

文章编号: 1004-0609(2004)01-0006-07

MA 制备 W-Ni-Fe 纳米复合粉末的工艺优化^①

范景莲, 汪登龙, 黄伯云, 曹建虎, 马运柱
(中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 长沙 410083)

摘要: 研究了 90W-7Ni-3Fe 混合粉末在行星式高能球磨机中的机械合金化(MA)工艺。在一定条件下球磨后, 采用 XRD 分析了粉末相变化、晶块尺寸和晶格畸变, 采用 SEM 对粉末形貌进行了分析。研究了球磨时间、球磨机转速、球料比、球装填系数、不同的表面活性剂等因素对粉末性能的影响。确定了机械合金化制备 W-Ni-Fe 纳米复合粉末的最优化工艺: 球磨转速为 200r/min, 球装填系数为 6%~12%, 球料比为 10:1, 液体介质比为 $V_{\text{液体}}:V_{(\text{球}+\text{料})}=1.4\sim 2.0$ 。不同种类的过程控制剂对 MA 粉末分散和粉末的成形性有很大的影响, 采用 8[#] 过程控制剂能在有效分散 MA 粉末的同时具有好的成形性。

关键词: 机械合金化; 钨合金; 工艺优化; 过程控制剂

中图分类号: TF125.2; TG146.4

文献标识码: A

Optimization on mechanical alloying process of 90W-7Ni-3Fe nano-crystalline composite powder

FAN Jing-lian, WANG Deng-long, HUANG Bai-yun, CAO Jian-hu, MA Yun-zhu

(State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China)

Abstract: The elemental powder mixture of 90W-7Ni-3Fe was mechanically alloyed in the QM-2SP16 planetary high energy ball mill. The optimal MA process was investigated. MA-ed composite powder characteristics such as particle size, BET and component of mechanical alloyed powder were examined. The structure, crystalline size, lattice deformation and morphology of the powders were analyzed by means of XRD and SEM. The parameters of mechanical alloying process such as milling time, milling speed, ball-to-powder ratio, ball filling ratio and the different process control agents were studied in order to understand their influences on the powder characteristics. The optimal mechanical alloying process of producing a W-Ni-Fe nano-crystalline composite powder was obtained: milling speed, ball-to-powder ratio, ball filling ratio and liquid-to-balls-and-powders ratio are 200r/min, 10:1, 6%~12% and 1.4~2.0, respectively. Process control agents have important effects on the characteristics and shaping-ability of the MA-ed powders, and the powders are scattered effectively and have good shaping-ability when process control agent 8[#] was added.

Key words: mechanical alloying; tungsten heavy alloy; process optimization; process control agents

机械合金化(mechanical alloying, MA)是制备纳米晶材料、金属间化合物、金属基复合材料、弥散强化材料、过饱和固溶体等多种新型材料的一种有效的方法^[1, 2]。与其它制备纳米复合粉末的方法如喷雾干燥法^[3]、冷凝干燥法^[4]、溶胶凝胶法^[5]、反应喷射沉积法^[6]等相比,机械合金化有如下优点:

设备较简单,成本较低,适合于工业化大批量的生产。其不足之处是容易引入夹杂。采用机械合金化法制备钨合金纳米复合材料受到了国内外学者的广泛重视^[7, 8],并且从工艺^[8]、机理^[9, 10]和理论模型^[11-14]上对机械合金化进行了相关的研究。在转速为 75r/min,球料比为 20:1 和球装填系数为

① 基金项目:湖南省纳米中心资助项目(01JZY2057);湖南省科研计划项目(01GKY2073)

收稿日期:2003-04-01;修订日期:2003-07-10

作者简介:范景莲(1967-),女,教授,博士。

通讯作者:范景莲,教授;电话:0731-8836652;E-mail:fjl@mail.csu.edu.cn

15% 时球磨 93W-5.6Ni-1.4Fe 合金 48h 后达到了稳定态, 最终得到 16nm 的晶粒^[8]。在国内, 有人研究用高能球磨制备 W-Ni-Fe 合金过程中研磨球、气氛以及过程控制剂对粉末性能的影响^[7, 15], 研究表明采用 W 球可以有效地细化颗粒, 并且不会引入杂质。同时, 采用氩气保护比采用氮气好, 原因是采用氮气会在球磨过程中引入夹杂。加入过程控制剂可以改变 W、Ni、Fe 的机械合金化过程, 改善粉末的性能, 同时还可以减少粉末的粘球和粘壁现象。机械合金化涉及到多方面的过程参数(如球磨时间、球料比、球磨介质、充填系数、过程控制剂等), 目前尚缺乏系统的研究。为此, 本文作者研究了用机械合金化制备 90W-7Ni-3Fe 纳米复合粉末的工艺优化。

1 实验

实验中所用的粉末有还原钨粉(F_{SSS} 2.84 μm , 纯度 > 99.98%)、羰基镍粉(F_{SSS} 3.5 μm , 纯度 > 99%)和羰基铁粉(F_{SSS} 5.4 μm , 纯度 > 99%)。将钨、镍、铁粉按质量比 90: 7: 3 混合放入真空不锈钢球磨罐内, 以无水酒精(分析纯)作为球磨介质, 研磨球为纯钨球, 并加入一定量过程控制剂(process control agent, PCA), 抽真空后充入高纯氩气作为保护气氛。以不同的转速在 QM-2SP16 行星式球磨机中球磨不同的时间。球磨后的粉末经真空干燥后进行性能检测。

采用费氏粒度仪测量其费氏粒度; 用低温氮气吸附法在 BET 氮气吸附装置上测量粉末的比表面; 用日产 3014-2Z 型 X 射线自动衍射仪对粉末进行物相分析, 并确定粉末的晶粒尺寸大小及晶格畸变的大小; 用日产 JSM-5600LV 型扫描电镜观察粉末的形貌特征; 并用化学分析的方法分析球磨后粉末中钨、镍、铁元素的质量分数。

2 结果与讨论

2.1 最佳转速的确定

图 1 所示为球磨转速与比表面和费氏粒度之间的关系。球磨在球料比(研磨球与粉末的质量之比)为 5: 1, 球装填系数(研磨球的体积占球磨罐容积的百分数)为 15% 和液体介质比(酒精体积与球和料体积和之比)为 1: 1 的条件下进行, 球磨时间为 12h。由图 1 可知, 随着转速的提高, 粉末的比表面

增大, 颗粒细化, 同时粉末的费氏粒度降低, 当转速达到 150r/min 后, 随着转速的增加, 粉末的费氏粒度几乎保持不变。产生这种现象的原因是因为随着球磨机转速的增加, 磨球的碰撞频率加快, 因此加快了粉末的细化过程, 但随着碰撞频率的加大, 碰撞所产生的能量聚集增多, 粉末的表面活性提高, 这样使得粉末的团聚现象更严重, 粉末粒度反而有变粗的趋势。

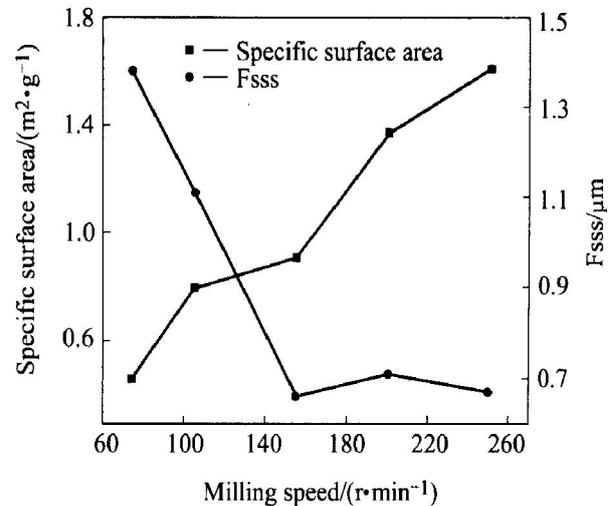


图 1 转速与比表面和费氏粒度的关系

Fig. 1 Curves of specific surface area and FSSS varying with milling speed (milling for 12h)

根据 XRD 谱线测出 W(110) 和 W(220) 两条峰的积分宽度和衍射角, 采用 Gauchy-Gauss 近似函数法计算粉末的晶粒尺寸和晶格畸变。图 2 所示为转速与晶粒尺寸和晶格畸变的关系。由图 2 可以看出, 随着转速的增加, 晶粒尺寸逐渐减小, 晶格畸变逐渐增大。这表明提高转速可以促进晶粒的细化。因此, 转速越高, 晶粒的细化程度越大, 混合粉末的机械合金化程度越高。转速在 150~ 200r/min 时机械合金化的效果最为明显, 当超过 200r/min 时, 机械合金化效果增加不显著。

球磨时随着转速的增加, 由于球与球、球与筒壁的碰撞增加, 使得球以及筒壁的磨损加剧。表 1 列出了不同转速条件下粉末的镍、铁含量。由表 1 可知, 当转速增加到 250r/min, 粉末中铁的含量明显增多, 镍含量减少。铁含量增多的原因主要是由于球磨过程中筒壁的磨损, 镍的减少主要是由于球的磨损使得钨的量增多, 筒壁的磨损导致铁的含量增多, 从而改变了粉末的组成成分。因此, 从这个控制因素上来讲, 在球磨过程中的转速不宜过大。综合以上考虑, 转速为 200r/min 时可获得最佳的

机械合金化效果。

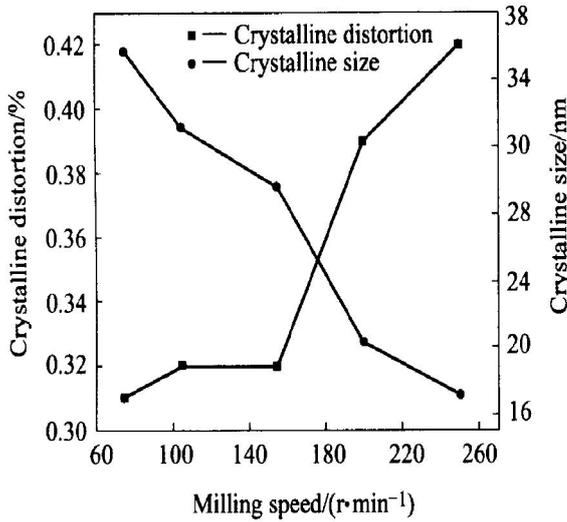


图2 转速与晶粒尺寸和晶格畸变的关系

Fig. 2 Curves of crystalline distortion and crystalline size varying with milling speed (milling for 12h)

表1 转速对球磨粉末中镍、铁质量分数的影响

Table 1 Influence of milling speed on contents of Ni, Fe in powders(milling for 12h)

Milling speed/(r·min ⁻¹)	w (Ni) / %	w (Fe) / %
250	6.76	3.28
200	6.98	2.96
150	7.01	3.02
110	6.82	3.05
75	6.93	2.96

2.2 球装填系数

图3所示为球装填系数和粉末比表面、费氏粒度的关系。在球料比为5:1, 球磨转速为200 r/min, 液体介质比为1:1下进行球磨, 球磨时间为12h。由图3可以看出, 粉末的比表面随着球装填系数的增大呈曲线变化, 当球装填系数为6%~12%时, 粉末的比表面最大, 证明粉末的颗粒较细。同时, 由图3中球装填系数与粉末费氏粒度的关系也可以看出, 随着球装填系数的增大, 粉末的费氏粒度也呈现出曲线的变化, 当球装填系数为6%~12%时, 粉末的费氏粒度最小, 粉末颗粒细小, 与检测比表面的结果相一致。

图4所示为球装填系数与晶粒尺寸和晶格畸变的关系。随着球装填系数的增大, 在相同的时间内, 得到的晶粒较小, 晶格畸变更为严重。但是, 当球的装填系数达到一定的值后, 粉末细化和变形的速率均有所减慢。当装填系数达到12%~15%

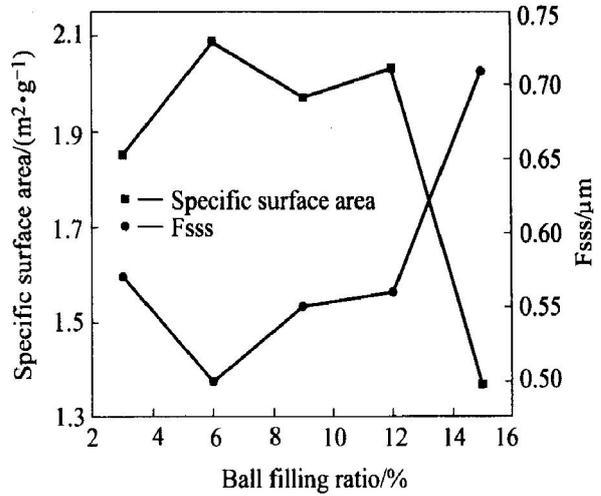


图3 球装填系数与比表面和费氏粒度的关系

Fig. 3 Curves of specific surface area and Fss varying with ball filling ratio (milling for 12h)

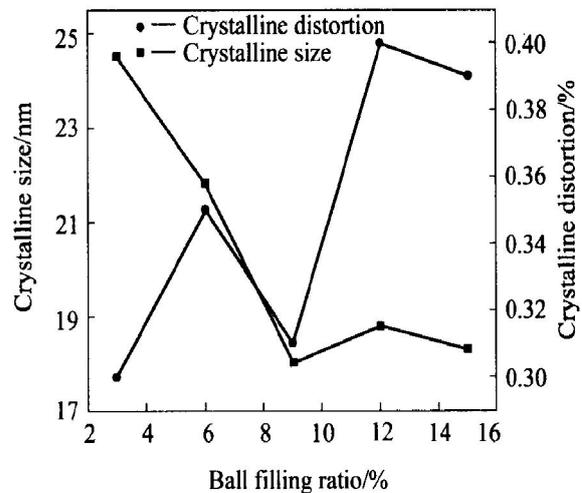


图4 球装填系数与晶粒尺寸和晶格畸变的关系

Fig. 4 Curves of crystalline size and crystalline distortion varying with ball filling ratio(milling for 12h)

时, 晶粒尺寸和晶格畸变逐渐趋向于平衡, 在晶粒细化与回复之间逐渐趋于平衡。这是因为当装填系数太小时, 由于球在筒内运动的空间较大, 球与球碰撞所需的时间较长, 不利于能量的积累, 也不利于晶粒的细化。反之, 当球装填系数过大时, 由于球的运动缺乏足够的空间, 影响了球与球之间的碰撞, 也不利于球磨过程中能量的积累, 同时也不利于粉末的形变。因此, 本实验最佳球装填系数为6%~12%。

2.3 球料比

图5所示为球料比与粉末的比表面和费氏粒度

的关系。在转速为 150r/min, 球装填系数为 3%, 液体介质比为 1:1 下进行球磨, 球磨时间为 12h。由图 5 可知, 随着球料比的增加, 由于球的数量增加, 使得球与球、球与筒壁的碰撞次数增加, 碰撞频率加快, 加速了粉末颗粒的细化。因此, 随着球料比的增加, 粉末的比表面增大, 费氏粒度减小。即球料比越大, 粉末越容易细化。但当球料比达到 10:1 后, 粉末的比表面增大的趋势有所减小, 费氏粒度则明显地减小。

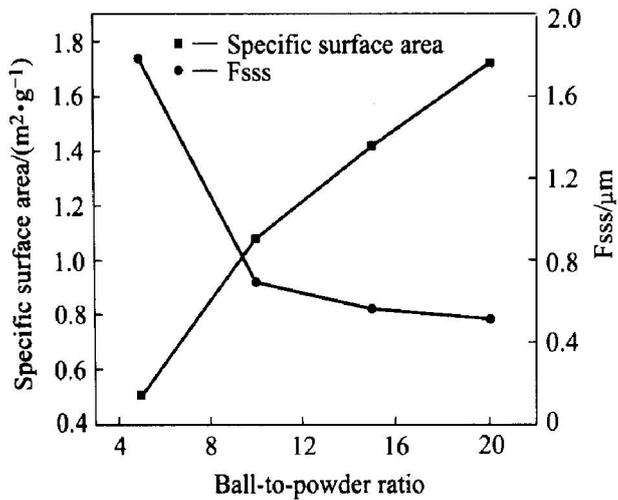


图 5 球料比与比表面和费氏粒度的关系

Fig. 5 Curves of specific surface area and Fss varying with ball-to-powder ratio(milling for 12h)

图 6 所示为随着球料比的变化, 粉末的晶粒尺寸和晶格畸变的变化曲线。由图 6 可知, 当球料比为 10:1 时, 粉末的晶粒尺寸最小, 晶格畸变也最小, 这是因为, 随着球料比的增加, 球的碰撞可以提供更大的冲击力和冲击能, 提供更多的能量, 这样就加快了粉末的细化。但随着粉末晶粒度的减小, 继续细化所需的能量更多, 这样继续增加球料比所产生的冲击力和冲击能不能满足进一步将颗粒磨细的要求, 反而使冲击能变成热能和晶格畸变能, 为晶粒回复和长大提供了驱动力。因此, 继续增加球料比使得粉末的晶粒尺寸增大, 晶格畸变也增加。

表 2 列出了在不同球料比条件下机械合金化后粉末中的镍、铁含量。由表 2 的数据可以看出, 随着球料比的增加, 粉末中的铁的质量分数缓慢增加, 当球料比增大到 20:1 时, 铁的质量分数有明显的增加。这是因为随着球料比的增加, 球对筒壁的碰撞次数增多, 碰撞频率加快, 加快了球磨筒的磨损, 使得机械合金化过程中成分控制变得更加困

难。同时, 磨损产生的杂质还会改变粉末的性能。因此, 在球磨过程中球料比不宜过大。经综合考虑, 最佳球料比为 10:1。

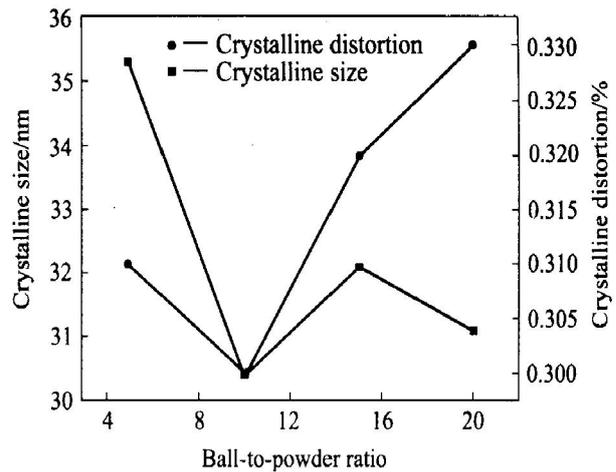


图 6 球料比与晶粒尺寸和晶格畸变的关系

Fig. 6 Curves of crystalline size and crystalline distortion varying with ball-to-powder ratio(milling for 12h)

表 2 球料比对球磨粉末中镍、铁质量分数的影响

Table 2 Influence of ball-to-powder ratio on contents of Ni, Fe in powders(milling for 12h)

Ball to powder ratio	w (Ni) / %	w (Fe) / %
5: 1	6.87	3.14
10: 1	6.90	3.15
15: 1	6.85	3.17
20: 1	6.99	3.36

2.4 液体介质比

实验中所采用的液体介质为酒精。在转速为 150r/min, 球装填系数为 3%, 球料比为 5:1 下进行球磨, 球磨时间为 12h。加入液体介质的主要目的是在球磨过程中, 在磨球或球磨筒与粉末之间形成一层极薄的液膜。该液膜可以阻止粉末与研磨球或筒壁之间的接触, 这样可以减少球磨过程中磨球或筒壁的磨损, 减少机械合金化过程中的杂质, 有利于粉末成分的控制, 有利于减少粉末的粘球和粘壁现象, 对提高出粉率有很大的帮助^[8, 16]。同时, 加入液体介质不但可以提高出粉率, 而且液体添加量的多少对粉末的性能也有很大的影响。图 7 所示为液体添加量与粉末比表面的关系。

由图 7 可知, 随液体介质量的增加, 粉末的比表面逐渐增大, 粉末的颗粒尺寸逐渐减小, 但当液体量达到一定的值后, 粉末的比表面则逐渐下降。当液体添加量的体积与粉末和球的体积和之比为

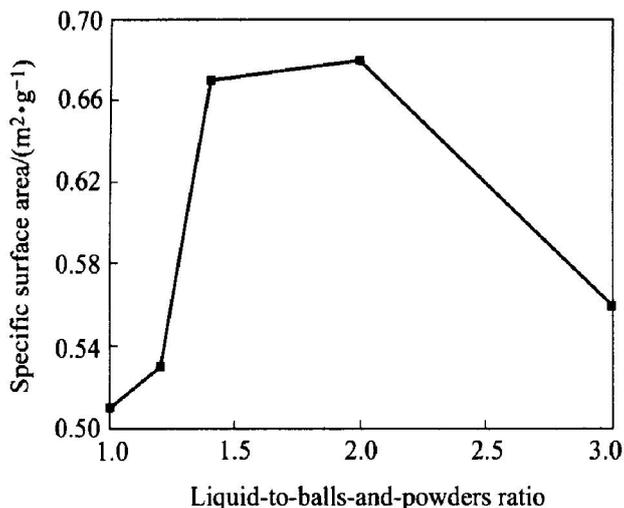


图7 液体介质比与粉末比表面的关系

Fig.7 Curve of specific surface area varying with liquid to balls and powder ratio (milling for 12h)

1.4~ 2.0时, 粉末的比表面较大, 也就是粉末的颗粒较细。这是因为, 当液体介质的量过多或过少时, 在球磨过程中都会影响研磨球的运动, 减少球的碰撞频率, 不利于能量的积累, 也不利于粉末细化。

2.5 球磨时间

表3所列为球磨不同时间的粉末性能, 在转速为150r/min, 球装填系数为3%, 球料比为5:1, 液体介质比为1:1下进行球磨。由表3可知, 随着球磨时间的增加, 粉末的比表面增大, 晶粒尺寸和粉末粒度减小。说明粉末粒度和晶粒度均得到细化。从粉末粒度的数据可以看出, 在0~40h之间, 粉末的细化程度比较快, 但是在40h以后, 粉末粒度的细化速率减小, 机械合金化渐趋平衡; 但同时粉末的比表面有一定的提高, 这主要是因为粉末在研磨球的不断冲击下, 虽然粒度处于撕裂-焊接的平衡态, 但是粉末的形貌变得更为复杂, 引起比表面的增大。比表面的增大一方面增大了粉末的表面能和活性, 另一方面却使得粉末难于成形。而且长时间的球磨会引入更多的夹杂, 不利于最终产品的性能。所以球磨时间也不宜过长, 以40h为宜。

2.6 过程控制剂

实验采用了在球磨过程中添加硬脂酸(SA)等9种不同的过程控制剂。在转速为150r/min, 球料比为5:1, 球装填系数为3%, 液体介质比为1:1下进行球磨, 球磨时间为12h。表4列出了添加不同过

程控制剂球磨后粉末的比表面和成形性能。从表4中的数据可以看出, 不加过程控制剂时粉末的比表面最大, 而加入过程控制剂后粉末的比表面减少。这主要是因为过程控制剂易吸附在粉末表面, 而且使液体粘度有所升高, 减缓了MA过程中球对粉末的冲击力, 同时由于不同的过程控制剂的极性不同, 其对粉末的吸附能力和粉末团聚的影响不同。采用8#过程控制剂与不用过程控制剂时粉末的比表面最接近。

表3 球磨不同时间的粉末的性能

Table 3 Characteristics of powders milled for 10~ 60h

Milling time/h	Crystalline size/nm	Specific surface area/(m ² ·g ⁻¹)	Particle size/μm (Calculated from specific surface area)
10		0.52	0.67
20	29.4	0.77	0.45
30		1.36	0.26
40	28.7	1.38	0.25
50		1.66	0.21
60	27.8	2.33	0.15

表4 添加不同过程控制剂条件下粉末的比表面和成形性能

Table 4 Specific surface area and compactability of powder milled with different process control agents(PCA)

PCA No.	Specific surface area/(m ² ·g ⁻¹)	Compactability
1#	0.99	Good compactability
2#	1.08	Good compactability
3#	0.77	Poor compactability
4#	0.70	Poor compactability
5#	1.10	Good compactability
6#	1.05	Good compactability
7#	0.60	Poor compactability
8#	1.71	Good compactability
SA	1.05	Low green strength and edge strength, poor compactability
Without PCA	1.90	Lamination formed easily, poor compactability

过程控制剂对球磨后粉末的成形性有很大的影响。这主要是因为过程控制剂可改善机械合金化粉末的形貌,使之有利于压制成形。图 8 所示为加入不同过程控制剂后的粉末的 SEM 像。由 SEM 像可以看出,不加过程控制剂的粉末颗粒出现了大的片层,大片层上有一些小的颗粒,表面比较光滑(图 8(a));加 SA 的粉末大部分的片层较小,但在小片层的中间夹杂着大的片层,同时大的片层互相堆积在一起(图 8(b))。以上两种情况下,粉末呈片层石块形状,可压缩性较差,这样的粉末形貌都是不利

于压制成形的。加入 1[#] 过程控制剂的粉末颗粒的表面较光滑,颗粒的一维尺寸较小,但团聚使粉体呈类球形团絮状,有较大的压缩性,粉末存在一定的片层结构,粉末形貌得到了一定的改善,因此其成形性也得到提高(图 8(c))。加入 8[#] 过程控制剂的粉末的颗粒形状类似于珊瑚状和团絮状(图 8(d)),粉末的比表面虽然较大(表 4),但仍具有一定的压缩性,证明加入 8[#] 过程控制剂粉末具有较好的成形效果,同时与其它过程控制剂相比,粉末细化最为明显。

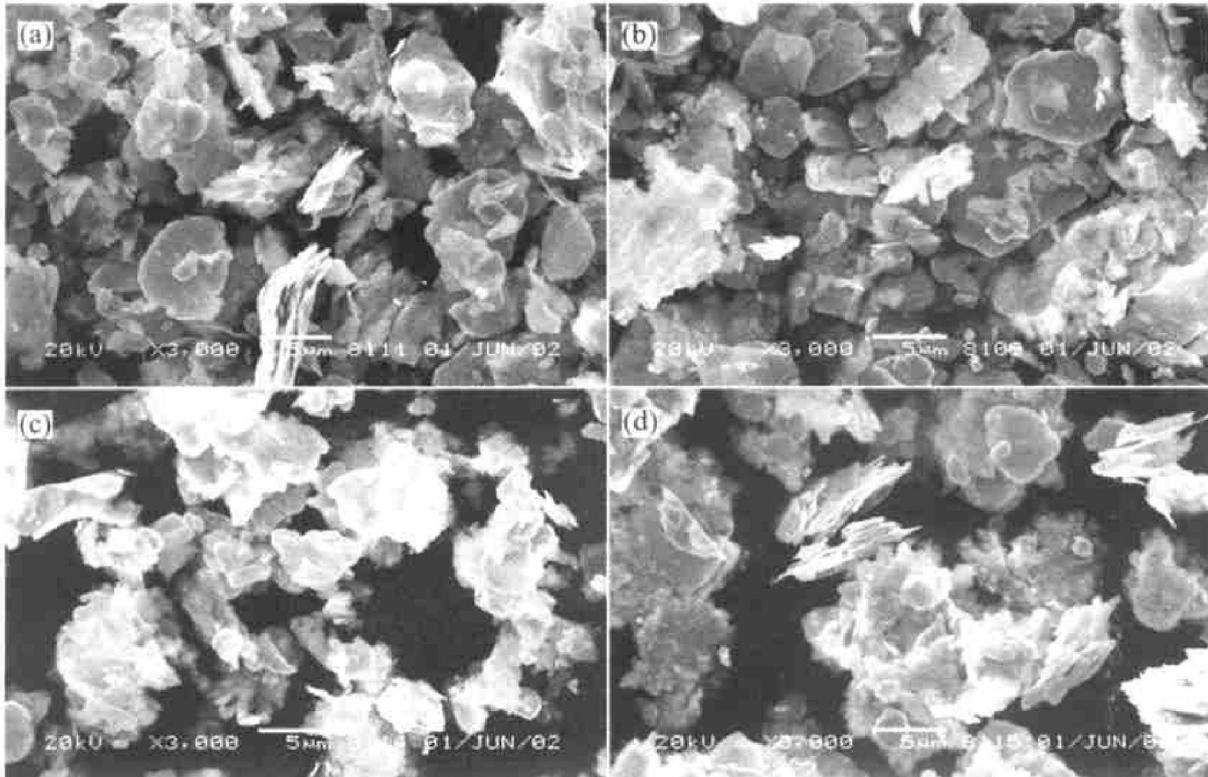


图 8 过程控制剂对粉末 SEM 形貌的影响

Fig. 8 Influence of process control agents on SEM microstructures of powders milled for 40h

- (a) —Without process control agent; (b) —With process control agent SA;
(c) —With process control agent 1[#]; (d) —With process control agent 8[#]

3 结论

采用机械合金化制备了晶块尺寸为 20~ 40nm 的 W-Ni-Fe 复合粉末。其最佳优化工艺为:球磨转速为 200r/min;球装填系数为 6%~ 12%;球料比为 10:1;液体介质比为 $V_{\text{液体}}:V_{\text{(球+料)}} = 1.4 \sim 2.0$ 。球磨一定的时间后,粉末性能逐渐达到了一个稳定值,继续球磨对粉末细化作用下降,球磨时间一般应为 40h 左右。加入不同的过程控制剂后对粉末的机械合金化进程有不同的延缓作用,对粉末的形貌和成形性有一定的改善作用。

REFERENCES

- [1] Koch C C, Cavin O B, Mckamey C G, et al. Preparation of amorphous Ni₆₀Nb₄₀ by mechanical alloying[J]. Appl Phys Lett, 1983, 43(11), 1017 - 1019.
[2] Schwarz R B, Petrich R R, Saw C K. The synthesis of amorphous Ni-Ti alloy powders by mechanical alloying [J]. J Noncryst Solids, 1985, 76: 281 - 302.
[3] 张丽英, 吴成义, 汪志勇, 等. 硬质合金用纳米级(W、Ni、Fe、V)系复合氧化物粉末的制备[J]. 金属学报, 1999, 35(2): 152 - 154.
ZHANG Li-ying, WU Cheng-yi, WANG Zhi-yong, et al. Preparation of nanomic oxide composite powders of

- (W, Ni, Fe, V) system for carbide alloy[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 1999, 35(2): 152 - 154.
- [4] White G D, Gurwell W E. Freeze dried tungsten heavy alloys[J]. *Advances in Powder Metallurgy*, 1998(1): 355 - 368.
- [5] Raghunathan S, Bourell D L. Synthesis and evaluation of advanced nanocrystalline tungsten-based materials [J]. *PM Science & Technology Briefs*, 1999, 1(1): 9 - 14.
- [6] Harettle S T, Thomas H, Theodor S. Taylor-made tungsten heavy alloys by solid state sintering of prealloyed powder and subsequent cold working [A]. Bose A, Dowding R. *Tungsten Refract Met-1994, Proc Int Conf 2nd[C]*. New Jersey: Metal Powders Industries Federation, 1995. 169 - 178.
- [7] 范景莲, 黄伯云, 曲选辉, 等. W-Ni-Fe 高比重合金纳米晶预合金粉末的制备[J]. *粉末冶金技术*, 1999, 17(2): 89 - 93.
FANG Jing-lian, HUANG Bai-yun, QU Xuan-hui, et al. Preparation of W-Ni-Fe nanocrystalline prealloyed powder[J]. *Powder Metallurgy Technology*, 1999, 17(2): 89 - 93.
- [8] Ryu H J, Hong S H, Baek W H. Mechanical alloying process of 93W-5.6Ni-1.4Fe tungsten heavy alloy[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 1997, 63, 292 - 297.
- [9] Lu L, Lai M O, Zhang S. Diffusion in mechanical alloying[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 1997, 67: 100 - 104.
- [10] 齐 民, 杨大智, 朱 敏. 机械合金化过程中的固态相变[J]. *功能材料*, 1995, 26(5): 472 - 476.
QI Ming, YANG Da-zhi, ZHU Min. Solid state transformation during mechanical alloying [J]. *Journal of Functional Materials*, 1995, 26(5): 472 - 476.
- [11] 陈津文, 吴年强, 李志章. 描述机械合金化过程的理论模型[J]. *材料科学与工程*, 1998, 16(1): 19 - 23.
- CHEN Jin-wen, WU Nian-qiang, LI Zhi-zhang. Modeling of mechanical alloying process [J]. *Materials Science & Engineering*, 1998, 16(1): 19 - 23.
- [12] 杨华明, 邱冠周. 机械合金化(MA)技术的新进展[J]. *稀有金属*, 1998, 22(4): 313 - 316.
YANG Hua-ming, QIU Guan-zhou. New development of mechanical alloying (MA) technology [J]. *Chinese Journal of Rare Metals*, 1998, 22(4): 313 - 316.
- [13] 杨君友, 张同俊, 崔 昆, 等. 球磨过程中的碰撞行为分析[J]. *金属学报*, 1997, 33(4): 381 - 385.
YANG Jun-you, ZHANG Tong-jun, CUI Kun, et al. Analysis of impact behavior during ball milling [J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 1997, 33(4): 381 - 385.
- [14] 杨君友, 吴建生, 曾振鹏. 机械合金化过程中粉末的形变及其能量转化[J]. *金属学报*, 1998, 34(10): 1061 - 1067.
YANG Jun-you, WU Jian-sheng, ZENG Zhen-peng. Investigation on the deformation and energy transfer of powders during mechanical alloying [J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 1998, 34(10): 1061 - 1067.
- [15] 范景莲, 黄伯云, 汪登龙. 过程控制剂对机械合金化过程与粉末特征的影响[J]. *粉末冶金工业*, 2002, 12(2): 7 - 12.
FAN Jing-lian, HUANG Bai-yun, WANG Deng-long. Influences of process control agent on mechanical alloying operation and powder characteristics [J]. *Powder Metallurgy Industry*, 2002, 12(2): 7 - 12.
- [16] 王成国, 吴 军, 刘玉先, 等. 过程控制剂对 Fe-C-Ti 粉末机械合金化的影响[J]. *粉末冶金技术*, 1997, 15(4): 258 - 261.
WANG Cheng-guo, WU Jun, LIU Yu-xian, et al. Influence of process control agent on mechanical alloying of Fe-C-Ti powder [J]. *Powder Metallurgy Technology*, 1997, 15(4): 258 - 261. (编辑 杨幼平)