مشخصه یابی و مکانیزم تشکیل نانوکامپوزیت زمینه آلومینیمی تقویت شده با ذرات TiO_2 به روش آسیاب مکانیکی

سهیل میرطالبی* و داوود قاسمی

دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی ساوه

(دریافت مقاله: ۱۳۹۲/۳/۹– دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۲/۸/۲۵)

چکیده – در پژوهش حاضر پودر آلومینیوم خالص به همراه ۵ درصد وزنی دی اکسید تیتانیم، در زمان‌های مختلف تحت فرایندآسیاب کاری مکانیکی قرار گرفتند. با استفاده از تحلیل فازی به وسیله پراش پرتو ایکس(XRD) مشخص شد که افزایش زمان آسیاب به بیش از ۱۰ ساعت سبب احیای تیتانیم توسط آلومینیوم شده و Al_2O_3 در ساختار تشکیل می‌شود. با ادامه فرایند، آلومینیوم با تیتانیم واکنش می‌دهد و سبب تشکیل Al_3Ti در ترکیب می‌شود. این واکنش‌ها با استفاده از روابط ترمودینامیکی، مورد بررسی قرار گرفتند. هم‌چنین پس از توزیع ذرات تقویت کننده در زمینه، با استفاده از پهن‌شدگی پیک های الگوی حاصل از پراش پرتوی ایکس(XRD)، مطابق با رابطه ویلیامسون- هال، اندازه متوسط دانه و کرنش شبکه تعیین شد و به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی(SEM)، ساختار و مورفولوژی ذرات پودر مورد بررسی قرار گرفت.

واژگان کلیدی : نانوکامپوزیت، زمینه آلومینیم، ذرات TiO_2، آسیاب مکانیکی

Characterization and Formation Mechanism of Aluminum Based Nanocomposites Reinforced with TiO_2 Particles by Mechanical Milling

S. Mirtalebi and D. Ghasemi

Department of Materials Science and Engineering, Islamic Azad University of Saveh, Saveh, Iran.

Abstract: ***In the present study, pure Aluminum powder with 5%wt Titanium Dioxide was mechanically milled at different times. Using phase analysis through X-ray diffraction (XRD), it was found that increasing of the milling times over 10 hours causes the reduction of Titanium by Aluminum and formation of Al2O3 in the structure. Also, it was shown that if the process persists, Aluminum reacts with Titanium and causes the formation of Al3Ti in the composition. The reactions were studied through the thermodynamic relations. Furthermore, after distribution of reinforcement particles in the matrix,***

* مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: soheil.mirtalebi@gmail.com

[DOR: 20.1001.1.2251600.1393.33.2.9.7]

using X-ray diffraction peak broadening, according to Williamson-Hall equation, the mean crystallite size and lattice strain were determined, and by scanning electron microscopy (SEM), the structure and morphology of the powder particles were studied.

Keywords: *Nanocomposites, Aluminum Based, TiO_2 Particles, Mechanical Milling*

۱- مقدمه

کامپوزیت های زمینه آلومینیومی گروهی از مواد مهندسی پیشرفته اند که ویژگی‌های منحصر به فردی نسبت به آلیاژهای آلومینیوم مرسوم دارند. با توسعه روش‌های جدید تولید و استفاده از مواد کم هزینه، استفاده از این کامپوزیت‌ها در طیف گسترده ای از صنایع، در حال افزایش است. کاربرد عمده این مواد در صنایع ساخت هواپیما و خودرو، به دلیل وزن سبک و استحکام بالای آنهاست. ترکیب خواص فلزی و سرامیکی در کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی منجر به خواص منحصر به فردی می‌شود. در کامپوزیت‌های زمینه آلومینیومی از کاربیدها، نیتریدها، اکسیدها و سایر مواد به عنوان فاز تقویت کننده استفاده می‌شود [۱-۹]. روش‌های مختلفی برای تولید کامپوزیت‌های نانوساختار با زمینه آلومینیوم وجود دارد. در این خصوص روش‌های متالورژی پودر، منحصر به فرد شد، زیرا با این روش‌ها می‌توان کامپوزیت‌های زمینه فلزی با توزیع یکنواخت ذرات در ابعاد نانومتر را تولید نمود که با سایر روش‌ها ممکن نیست. آسیاب مکانیکی یکی از روش‌های متالورژی پودر است که سبب تولید کامپوزیت‌های زمینه فلزی با ساختار اصلاح شده می‌شود. در این روش، شکل ذرات پودر آسیاب شده نامنظم است و ذرات پودر به شدت کارسخت شده‌اند [۱۰]. به‌طور کلی سه اتفاق در حین آسیاب پودرها رخ می‌دهد. در مرحله اول، ذرات پودر به همراه مقدار کمی شکست و تغییر شکل پلاستیک روی هم می‌لغزند. در مرحله دوم، ذرات پودر دچار مقداری تغییر شکل به صورت الاستیک و پلاستیک می‌شود و جوش سرد بین ذرات رخ می‌دهد. در مرحله سوم، ذرات پودر، کارسخت شده و دچار شکست می‌شوند [۱۱-۱۳]. هدف از این پژوهش، در گام نخست تولید پودر نانوکامپوزیت زمینه آلومینیومی با تقویت کننده‌های TiO_2، به روش آسیاب مکانیکی و در گام بعد بررسی واکنش‌های انجام شده در حین تولید به روش آسیاب مکانیکی و در آخر مشخصه یابی محصول با استفاده از پراش پرتوی ایکس (XRD) و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) است.

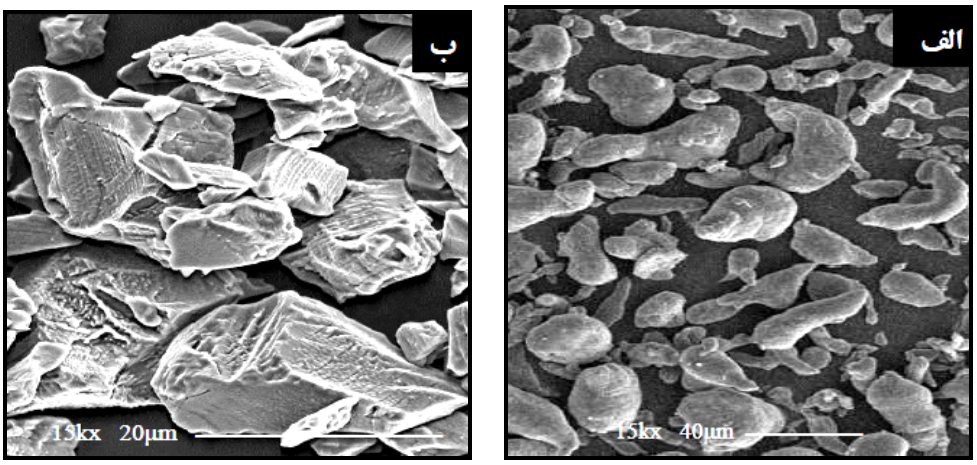
۲- مواد و روش تحقیق

از پودر آلومینیوم با خلوص ۹۹/۷ درصد و دانسیته gr/cm^3 ۲/۷ به عنوان زمینه فلزی بهره گرفته شد که اندازه متوسط ذرات پودر آلومینیوم ۴۰ میکرومتر بود. هم‌چنین از پودر دی اکسید تیتانیم با خلوص بیش از ۹۹/۸۴۵ درصد و دانسیته gr/cm^3 ۴/۲۳ استفاده شد که ۷۹/۹۰ درصد آن فاز آناتاز و مابقی را فاز روتایل تشکیل می‌داد. اندازه متوسط ذرات پودر دی اکسید تیتانیم، ۲۰ میکرومتر بود. مورفولوژی مواد اولیه در شکل (۱) قابل مشاهده است.

مواد یادشده به صورت مخلوط پودر آلومینیوم با ۵ درصد وزنی دی اکسید تیتانیم که به همراه ۳ درصد وزنی اسید استئاریک ($CH_3(CH_2)_{16}CO_2H$)، به عنوان عامل کنترل کننده فرایند مورد آسیاب قرار گرفتند.

فرایند آسیاب مکانیکی در آسیاب سیاره ای با سرعت ۳۰۰ دور در دقیقه انجام پذیرفت. جنس محفظه آسیاب و گلوله‌های مورد استفاده از فولاد زنگ نزن، قطر گلوله ها برابر با ۸ میلی‌متر و نسبت وزنی گلوله به پودر هم ۱۰ به ۱ در نظر گرفته شد. فرایند آسیاب مکانیکی تحت اتمسفر گاز خنثی آرگون انجام گرفت. در زمان های ۰، ۵، ۱۰، ۱۵ و ۲۰ ساعت از مخلوط پودری، نمونه گیری شد. به منظور بررسی فازهای موجود و مقایسه پهنای پیک، از دستگاه پراش پرتو ایکس مدل X-PERTPRO استفاده شد. هم‌چنین در تمام الگوها از پرتو تک موج CuKα با طول موج ۱/۵۴۲ انگستروم بهره گرفته شد.

[DOR: 20.1001.1.2251600.1393.33.2.9.7]



شکل ۱- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM): الف) پودر آلومینیوم و ب) پودر دی اکسید تیتانیم.

تعیین اندازه دانه و کرنش شبکه به روش ویلیامسون- هال مطابق با رابطه (۱) و با استفاده از نرم افزارهای X'Pert High Score و Sigma Plot انجام شد:

$$\beta\cos\theta = \frac{K\lambda}{d} + 4\varepsilon\sin\theta \qquad (۱)$$

به طوری که λ طول موج، K ثابت شرر (که برابر با ۰/۹۱است)، d اندازه دانه، ε کرنش شبکه، θ زاویه پراش و β مبین پهن‌شدگی پیک‌هاست [۱۴- ۱۷]. هم‌چنین برای بررسی مورفولوژی و ساختار حاصل، از دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل VEGA\\TESCAN استفاده شد.

۳- نتایج و بحث

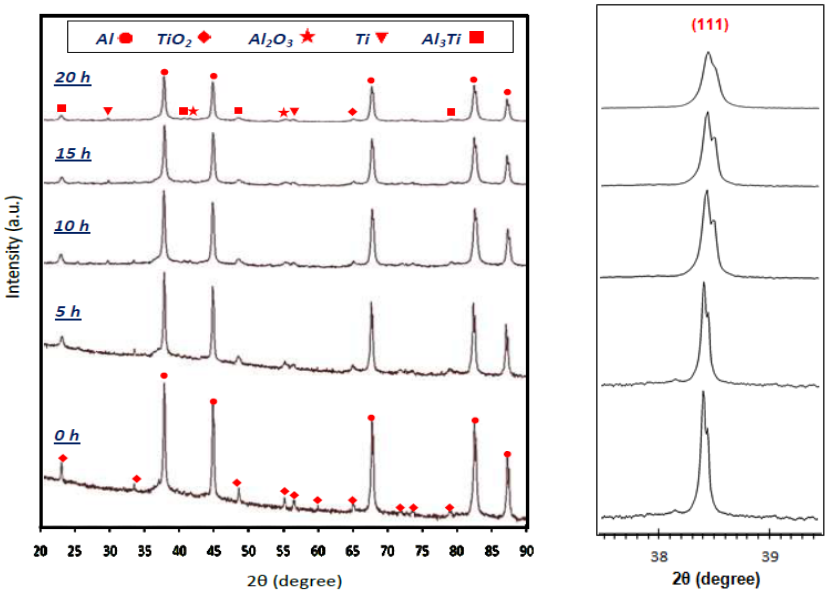
شکل (۲)، الگوی حاصل از پراش پرتو ایکس نانوکامپوزیت را نمایش می‌دهد. چنانچه مشاهده می‌شود، با افزایش زمان آسیاب پیک‌ها دچار پهن‌شدگی می‌شوند. این پهن‌شدگی ناشی از ریز شدن اندازه دانه‌هاست. ریز شدن اندازه دانه‌ها در اثر برخوردهای مکرر ذرات پودر با گلوله‌ها و جداره محفظه آسیاب رخ می‌دهد. به دلیل برخوردهای مکانیکی شدید ذرات پودر با جداره آسیاب و گلوله ها، نابجایی‌ها در یک دیگر قفل می‌شوند و ذرات دچار کارسختی شده، مرزهای فرعی تشکیل می‌شود. تشکیل این مرزهای فرعی سبب کوچک‌تر شدن اندازه دانه‌ها به مقادیر کم‌تر و تقسیم شدن آن‌ها می‌شود. با افزایش زمان آسیاب، فرایند تغییر شکل ذرات، با نرخ کم تری نسبت به ساعات آغازین آسیاب پیش می‌رود [۱۸و۱۹].

آسیاب مکانیکی از انواع فرایندهای غیرتعادلی است که در آن انرژی مکانیکی به عنوان نیروی محرکه فرایند، استفاده می‌شود. آسیاب مکانیکی منجر به افزایش نیروی محرکه ترمودینامیکی و هم‌چنین افزایش سرعت فرایند می‌شود. این افزایش سرعت با کاهش ابعاد ذرات و حتی شکست پیوند بین اتم‌ها حاصل می‌شود. البته عیوب ایجاد شده نیز سرعت فرایند را افزایش می‌دهند [۲۰]. مشاهده می‌شود با افزایش زمان آسیاب به بیش از ۱۰ ساعت، پیک های مربوط به دی اکسید تیتانیم محو شده، پیک های مربوط به اکسید آلومینیوم (Al_2O_3) و تیتانیم ظاهر می‌شوند. این موضوع با توجه به شکل (۳)، که دیاگرام الینگهام را نمایش می‌دهد، توضیح داده می‌شود. بر اساس این دیاگرام با توجه به پایین تر بودن خط اکسیداسیون آلومینیوم نسبت به خط اکسیداسیون تیتانیم، آلومینیوم می‌تواند مطابق واکنش (۲) تیتانیم را احیاء کند. با افزایش زمان آسیاب، مقدار تیتانیم احیاء شده در ترکیب، بیش تر شده، سبب می‌شود تعداد پیک‌های مربوط به اکسید آلومینیوم و تیتانیم افزایش یابند.

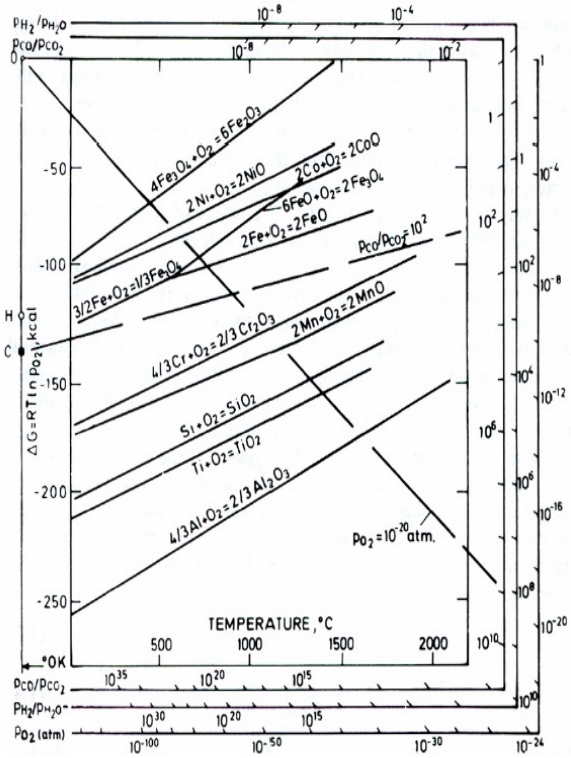
$$4Al_{(S)} + 3TiO_{2(S)} \rightarrow 2Al_2O_{3(S)} + 3Ti_{(S)} \qquad (۲)$$

گرمای تشکیل و آنتروژی واکنش فوق در دمای اتاق به ترتیب برابر با J ۵۱۹۴۰۰- و JK^{-1} ۷۱/۱۸ است که پس از

[DOR: 20.1001.1.2251600.1393.33.2.9.7]



شکل۲- الگوی حاصل از پراش پرتوی ایکس نانوکامپوزیت.



شکل ۳- دیاگرام الینگهام [۲۱].

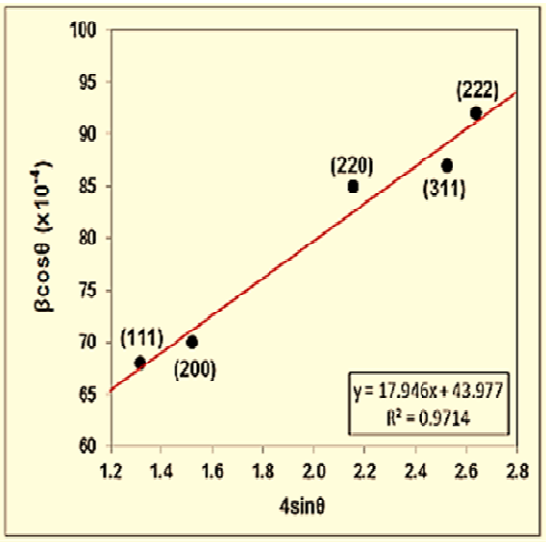
جای‌گذاری در رابطه (۳) [۲۲]، مقدار انرژی آزاد واکنش فوق در دمای اتاق به دست می‌آید.

$$\Delta G_{f,T} = \Delta H_{f,T} + T\Delta S_{f,T} \quad (۳)$$

$$\Delta G_{f,298} = -519400 + 71.18 \times (298K) = -498188.36J \quad (۴)$$

تغییرات انرژی آزاد این واکنش برابر J ۴۹۸۱۸۸/۳۶- ژول است که منفی بودن مقدار تغییرات انرژی آزاد نشان دهنده خودبه خودی

[DOR: 20.1001.1.2251600.1393.33.2.9.7]



شکل۴- نمودار ویلیامسون- هال ($\beta\cos\theta$ - $4\sin\theta$) برای پودر نانوکامپوزیت $Al\text{-}5\%wtTiO_2$ پس از ۲۰ ساعت آسیاب.

بودن واکنش از نظر ترمودینامیکی است. بر اساس واکنش فوق به ازای تشکیل ۳ مول تیتانیم، ۴ مول آلومینیوم و ۳ مول دی اکسید تیتانیم مصرف می‌شوند.

با افزایش زمان آسیاب تعداد پیک‌های مربوط به تیتانیم و آلومینا افزایش می‌یابد. هم‌چنین با ادامه فرایند آسیاب مکانیکی، مجدداً ترکیب دچار تغییر شود، به گونه‌ای که طی واکنش (۵)، مقادیر آلومینیوم باقی مانده در ترکیب، با تیتانیم احیاء شده وارد واکنش می‌شوند.

$$3Al_{(S)} + Ti_{(S)} \rightarrow Al_3Ti_{(S)} \qquad (۵)$$

گرمای تشکیل واکنش فوق (ΔH_f) در دمای اتاق، برابر با ۱۴۶۴۴۰J- و آنتروپی آن هم برابر JK^{-1} ۱۲/۰۴۷- است که پس از جای‌گذاری در رابطه (۳) مقدار انرژی آزاد واکنش فوق در دمای اتاق به دست می‌آید:

$$\Delta G_{f,298} = -146440 - 12.047 \times (298K) \qquad (٦)$$

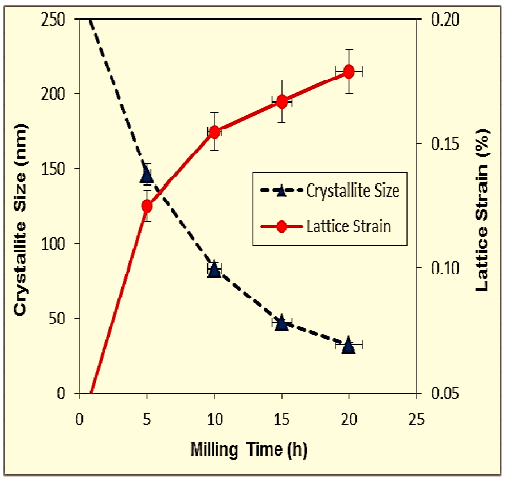
$$= -150030.006J$$

که منفی بودن مقدار تغییرات انرژی آزاد نشان دهنده خود به خودی بودن واکنش از نظر ترمودینامیکی است. بر اساس واکنش فوق، به ازای تشکیل ۱ مول Al_3Ti ، ۳ مول آلومینیوم و ۱ مول تیتانیم مصرف می‌شوند.

برای تعیین اندازه متوسط دانه‌ها به روش ویلیامسون- هال از مقادیر پهن‌شدگی پیک‌ها استفاده شده است. شکل (۴) نمودار ویلیامسون- هال را برای نانوکامپوزیت پس از ۲۰ ساعت آسیاب نمایش می‌دهد.

مطابق با رابطه ویلیامسون- هال، دو نوع پهن‌شدگی در پیک‌ها اتفاق می‌افتد. پهن‌شدگی ناشی از کرنش شبکه و پهن‌شدگی ناشی از تغییر اندازه دانه که برای اندازه دانه‌های کوچک‌تر از ۵۰۰ نانومتر معتبر است. به طور کلی عوامل متعددی در پهن‌شدگی الگوی (XRD) پودرها تأثیر گذارند. برای مثال نقص شبکه باعث افزایش پهن‌شدگی می‌شود که ممکن است مستقل و یا وابسته به درجه بازتاب باشد. در صورتی که بلور در اثر وجود عیوبی مانند نابجایی‌ها، نقص چیده شدن و یا دوقلویی‌ها به حوزه‌های کوچک‌تر تقسیم گردد، پهن‌شدگی ناشی از کریستالیت‌ها روی می‌دهد. در حقیقت تحلیل اندازه کریستالیت‌ها در نمونه حاوی این عیوب، تخمین اندازه این حوزه‌ها است. از طرف دیگر، نابجایی‌ها، جاهای خالی، اتم‌های بین نشین، اتم های جانشین و عیوبی از این قبیل باعث پهن‌شدگی ناشی از کرنش می‌شوند. با این وجود هر دو نوع پهن‌شدگی یادشده به یکدیگر مرتبط‌اند، زیرا به طور مثال نابجایی‌ها منجر به ایجاد حوزه‌های پراشی متعدد و در نتیجه منجر به پهن‌شدگی پیک‌های حاصل

[DOR: 20.1001.1.2251600.1393.33.2.9.7]



شکل۵- نمودار تغییرات اندازه دانه و کرنش برحسب زمان آسیاب.

از الگوی (XRD) می‌شوند. دانسیته بالای عیوب کریستالی تولید شده در اثر آسیاب‌کاری مکانیکی سبب افزایش کارسختی ذرات پودر می‌شود. به دلیل تغییر شکل پلاستیکی شدید و شکست‌های مداوم، ابعاد کریستالی ذرات کاهش می‌یابد که پهن‌شدگی پیک های الگوی پراش پرتو ایکس، مبین این نکته می‌باشد. سطح زیاد ذرات پودر آسیاب کاری شده، بیان گر مقدار زیاد انرژی ذخیره شده در ذرات است [۱۲ و۲۳]. عرض از مبدأ خطوط نمودار ویلیامسون- هال، اندازه متوسط دانه را مشخص می‌کند. هم‌چنین شیب خطوط نیز مبین کرنش ایجاد شده در شبکه است [۱۷-۱۴].

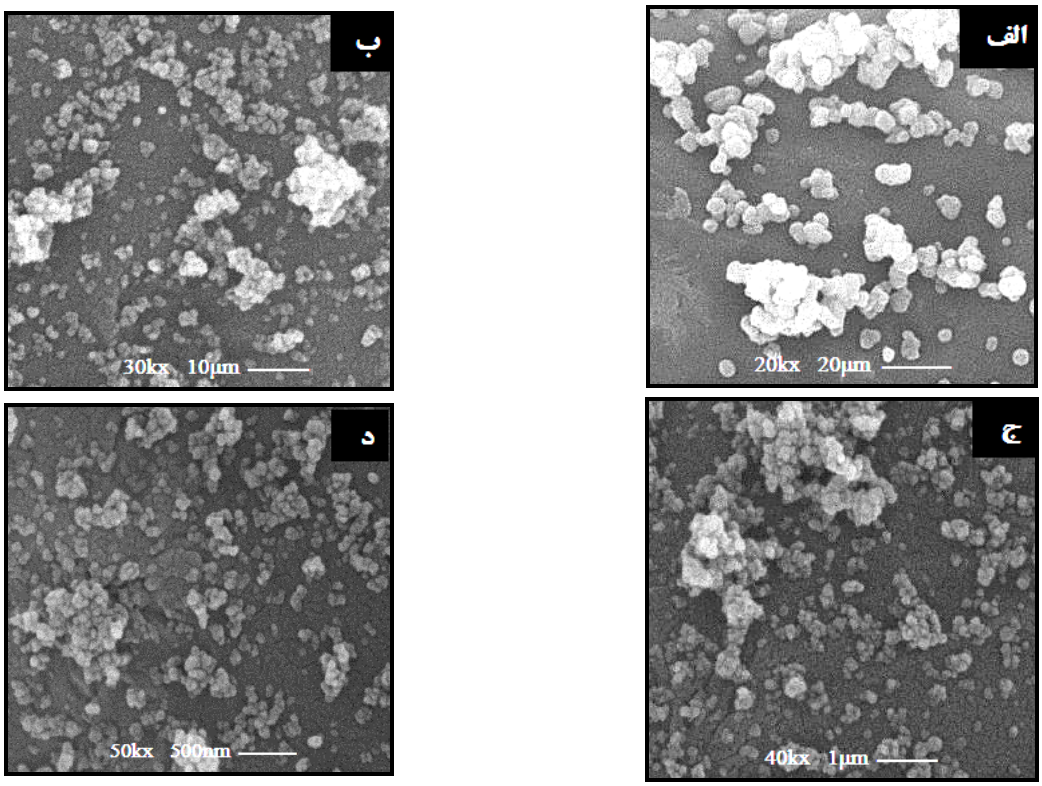
شکل (۵) نمودار تغییرات اندازه متوسط دانه و کرنش را بر حسب زمان آسیاب نمایش می‌دهد. چنانچه ملاحظه می‌شود، با کاهش اندازه متوسط دانه‌ها، مقدار کرنش ایجاد شده در شبکه افزایش یافته است. وجود این کرنش در شبکه به دلیل تغییر شکل‌های الاستیکی است که در اثر فرایند غیرتعادلی آسیاب مکانیکی ایجاد شده است. هم‌چنین کاهش اندازه متوسط دانه‌ها در زمان‌های ابتدایی آسیاب مکانیکی نرخ بیشتری داشته که با افزایش زمان آسیاب، این روند، شدت کم‌تری می‌گیرد [۲۳ و ۲۴].

با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، مورفولوژی و ساختار پودر نانوکامپوزیت، بررسی شد که شکل (۶) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از پودر نانوکامپوزیت را در زمان‌های مختلف بعد از آسیاب نشان می‌دهد. چنانچه مشاهده می‌شود، مورفولوژی ذرات پودر کروی است. در زمان‌های ابتدایی آسیاب، ذرات پودر تمایل به آگلومره شدن دارند و با افزایش زمان آسیاب این موضوع کاهش پیدا می‌کند. سیستم تحت آسیاب $Al\text{-}TiO_2$ از نوع انعطاف پذیر- ترد است که دلیل اصلی کلوخه شدن ذرات وجود عامل انعطاف پذیرآلومینیوم است، زیرا آلومینیوم فلزی با انعطاف پذیری بالاست که در زمان های ابتدایی به دلیل عدم برقراری تعادل بین نرخ جوش سرد و شکست ذرات پودر آن تمایل به کلوخه شدن دارند. با افزایش زمان آسیاب به بیش از ۱۰ ساعت یک تعادل نسبی بین نرخ جوش سرد و شکست برقرار می‌شود که سبب کاهش کلوخه شدن ذرات پودر می‌شود. می‌توان پیش‌بینی کرد که با ادامه فرایندآسیاب مکانیکی به بیش از ۲۰ ساعت، تمایل ذرات به شکست نسبت به جوش سرد افزایش می‌یابد [۲۴].

۴- نتیجه‌گیری

آسیاب مکانیکی پودر آلومینیوم به همراه ۵ درصد وزنی دی اکسید تیتانیم، به وسیله آسیاب سایشی با سرعت ۳۰۰ دور در دقیقه و در زمان ۲۰ ساعت سبب توزیع مناسب ذرات تقویت کننده در زمینه می‌شود. با استفاده از رابطه ویلیامسون- هال اندازه متوسط دانه ۳۰ نانومتر بدست آمد. هم‌چنین در زمان‌های

[DOR: 20.1001.1.2251600.1393.33.2.9.7]



شکل ۶- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، پودر نانوکامپوزیت، پس از زمان‌های مختلف آسیاب : الف) ۵ ساعت، ب) ۱۰ ساعت، ج) ۱۵ ساعت و د) ۲۰ ساعت.

بیش از ۱۰ ساعت، طی یک واکنش خود به خودی (به لحاظ ترمودینامیکی)، آلومینیوم، تیتانیم را احیاء نموده، سبب تشکیل Al_2O_3 در ساختار می‌شود که با ادامه فرایند، آلومینیوم با تیتانیم احیاء شده نیز واکنش داده، سبب تشکیل Al_3Ti می‌شود. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) نشان می‌دهد که در زمان های ابتدایی آسیاب به دلیل عدم برقراری تعادل بین نرخ جوش سرد و شکست ذرات، ذرات پودر به کلوخه شدن تمایل دارند که با افزایش زمان آسیاب به بیش از ۱۰ ساعت یک تعادل نسبی بین نرخ جوش سرد و شکست ذرات برقرار شده که سبب کاهش کلوخه شدن ذرات پودر می‌شود.

مراجع

1. Smagorinski M.E., Tsantrizos P.G., Grenier S., Cavasin A., Brzezinski T., Kim G.,"The Properties and Microstructure of Al-Based Composites Reinforced With Ceramic Particles", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 244, pp. 86–90, 1998.
2. Prabhu B., Suryanarayana C., Ana Vaidyanathan L. R., "Synthesis and Characterization of High Volume Fraction Al–Al_2O_3 Nanocomposite Powders by High-Energy Milling", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 425, pp. 192–200, 2006.
3. Tavoosi M., Karimzadeh F., Enayati M.H., Heidarpour A.,"Bulk Al–Zn/Al_2O_3 Nanocomposite Prepared by Reactive Milling and Hot Pressing Methods", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 475, pp. 198–201, 2009.
4. Goussous S., Xu W., Wu X., Xia K., "Al–C Nanocomposites Consolidated by Back Pressure Equal Channel Angular Pressing", *Composites Science and Technology*, Vol. 69, pp. 1997–2001, 2009.
5. Li Y., Zhao Y.H., Ortalan V., Liu W., Zhang Z.H., Vogt R.G., Browning N.D., Lavernia E.J., Schoenung J.M., "Investigation of Aluminum-Based Nanocomposites with Ultra-High Strength", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 527, pp. 305–316, 2009.
6. Sivasankaran S., Narayanasamy R., Ramesh T.,

[DOR: 20.1001.1.2251600.1393.33.2.9.7]

Prabhakar M., "Analysis of Workability Behavior of Al–SiC P/M Composites Using Backpropagation Neural Network Model and Statistical Technique", *Computational Materials Science*, Vol. 47, pp. 46–59, 2009.
7. Sajjadi S.A., Ezatpour H.R., Torabi Parizi M., "Comparison of Microstructure and Mechanical Properties of A356 Aluminum Alloy/Al_2O_3 Composites Fabricated by Stir and Compo-Casting Processes", *Materials and Design*, Vol. 34, pp. 106–111, 2012.
8. Zhu H., Jiang Y., Yao Y., Song J., Li J., Xie Z., "Reaction Pathways, Activation Energies and Mechanical Properties of Hybrid Composites Synthesized In-Situ From Al-TiO_2-C Powder Mixtures", *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 137, pp. 532-542, 2012.
9. Suryanarayana C., Al-Aqeeli N, "Mechanically Alloyed Nanocomposites", *Progress in Materials Science*, Vol. 58, pp. 383–502, 2013.
10. Goytia-Reyes R., Gallegos-Orozco V., Flores-Zũniga H., Alvarado-Hernandez F., Huirache-Acũna R., Martinez-Sanchez R., Santos-Beltran A., "Microstructure and Properties in Al–C–Cu System Produced by Mechanical Milling", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 485, pp. 837–842, 2009.
11. Zebarjad S.M., Sajjadi S.A., "Microstructure Evaluation of Al–Al_2O_3 Composite Produced by Mechanical Alloying Method", *Materials and Design*, Vol. 27, pp. 684–688, 2006.
12. Suryanarayana C., "Mechanical Alloying and Milling", *Progress in Materials Science*, Vol. 46, pp.1-184, 2001.
13. Zhang D.L., "Processing of Advanced Materials Using High-Energy Mechanical Milling", *Progress in Materials Science*, Vol. 49, pp. 537–560, 2004.
14. Mote D.V., Purushotham Y., Dole B.N., "Williamson-Hall analysis in estimation of lattice strain in nanometer-sized ZnO particles", *Journal of Theoretical and Applied Physics*, Vol. 6:6 , PP. 1-8, 2012.
15. Venkateswarlu K., ChandraBose A., Rameshbabu N., "X-ray Peak Broadening Studies of Nanocrystalline Hydroxyapatite", *Physica B*, Vol.405, PP. 4256-4261, 2010.
16. Sivasankaran S., Sivaprasad K., Narayanasamy R., Satyanarayana P.V., "X-Ray Peak Broadening Analysis Of AA6061100−X−X Wt.% Al_2O_3 Nanocomposite Prepared by Mechanical Alloying", *Materials Characterization*, Vol. 62, PP. 661-672, 2011.
17. Williamson G.K., Hall W.H.,"X-Ray Line Broadening from Filed Aluminium and Wolfram", *Acta Metallurgica*, Vol. 1, PP. 22-31, 1953.
18. Estrada-Guel I., Carreño-Gallardo C., Leyva-Porras C., Martínez-Sánchez R., "Effect of Process Parameters on Micro and Macro-Properties of an Al-Based Nanocomposite Prepared by Means of Mechanical Milling", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 589, pp. 585-589, 2014.
19. S. Kumaran, T. Sasikumar, R. Arockiakumar, T. Srinivasa Rao, "Nanostructured Titanium Aluminides Prepared by Mechanical Alloying and Subsequent Thermal Treatment", *Powder Technology*, Vol. 185, PP. 124–130, 2008.
20. Suryanarayana C., "Nanocrystalline Materials", *International Materials Reviews*, Vol. 40, PP.41-64, 1995.
21. Stempo M.J., "The Ellingham Diagram: How to Use it in Heat-Treat-Process Atmosphere Troubleshooting", *Industrial Heating*, PP. 55–60, 2011.
22. Rafiei M., Enayati M.H., Karimzadeh F., "Thermodynamic Analysis of Solid Solution Formation in the Nanocrystalline Fe–Ti–Al Ternary System During Mechanical Alloying", *journal of chemical Thermodynamics*, Vol. 59, PP. 243-249, 2013.
23. Yadav T.P., Yadav R.M., Singh D.P., "Mechanical Milling: a Top Down Approach for the Synthesis of Nanomaterials and Nanocomposites", *Nanoscience and Nanotechnology*, Vol. 2, PP.22-48, 2012.
24. Suryanarayana C., "Mechanical Alloying and Milling", *Marcel Dekker, 270 Madison Avenue, New York*, NY 10016, U.S.A, 2004.

[DOR: 20.1001.1.2251600.1393.33.2.9.7]