

M1-002 Bonding Logam – Electroceramic dengan Menggunakan Teknologi Selective Laser Sintering

Zulkifli Amin

Laboratorium Produksi Jurusan Teknik Mesin
Fakultas Teknik Universitas Andalas
Kampus Unand Limau Manis, Padang 25163
Telp. 0751-72586, FAX: 0751-72566, E-mail: zulkifliamin@ft.unand.ac.id

ABSTRAK

Electroceramic merupakan jenis material keramik yang aplikasinya banyak digunakan sebagai sensor dan aktuator. Material Electroceramic ini akan dapat berfungsi sebagai aktuator yakni apabila material ini dialiri medan listrik maka akan dihasilkan gerakan mekanis sedangkan akan berfungsi sebagai sensor yakni apabila pada material ini diberikan gerakan mekanis maka akan dihasilkan medan listrik. Pada Electroceramic yang berfungsi sebagai aktuator gerakan mekanis dengan kecepatan dan beban yang tinggi yang dihasilkan oleh material ini akan ditransmisikan ke struktur melalui sambungan atau bonding antara keduanya. Untuk mendapatkan respon frekuensi yang lebih baik, akan lebih baik apabila dilakukan penyambungan (bonding) aktuator ataupun sensor tersebut langsung ke strukturnya. Penyambungan secara langsung ini akan dapat meningkatkan sensitivitas dan waktu respon yang berakibat akan meningkatkan keandalan aktuator ataupun sensor tersebut.

Saat ini bonding atau penyambungan antara material electroceramic dan logam dengan menggunakan polymeric adhesives (lem polimer) dan bahkan dengan menggunakan epoxy khusus hasilnya tidak memuaskan dan dapat menyebabkan penyerapan sinyal dan kehilangan frekuensi respon. Bonding dengan menggunakan material adhesive hanya terbatas pada penggunaan dengan temperatur rendah.

Penelitian ini mencoba untuk menyelidiki penggunaan teknologi Selective Laser Sintering (SLS) untuk menghasilkan penyambungan (bonding) antara electroceramic dan logam. Percobaan dilakukan dengan menggunakan mesin SLS skala laboratorium. Penyambungan logam ke electroceramic dihasilkan dengan cara mencairkan serbuk logam di atas electroceramic padat. Kualitas hasil penyambungan diteliti dengan menggunakan SEM (Scanning Electron Microscope) dan analisa EDX (Energy dispersive X-ray). Hasil percobaan menunjukkan bahwa adanya kemungkinan untuk melakukan penyambungan secara langsung antara logam besi dan electroceramic dengan menggunakan teknologi SLS. Tetapi penelitian lebih lanjut masih diperlukan untuk mengatasi adanya retak yang timbul pada electroceramic padat.

Kata kunci: Electroceramic, ferrite, piezoelectric, Selective Laser sintering, SLS, Bonding

1. PENDAHULUAN

Material *electroceramic* dari jenis *lead zirconate titanate* (PZT) sudah banyak digunakan dalam aplikasinya sebagai pengendali getaran, sistim *micro-positioning* dan *ultrasound* [1-3].

Agar dapat digunakan sebagai material aktuator maka pada material *electroceramic* ini harus diberikan medan listrik dan kemudian gaya mekanik dan perpindahan (*displacement*) yang dihasilkan oleh keramik ini dapat ditransmisikan ke struktur lain. *Electroceramic* disambungkan ke struktur lain biasanya dengan menggunakan material adhesive seperti epoxy.

Lapisan adhesive ini hanya dapat membentuk sambungan yang lemah antara *electroceramic* dan struktur yang akan digerakkan, karena adanya penyerapan sinyal yang cukup berarti dan adanya frekuensi respon yang hilang. Ini disebabkan karena, ketidaksesuaian impedansi antara *electroceramic* dengan material adhesive yang digunakan. Cara yang lebih efisien untuk menyambungkan *electroceramic* dengan sebuah struktur yang akan diaktuasikan adalah dengan cara menanamkan material *electroceramic* langsung ke struktur yang akan diaktuasikan.

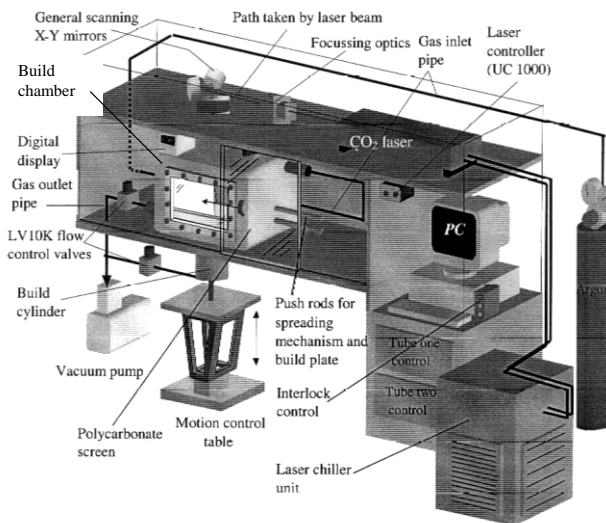
Diharapkan dengan menanamkan material *electroceramic* ini langsung ke struktur dapat dihasilkan sensitivitas dan waktu respon yang jauh lebih baik daripada dengan menggunakan metoda adhesive. Beberapa metoda bonding yang digunakan untuk menyambung logam dan *electroceramic* telah banyak dilaporkan seperti *active brazing* [7], menggunakan pasta logam murni sebagai material penyambung [8] dan sintering dengan suhu rendah [9], walaupun metode *active brazing* mengalami reaksi yang tidak diinginkan pada *electroceramic* sedangkan penggunaan pasta logam murni relative mahal. Semua teknik ini terbatas pada bentuk struktur yang sederhana sehingga tidak memungkinkan untuk digunakan untuk membuat bentuk produk yang disebut *smart net shape* yang menanamkan material yang berfungsi sebagai pengaktuator ke sebuah struktur.

Makalah ini melaporkan penelitian yang memfokuskan kepada pengujian metoda lain untuk membonding *electroceramic* dan logam. Tujuan keseluruhan yaitu menggunakan teknik *selective laser sintering* untuk membuat komponen yang melingkupi sebuah komponen *electroceramic*, sehingga produk dengan bentuk geometri apapun dapat dibuat dengan komponen sensor ataupun aktuator yang tertanam didalam/pada struktur tersebut. Metode ini menggunakan pembonding dengan menggunakan laser untuk melingkupi aktuator. Tahap pertama dalam pembuatan produk dengan cara ini adalah untuk melakukan pengujian apakah *scanning* laser dapat digunakan untuk menghasilkan *bonding* antara serbuk logam dan *electroceramic* padat. Pengujian tersebutlah yang menjadi tujuan penelitian yang dipresentasikan di makalah ini.

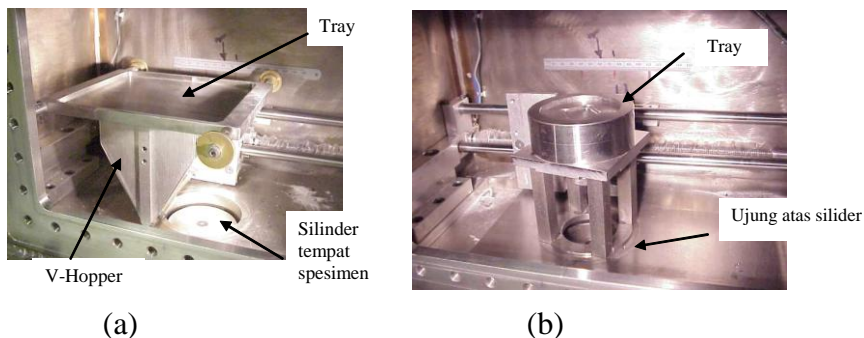
2. Material dan Peralatan

Electroceramic yang dipakai pada percobaan ini adalah *lead zirconate titanate* (PZT) dengan ukuran diameter atau sisi sampel 20 s/d 25 mm dan ketebalan 2 mm. Logam yang digunakan adalah serbuk besi *ferrite* dengan ukuran butir rata-rata 60 μm . Serbuk besi dari jenis *ferrite* digunakan karena merupakan sebuah model material non-alloy yang sederhana. Mesin *Selective Laser Sintering* (SLS) yang digunakan adalah mesin *SLS skala laboratorium* yang terdapat di University of Leeds, United Kingdom. Mesin SLS ini yang secara skematis dapat dilihat pada Gambar 1, menggunakan laser jenis CO_2 dengan daya 240 Watt dan diameter laser 1.1 mm pada titik dimana benda kerja diposisikan. Untuk percobaan yang hanya menggunakan serbuk logam, serbuk logam di letakkan di sebuah wadah yang disebut tray (Gambar 2a), sedangkan untuk percobaan bonding antara serbuk logam dan *electroceramic* padat maka gunakan sebuah jig seperti Gambar 2b. Penggunaan jig ini memungkinkan untuk mengontrol ketebalan lapisan serbuk logam yang akan dibondingkan ke atas sampel *electroceramic*.

Percobaan ini dilakukan dalam ruangan yang dikondisikan mengandung gas Argon.



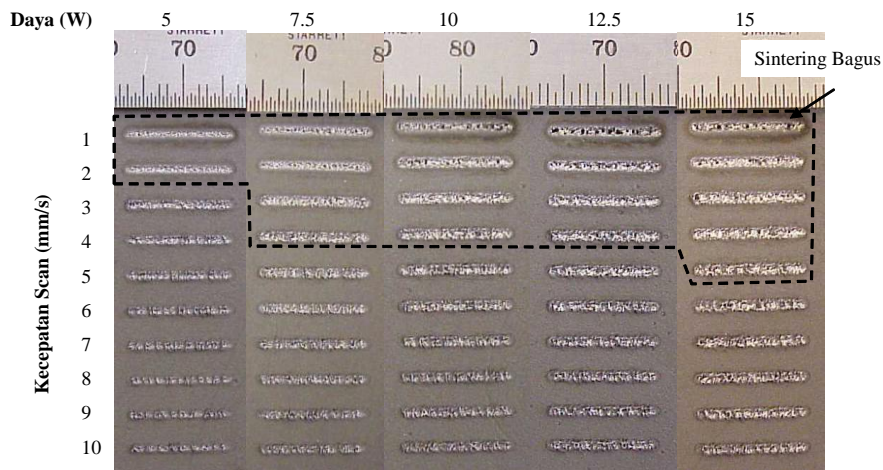
Gambar 1. Skematis mesin SLS



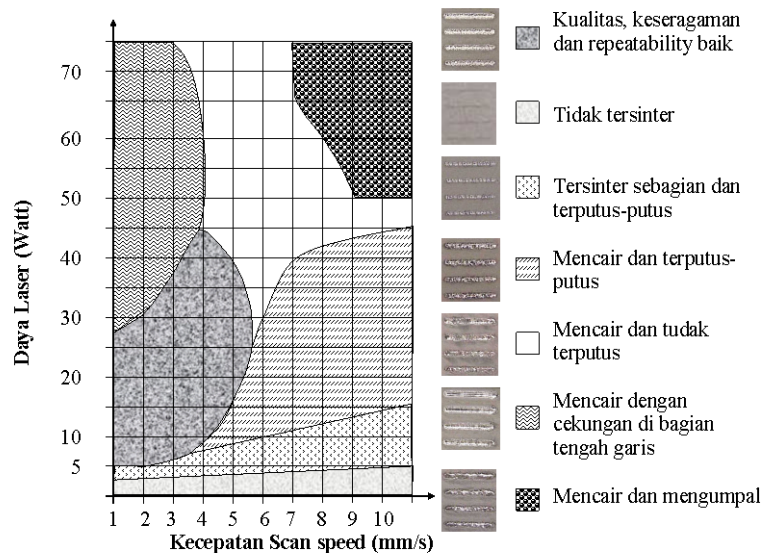
Gambar 2. (a) Tray untuk percobaan karakteristik interaksi serbuk logam dengan laser, (b) Jig untuk percobaan bonding antara serbuk logam dan electroceramic padat

2. Experimen untuk mengetahui karakteristik interaksi serbuk logam dengan laser

Experimen awal difokuskan kepada pemahaman mengenai parameter menscan dengan laser yang dapat menyebabkan serbuk *ferrite* tersinter/mencair. Experimen ini dilakukan dengan cara menscan satu garis laser dan dengan memvariasikan daya laser yang digunakan serta kecepatan gerak laser ketika menscan. Hasil dari satu set experimen dapat dilihat pada Gambar 3. Hasil sintering yang bagus didefinisikan yang menghasilkan sampel dengan kualitas, repeatability dan keseragaman yang tinggi. Gambar 4 menunjukkan hasil proses pemetaan scan satu garis dengan menggunakan daya laser dan kecepatan menscan yang bervariasi. Sintering bagus dihasilkan dari hasil scan dengan daya laser sebesar 5 s/d 45 Watt dan dengan kecepatan menscan sebesar 1 s/d 5 mm/s. Ketebalan sampel yang dihasilkan dari proses dengan kondisi di atas adalah sebesar 0.4 s/d 0.9 mm.



Gambar 3. Hasil sintering scan satu garis laser dengan memvariasikan daya laser dan kecepatan gerak laser ketika menscan.



Gambar 4. Hasil proses pemetaan scan satu garis dengan menggunakan daya laser dan kecepatan menscan yang bervariasi.

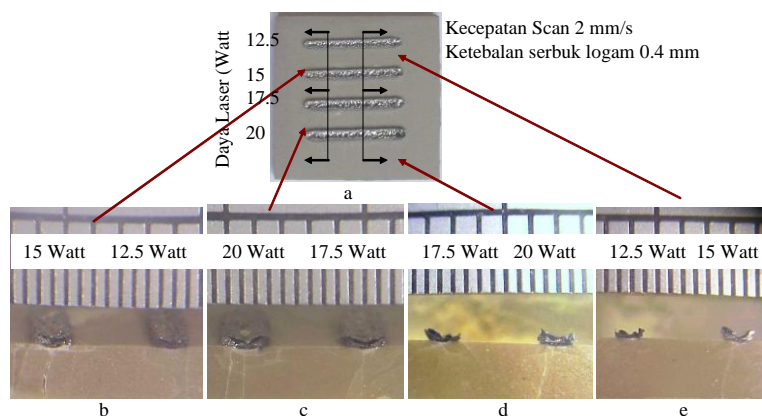
4. Experimen bonding dan pengamatan

4.1. Satu garis discan pada serbuk logam ferrite dengan electroceramic dibawahnya

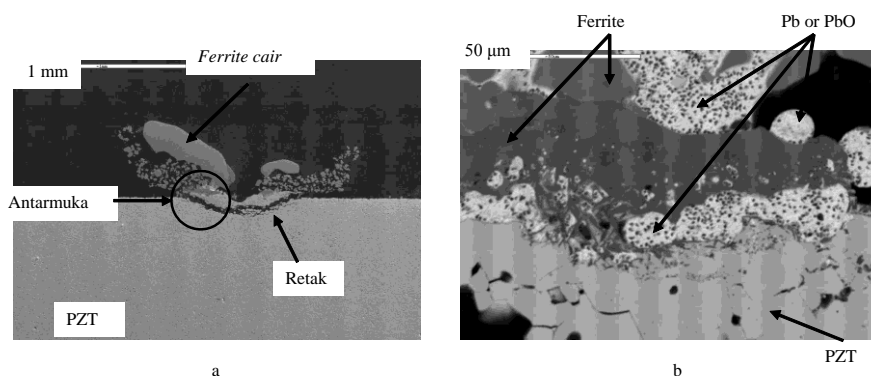
Percobaan awal yang ditujukan untuk membonding logam *ferrite* dan spesimen electroceramic padat dengan menggunakan sinar laser adalah sederhana saja dengan menggunakan sebuah jig seperti Gambar 2b, dimana serbuk *ferrite* dengan ketebalan 0.4 mm ditaburkan secara merata diatas sebuah spesimen electroceramic padat, dan kemudian dengan menscan sinar laser yang akan menyebabkan serbuk logam *ferrite* tersinter/mencair dan terbonding dengan *electroceramic* di bawahnya. Gambar 5 menunjukkan gambar potongan salah satu spesimen hasil percobaan ini. Hasil gambar dengan menggunakan SEM (scanning Electron Microscopic) juga dapat dilihat pada Gambar 6. Pada spesimen diatas serbuk logam yang tidak terscan telah dibersihkan dari spesimen *electroceramic*. Kedua gambar

tersebut diatas menunjukkan bahwa *electroceramic* mengalami keretakan saat proses scan laser karena energi panas kejut yang terjadi saat energi laser ditransferkan ke *electroceramic*. Walaupun demikian, Gambar ini juga menunjukkan adanya hasil yang positif dari serangkaian tes tersebut yakni: logam *ferrite* menyatu dengan baik, dan adanya tanda terjadinya reaksi *bonding* pada antarmuka kedua jenis material (logam *ferrite* dan *electroceramic*). Pada Gambar 6b dapat terlihat bahwa *lead* atau oksida *lead* terpisah dari *electroceramic* untuk membentuk sebuah antarmuka antara logam *ferrite* dan *electroceramic*. Hasil keseluruhan menunjukkan bahwa jika panas kejut pada *electroceramic* dapat dikurangi maka *bonding* yang kuat akan dapat dihasilkan antara logam *ferrite* dan *electroceramic*.

Salah satu cara yang terlihat jelas untuk dapat mengurangi panas kejut pada *electroceramic* adalah dengan mengurangi daya laser yang digunakan. Dari hasil experiment ditentukan bahwa untuk menghindari keretakan pada *electroceramic* digunakan laser dengan daya kurang dari 12 Watt dan kecepatan scan laser antara 2 s/d 5 mm/s. Pada experiment dengan menggunakan daya laser yang rendah, walaupun keretakan pada *electroceramic* tidak terjadi tetapi daya laser sekecil ini tidak cukup untuk menyebabkan serbuk logam *ferrite* untuk mencair atau walaupun mencair tetapi tidak menghasilkan *bonding* antara logam *ferrite* dengan *electroceramic* di bawahnya. Dengan mempertimbangkan hasil proses pemetaan pada Gambar 4 maka energi tambahan dibutuhkan agar dihasilkan reaksi *bonding* antara kedua jenis material tersebut.



Gambar 5. Gambar potongan sampel hasil scan satu garis pada serbuk logam ferrite dengan electroceramic dibawahnya.

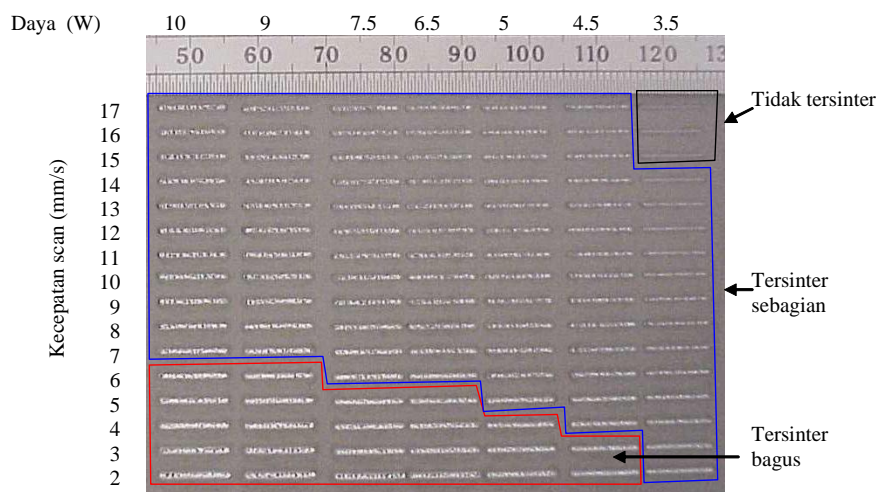


Gambar 6. (a) SEM dari spesimen pada gambar 5e, (b) SEM area yang didalam lingkaran

4.2. Satu garis discan secara berulang pada serbuk logam ferrite

Untuk mengurangi panas kejut pada *electroceramic*, dibutuhkan pemanasan awal pada *electroceramic* tersebut. Ada beberapa alternatif yang dipertimbangkan sebagai metode pemanasan awal tersebut, tetapi dari studi kelayakannya diputuskan bahwa cara yang paling efektif untuk pemanasan awal adalah melalui proses scan serbuk logam berulang kali dengan daya laser rendah. Untuk menyelidiki metode ini maka sejumlah eksperimen telah dilakukan yakni dengan menggunakan logam *ferrite* untuk mengetahui efek metode scan berulang ini. Serangkaian eksperimen dilakukan untuk menguji pengaruh daya laser, kecepatan scan dan jumlah pengulangan scan terhadap penyatuan serbuk *ferrite*. Pengulangan scan dilakukan dalam arah yang sama dengan waktu jeda rata-rata 0.22 detik dari akhir scan sebelumnya. Sedangkan waktu total antara penscanan pada titik yang sama bervariasi dari 0.81 detik (untuk kecepatan scan 17 mm/s) sampai dengan 5.22 detik (untuk kecepatan scan 2 mm/s). Pada Gambar 7 dapat dilihat satu set hasil eksperimen dari proses ini dengan definisi sintering yang baik sama dengan definisi pada bagian 3.

Dengan membandingkan Gambar 7 dan Gambar 3 dapat dilihat bahwa ada perubahan pada parameter proses yang menghasilkan hasil sinter yang bagus. Untuk daya laser yang sama maka hasil sintering yang bagus terjadi pada kecepatan scan yang lebih cepat untuk scan berulang. Secara keseluruhan diperoleh bahwa pengulangan scan sampai empat kali menyebabkan perubahan yang cukup berarti terhadap penyatuan serbuk logam, tetapi pengulangan yang lebih dari empat kali perubahannya tidak begitu kelihatan. Selain hal di atas, ketebalan hasil scan juga berkurang, spesimen yang terdapat pada Gambar 7 mempunyai ketebalan 0.2 s/d 0.4 mm.

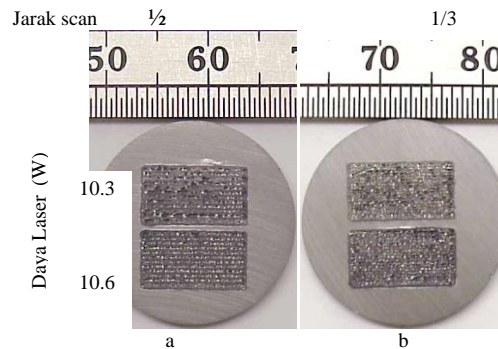


Gambar 7. Satu set hasil eksperimen satu garis discan secara berulang sebanyak 4 kali pada serbuk logam ferrite.

4.3. Satu garis discan secara berulang pada serbuk logam ferrite dengan *electroceramic* di bawahnya

Gambar 8 dan Gambar 9 menunjukkan spesimen hasil bonding dengan metoda scan secara berulang. Untuk semua eksperimen yang dilaporkan pada bagian ini, ketebalan serbuk logam yang ditaburkan menutupi *electroceramic* adalah 0.15 mm. Seperti terlihat pada Gambar 8, eksperimen terbukti cukup berhasil apabila serbuk logam yang dibonding di atas *electroceramic* berupa lapisan dibandingkan dengan yang berupa garis saja.

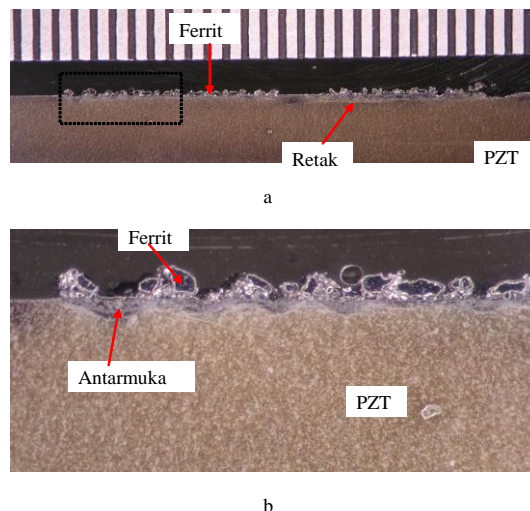
Untuk sampel yang terlihat pada Gambar 8, masing masing garis discan dua kali dengan waktu jeda rata-rata 0.22 detik dari akhir scan sebelumnya ke titik awal pengulangan scan. Garis yang bersebelahan memiliki jarak yang disebut *scan spacing*, jadi spesimen pada Gambar 8a scan berjarak setengah diameter laser dan pada Gambar 8b berjarak sepertiga diameter laser. Jarak yang sedekat itu berarti bahwa setengah atau sepertiga bagian dari spesimen hasil scan di scan lagi.



Gambar 8. Spesimen hasil bonding dengan metoda scan secara berulang, masing masing garis discan 2 kali dengan kecepatan scan 2 mm/s.

Gambar 9a menunjukkan bahwa proses yang dilakukan dengan metode scan berulang tidak menjamin tidak terjadinya keretakan pada *electroceramic*, tetapi pada Gambar 9b terlihat spesimen tanpa adanya retak dan adanya antarmuka antara *electroceramic* dan logam *ferrite*.

SEM sampel ini menunjukkan bahwa antarmuka seperti yang terlihat pada Gambar 6b, terbentuk dari campuran antara logam *ferrite* dan *electroceramic*. Ketebalan antarmuka relative tetap 0.1 mm. Analisa *Energy dispersive X-ray* pada sampel antarmuka menunjukkan bahwa pada titik di antarmuka yang dekat dengan *electroceramic* terdapat 25% berat *Fe* dan di bagian yang jauh dengan *electroceramic* terdapat 70% berat *Fe*. Ini menunjukkan perubahan secara perlahan di sepanjang 0.1 mm ketebalan antarmuka dari *Ferrite* ke *Electroceramic*.

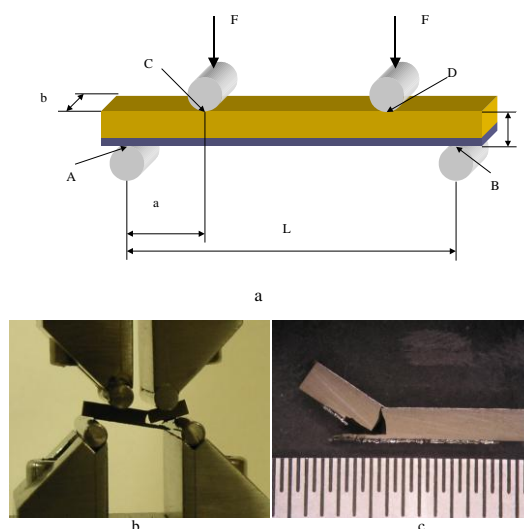


Gambar 9. (a) Potongan penampang specimen hasil proses yang dilakukan dengan metode scan berulang
(b) Perbesaran area pada kotak di Gambar 9a.

4.4. Uji Bending

Untuk mendapatkan pengujian mekanik awal dari sifat-sifat mekanik pada antarmuka spesimen, maka serangkaian uji bending dilakukan pada sampel yang dihasilkan dari kondisi yang menghasilkan sampel seperti yang terlihat pada Gambar 8b. Uji bending empat titik dilakukan, set up pengujiannya seperti terlihat pada Gambar 10a dan Gambar 10b. Dimensi L adalah 13 mm, a adalah 2.75 mm, h adalah 2.2 ± 0.1 mm dan b adalah 1.5 s/d 2 mm. Ketebalan lapisan logam *ferrite* adalah 0.18 s/d 0.36 mm. Delapan sampel diuji dengan arah seperti dapat dilihat pada gambar, dengan lapisan logam *ferrite* pada bagian tarik. Kedelapan sampel mengalami kegagalan yang setipe dengan yang terlihat pada Gambar 10c. Pada semua kasus, titik awal kegagalan dimulai pada titik yang terletak antara kedua penumpu bagian dalam. Ini menandakan bahwa pengujian adalah sah berlaku. Pada semua kasus kegagalan dimulai pada titik yang terletak pada bagian material *electroceramic*, kira – kira 0.5 mm dari antarmuka.

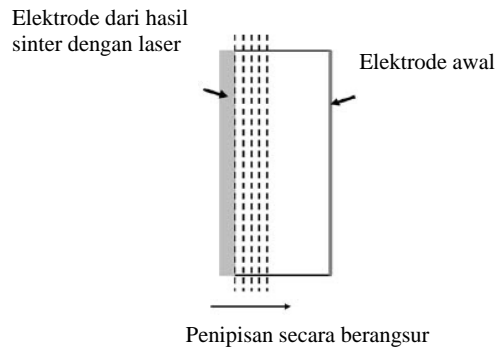
Dari kedelapan pengujian, beban rata rata yang menyebabkan kegagalan adalah 30 N (berkisar antara 23 s/d 41 N), yakni kira-kira sama dengan nilai tekanan maksimum rata-rata dalam spesimen yakni sebesar 60 MN/m^2 . Harga kekuatan tarik maksimum *electroceramic* yang diuji diketahui sebelumnya adalah 76 MN/m^2 .



Gambar 10. Uji bending: (a) dan (b) Susunan pengujian, (c) hasil pengujian

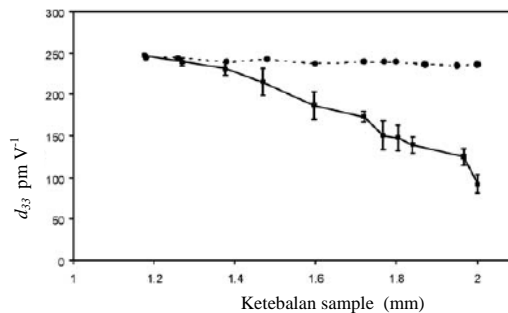
4.4. Pengukuran sifat-sifat listrik dan piezoelectric

Beberapa sampel berbentuk persegi dipotong dengan menggunakan gergaji bermata potong intan. Spesimen ini ditipiskan secara berangsur angsur (Gambar 11) sehingga bagian yang masih melekat logam hasil sintering dan bagian *electroceramic* yang terkena efek laser sintering terbuang, tetapi masih meninggalkan elektroda awal utuh. *Electroceramic* yang digunakan adalah *electroceramic* yang telah terpolarisasi sebelum dilakukan proses bonding dengan laser.

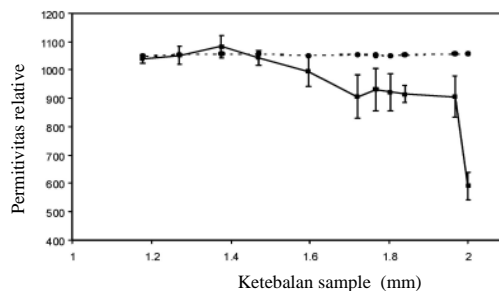


Gambar 11. Skematis teknik penipisan secara berangsur untuk menganalisa sifat listrik dan piezoelectric

Permittivitas relative dan d_{33} diukur untuk spesimen yang ditipiskan secara berangsur-angsur dan dibandingkan dengan spesimen yang tidak mengalami proses bonding dengan laser. Permittivitas relative dan d_{33} diukur dengan menggunakan piezo-meter (uji piezo). Gambar 12 dan Gambar 13 menunjukkan efek penipisan material *electroceramic* terhadap permittivitas relative dan d_{33} . Untuk masing masing titik data, nilai rata-rata lima buah sampel digunakan untuk kedua jenis sampel (yang dibonding dengan laser dan yang tidak diproses).



Gambar 12. d_{33} sebagai fungsi ketebalan sampel yang dikurangnya secara berangsur-angsur. Garis putus-putus menunjukkan data untuk sampel yang tidak disinter dengan laser.



Gambar 13. Permittivitas relative sebagai fungsi ketebalan sampel yang dikurangi secara berangsur-angsur. Garis putus-putus menunjukkan data untuk sampel yang tidak disinter dengan laser.

Setelah membuang sekitar 800 μm ketebalan *electroceramic* yang mengalami proses bonding dengan laser, nilai d_{33} kembali pada nilai yang sama dengan sampel yang tidak mengalami proses. Dengan membuang sekitar 550 μm ketebalan *electroceramic* menunjukkan nilai permittivitas relative kembali ke nilai semula (nilai yang dimiliki spesimen yang tidak mengalami proses laser). Ini mungkin dapat diterangkan oleh tipe kerusakan yang terjadi selama proses sintering dengan laser.

Panas kejut atau pemanasan sampai temperatur mendekati temperatur transisi (temperatur yang mana diatas temperatur tersebut material *electroceramic* tidak lagi mempunyai sifat *piezoelectric*, dalam hal ini *electroceramic* yang digunakan mempunyai temperatur transisi 320°C) akan cukup membuat turunnya nilai d_{33} . Permittivitas relative juga sedikit dipengaruhi oleh proses polarisasi *electroceramic* ini, tetapi untuk dapat menyebabkan penurunan yang dapat diamati, maka kerusakan secara fisik pasti terjadi baik secara kimia maupun secara fisik. Kerusakan secara kimia dapat saja berupa kehilangan PbO yang mengakibatkan perubahan komposisi *electroceramic*. Sedangkan kerusakan secara fisik dapat saja berupa retak, akibat udara masuk kedalam struktur *electroceramic* yang mengakibatkan penurunan permittivitas relative *electroceramic*. Hal yang menarik dari grafik Gambar 13 adalah ditunjukkannya bahwa setelah proses penipisan ketebalan *electroceramic* pertama, yang hanya membuang bagian electrode hasil laser sintering ditambah sedikit bagian *electroceramic*, terjadi peningkatan nilai permittivitas relative yang tertinggi.

5. Kesimpulan

Dari hasil eksperimen dapat diambil beberapa kesimpulan seperti dibawah ini:

- Penggunaan laser yang discan pada serbuk logam untuk menghasilkan *bonding* antara logam dan *electroceramic* terlihat untuk dapat dilakukan, tetapi pengontrolan proses harus dilakukan dengan sangat hati-hati untuk menghasilkan *bonding* dengan kualitas yang bagus sementara tetap mempertahankan keutuhan material *electroceramic*.
- Penscanan yang dilakukan secara berulang terlihat menjanjikan menjadi metode yang dapat mengurangi terjadinya kerusakan pada *electroceramic* yang disebabkan oleh panas kejut.
- Kerusakan yang terjadi pada *electroceramic* karena penggunaan sintering dengan laser telah di karakterisasikan dengan menggunakan analisa secara mekanis, listrik dan *piezoelectric*.

Ucapan terima kasih

Pekerjaan yang diuraikan dalam makalah ini didukung oleh proyek Engineering Education Development Project Award dari Menteri Pendidikan Nasional. Ucapan terima kasih diucapkan kepada Timothy P. Comyn, Andrew W. Tavernor atas bantuannya untuk kelancaran eksperimen ini. Banyak terima kasih diucapkan kepada Nicholas Jones of Morgan Electroceramic atas penyediaan material *electroceramic*nya. Tak lupa juga diucapkan terima kasih kepada Kenneth W. Dalgarno atas bimbingannya dalam pekerjaan ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Raneraat, J. Van dan R. E. Settingington, *Piezoelectric Ceramics*, Mullard Ltd., 1974.
- Uchino, K., *Piezoelectric Actuators and Ultrasonic Motors*, Kluwer Academic Publications, 1974.
- Faffe, B., Cook, W.R., dan Jaffe, H., *Piezoelectric Ceramics*, Academic Press, 1971.
- Park, J. M., Kim, D.S. dan Han, S.B., *Composite Science Technology*, **60**, 2000.
- Sayers, C. M., dan Tait, C.E., *Ultrasonics*, **22**, 1984.
- Gómez, T.E., *IEEE Trans. Ultra. Ferro. Freq. Con.*, **51**, (2004), 624.

Seminar Nasional Tahunan Teknik Mesin (SNTTM) VIII

Universitas Diponegoro, Semarang 11-12 Agustus 2009

7. Nicholas, M.G., *Joining Processes: Introduction to Brazing and Diffusion Bonding*, Kluwer Academic Publishers, 1998.
8. Ohde, N., Utsumi, K., Ochi, A., dan Takhashi, A., *IECEJ Technical Report*, CPM 88-52, **220**, **1998**.
9. [9] Im, I.H., Chung, H.S., Paik, D.S., Park, C.Y., Park, J.J., dan Bae, S.G., *J. Euro. Ceram. Soc.*, **20**, 2000.
10. Curicuta, V., Poulain, D.E., Alexander, D.R., De Angelis, R. J., Gasser, S., dan Kolawa, E., *Mater. Sci. Engin.*, **B26**, 2000.
11. Amin, Z., *Metal-Electroceramic Bonding through Selective Laser Sintering*, thesis PhD,
12. Department of Mechanical Engineering, University of Leeds, UK, 2005.
13. <http://www.morganelectroceramics.com/pdfs/tp226>.