe80-Cr15-Al5 است. با افزایش ولتاژ اعمالی از ۳۵۰ V به ۳۸۰ V و ۴۰۰ V و کاهش میانگین اندازه ذرات به ترتیب از ۳۱/۲ به ۲۷/۶ و ۲۳/۵ nm،



شکل ۳: نمودار XRD نمونه‌های تهیه شده در ولتاژ (الف) ۳۵۰ V، (ب) ۳۸۰ V و (ج) ۴۰۰ V.

شکل ۴-ب تصویر HRTEM نمونه A2 را نشان می‌دهد که دسته صفحات مربوط به Fe-Cr و همچنین فاز Fe_3O_4 با شماره کارت ۰۴۴۹-۰۷۵-۰۱ در آن مشخص شده‌اند. در شکل ۴-ج دسته صفحات (۱۱۰) فاز Fe-Cr مشخص شده‌اند. داده‌های پیش گفته در جدول ۲ ارائه شده‌اند که تطابق مناسبی با نتایج XRD دارد.

طرح پراش الکترونی مربوط به نمونه A1 و A2 به ترتیب در شکل‌های ۵ و ۶ نشان داده شده است. از آنجا که تعداد ذرات موجود در منطقه برخورد پرتوی الکترونی با نمونه چندان زیاد نیست، طرح پراش حاصل بین حالت نقطه‌ای (مربوط به تک کریستال) و رینگ کامل (مربوط به حالت پلی کریستال و تعداد زیاد ذرات) می‌باشد. با توجه به رابطه $rd = L\lambda$ و فاصله نقاط نورانی از مرکز طرح پراش مقادیر d مربوط به دسته صفحات بلوری مختلف قابل محاسبه و تطبیق با فازهای محتمل در نمونه است. در رابطه اخیر r شعاع رینگ، d فاصله دسته صفحات با اندیس میلر مشخص و حاصلضرب $L\lambda$ ثابت دوربین میکروسکوپ الکترونی عبوری است. با توجه به رابطه پیش گفته و محاسبات انجام شده، اندیس میلر دسته صفحات مختلف در شکل مشخص شده که در تطابق مناسبی با نتایج XRD و تصاویر HRTEM است.



شکل ۴: HRTEM مربوط به نمونه (الف) A1، (ب) A2 و (ج) A3.

جدول ۲: مشخصات دسته صفحات مربوط به فاز Fe-Cr و Fe₃O₄ از تصاویر HRTEM شکل ۴.

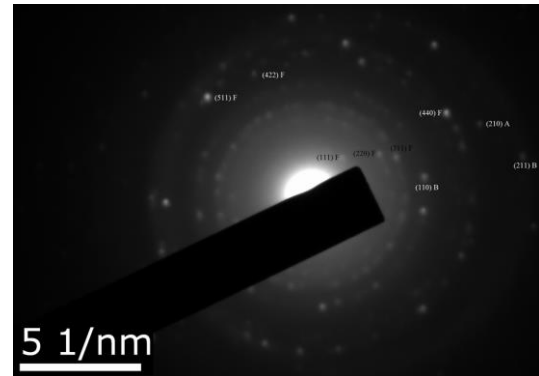
فاصله دسته صفحات JCPDS از کارت (nm)	شماره کارت JCPDS	فاز مربوطه	دسته صفحات مربوطه	فاصله صفحات موازی مشاهده شده (nm)	تصویر HRTEM
۰/۲۰۳	۰۳۹۶-۰۳۴-۰۰	Fe-Cr	۱۱۰	۰/۲۱	۴-الف
۰/۲۰۳	۰۳۹۶-۰۳۴-۰۰	Fe-Cr	۱۱۰	۰/۲	۴-ب
۰/۱۶۹	۰۴۴۹-۰۷۵-۰۱	Fe ₃ O ₄	۴۲۲	۰/۱۷	۴-ب
۰/۱۴۳	۰۳۹۶-۰۳۴-۰۰	Fe-Cr	۲۰۰	۰/۱۴	۴-ب
۰/۲۰۳	۰۳۹۶-۰۳۴-۰۰	Fe-Cr	۱۱۰	۰/۲	۴-ج

در شکل‌های ۵ و ۶ برای اختصار، فاز محلول جامد Fe-Cr با ساختار bcc با B، فاز Fe₃O₄ با F و ترکیب بین فلزی AlFe با A نشان داده شده است.

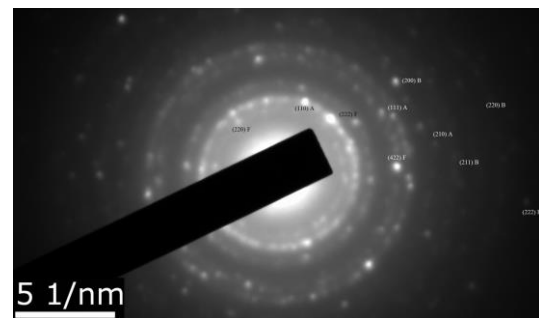
در شکل‌های ۵ و ۶ برای اختصار، فاز محلول جامد Fe-Cr با ساختار bcc با B، فاز Fe₃O₄ با F و ترکیب بین فلزی AlFe با A نشان داده شده است.

نتایج TEM و HRTEM نشان داد نانوذرات شبه کروی تا کروی با درصد بالای فاز بلوری تشکیل شد. با افزایش شدت ولتاژ اعمالی از ۳۵۰ تا ۴۰۰ V به دلیل افزایش نرخ سرد شدن اتم‌های گازی میانگین اندازه ذرات از ۳۱/۲ به ۲۳/۵ nm کاهش یافت.

بررسی طرح پراش الکترونی نمونه A1 و A2 نشانگر حضور فازهای Fe-Cr، Fe₃O₄ و AlFe است که در هماهنگی با نتایج XRD و HRTEM پژوهش حاضر و همچنین پژوهش‌های پیشین است.



شکل ۵: طرح پراش الکترونی نمونه A1، B: فاز محلول جامد Fe-Cr با ساختار bcc، F: ترکیب Fe₃O₄، A: ترکیب بین فلزی AlFe.



شکل ۶: طرح پراش الکترونی نمونه A2، B: فاز محلول جامد Fe-Cr با ساختار bcc، F: ترکیب Fe₃O₄، A: ترکیب بین فلزی AlFe.

مراجع

- [1] K.G. Wang, Y. Shen, J. Tao, X. Luo, M. Jin, Y. Xie, Z. Li, S. Guo, *Surface and Coating Technology*, **329**, 2017, 224.
- [2] A. Maleki, R. Haji, *Scientific Reports*, **8**, 2018, 1.
- [3] S. Shahnazar, S. Bagheri, S. Hamid, *International Journal of Hydrogen Energy*, **41**, 2016, 3153.
- [4] M. Gholipour, M. Mobaraki, M. Ghaffari, A. Zarebkohan, V. Omrani, A. Urbanska, *Current Pharmaceutical Design*, **23**, 2017, 2918.
- [5] A. Avellan, M. Simonin, *Nature Nanotechnology*, **13**, 2018, 1072.
- [6] R. Ahmadi, E. Ranjbarudeh, N. Gu, *Materials Science-Poland*, **30**, 2012, 382.
- [7] R. Ahmadi, N. Gu, H.R. Madaah Hosseini, *Nano-Micro Letters*, **4**, 2012, 180.

[۸] رضا احمدی، نگین جلیلی نژاد، مظهره حلی، "بررسی اثر نانوذرات اکسید آهن و اکسید آهن-سریوم تولیدشده به روش هم‌رسوبی بر پارامترهای رشد گیاه لوبیا" مجله نانومواد، ۳۶، ۱۳۹۷، ۲۱۰-۲۰۱.

- [9] N.D. Kandpal, N. Sah, R. Loshani, R. Joshi, *Journal of Scientific and Industrial Research*, **73**, 2014, 87.

۴- نتیجه گیری

نانوذرات آلیاژی Fe-Al-Cr به روش انفجار الکتریکی سیم تولید شدند که طبق نتایج XRD شامل فازهای محلول جامد

- [18] O.V. Bakina, E.A. Glazkova, N.V. Svarovskaya, N.G. Rodkevich, M.I. Lerner, *Materials letters*, **242**, 2019, 187.
- [19] G. Navendu, *Applied Surface Science*, **425**, 2017, 576.
- [20] A. Pervikov, A. Lozhkomoev, O. Bakina, M. Lerner, *Solid State Sciences*, **87**, 2019, 146.
- [21] J.Y. Yun, H.M. Lee, S.Y. Choi, S. Yang, D.W. Lee, Y.J. Kim, B.K. Kim, *Materials Transactions*, **52**, 2011, 250.
- [22] F. Sourani, M.H. Enayati, X. Zhou, S. Wang, A.H.W. Ngan, *Journal of alloys and compounds*, **792**, 2019, 348.
- [23] L.B. McCusker, R.B. Von Dreele, D.E. Cox, P. Scardi, *Journal of Applied Crystallography*, **32**, 1999, 36.
- [24] H.M. Reitveld, *Journal of applied crystallography*, **2**, 1969, 65.
- [25] T. Monecke, S. Kohler, R. Kleeberg, P.M. Herzig, *The Canadian Mineralogist*, **39**, 2001, 1617.
- [10] T. Shahjuee, S.M. Masoudpanah, S.M. Mirkazemi, *Journal of Ultrafine Grained and Nanostructured Materials*, **50**, 2017, 105.
- [11] S. Akbari, S.M. Masoudpanah, S.M. Mirkazemi, N. Aliyan, *Ceramics International*, **43**, 2017, 6263.
- [12] R. Ahmadi, A. Masoudi, H.R. Madaah Hosseini, N. Gu, *Ceramics International*, **39**, 2013, 4999.
- [13] S. Delice, M. Isik, N.M. Gasanly, *Materials Letters*, **245**, 2019, 103.
- [14] Y. Lu, *Materials Research Bulletin*, **117**, 2019, 1.
- [15] H. Hafner, *Chemical Physics Letters*, **296**, 1998, 195.
- [16] S. Krishnan, A. Haseeb, M. Johan, *Ceramics International*, **40**, 2014, 9907.
- [17] A.S. Wasfi, H.R. Humud, N.K. Fadhil, *Optics and Laser Technology*, **111**, 2019, 720.