

سینتر مایکروویو سرامیک‌های $Mg_xAl_{2(1-x)}Ti_{(1+x)}O_5$

شاداب لشکری*، تورج عبادزاده و اسماعیل صلاحی

پژوهشکده سرامیک، پژوهشگاه مواد و انرژی

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۲/۰۹/۲۰، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۲/۱۱/۱۶، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۲/۱۲/۱۳

چکیده

سرامیک‌های تیتانات آلومینیوم حاوی مقادیر مختلف اکسید منیزیم (صفر، ۲، ۵ و ۷ درصد وزنی) از طریق سینترینگ واکنشی و با استفاده از گرمایش مایکروویو در محدوده دمایی $1400-1250^\circ C$ تهیه شد. اثر افزودنی اکسید منیزیم و دمای سینتر روی تشکیل فاز آنها مورد بررسی قرار گرفت. چگالی و تخلخل نمونه‌ها محاسبه و پایداری حرارتی این ترکیبات در دمای $1100^\circ C$ به مدت ۵۰ و ۱۰۰ ساعت برآورد شد. نتایج نشان داد که سینتر مایکروویو سبب تشکیل این ترکیبات در دماهای پایین‌تر از حد معمول شده و از طرف دیگر میزان افزودنی اکسید منیزیم نیز در پیشرفت انجام واکنش تاثیر بسزایی دارد. نتایج چگالی حاکی از آن است که ترکیب حاوی ۷ درصد وزنی MgO بالاترین مقدار چگالی (۰.۹۵) را در بین ترکیبات مختلف دارد. نمونه‌های تیتانات آلومینیوم خالص بعد از ۵۰ ساعت عملیات حرارتی در دمای $1100^\circ C$ تجزیه شد، در حالیکه نمونه‌های حاوی MgO دارای پایداری بلند مدت حتی پس از گذشت ۱۰۰ ساعت عملیات حرارتی بودند.

واژه‌های کلیدی: تیتانات آلومینیوم، محلول جامد، مایکروویو، سینتر واکنش.

۱- مقدمه

کاربردهای مختلفی در کاربردهای سازه‌ای دما بالا مانند اجزای موتورهای احتراق داخلی، آسترها، پیستون‌ها، توربین‌ها، سدهای حرارتی و صنایع متالورژی و شیشه دارند [۳-۷]. هر چند کاربردهای عملی AT به دو دلیل محدود مانده است. یکی استحکام پایین آن که ناشی از ناهمسانگردی حرارتی زیاد آن است و دیگری تجزیه AT به TiO_2 و Al_2O_3 در محدوده دمایی $1280-750^\circ C$ می‌باشد [۸]. ساختار کریستالی AT با مینرال پزودوبروکایت (Fe_2TiO_5) که در سیستم اورتورمبیک با گروه فضایی Bbmm کریستاله می‌شود و فرمول عمومی آنها A_2BO_5 می‌باشد، ایزومورف است. در واقع Al_2TiO_5

تیتانات آلومینیوم یا تیالیت (AT) به دو شکل α و β وجود دارد. شکل α تا $1820^\circ C$ و شکل β در $1400-1320^\circ C$ پایدار است [۱،۲].

تیتانات آلومینیوم معمولاً از طریق واکنش حالت جامد TiO_2 و Al_2O_3 با نسبت استوکیومتری برابر در محدوده دمایی $1400-1360^\circ C$ تشکیل می‌شود. مواد سرامیکی بر پایه تیالیت (Al_2TiO_5) به علت داشتن ضریب انبساط حرارتی پایین ($10^{-6}^\circ C^{-1}$)، رسانایی حرارتی پایین ($1/5 Wm^{-1}K^{-1}$) و دمای ذوب بالا ($1860^\circ C$)

*عده‌دار مکاتبات: شاداب لشکری

نشانی: کرج، مشکین دشت، پژوهشگاه مواد و انرژی

تلفن: ۰۲۶۳-۶۲۸۰۰۴۰، دورنگار: ۰۲۶۳-۶۲۸۰۰۴۰، پست الکترونیکی: shadab_lashkari@yahoo.com

سیستم اورتورمبیک با گروه فضایی cmcm کریستاله می‌شود و این دو ساختار تنها با اختلاف اندکی که در

کوردیناسیون‌های اتمی اتم‌های تشکیل دهنده دارند، تمایز داده می‌شوند [۵،۹]. در ساختار تیتانات آلومینیوم (Al_2TiO_5)، هر کاتیون Al^{3+} یا Ti^{4+} با ۶ یون اکسیژن احاطه شده است که اکتاهدر اکسیژنی اعوجاج یافته تشکیل می‌دهد. این اکتاهدرهای AlO_6 و TiO_6 زنجیره‌های دوتایی جهت‌گیری شده (۰۰۱) را بوجود می‌آورند که بطور ضعیف از لبه‌های مشترک بهم متصل شده‌اند. این صورت ساختاری با گروه فضایی cmcm مسئول ناهمسانگردی حرارتی شدید است که یک سیستم پیچیده‌ای از تنش‌های داخلی موضعی را در حین سرد شدن از دمای پخت ایجاد می‌کند. این تنش‌ها از استحکام شکست ذاتی ماده تجاوز کرده و منجر به میکروتک شدن شدید می‌شود. میکروتک شدن مسئول ضعف مکانیکی نمونه سرامیکی و ضریب انبساط حرارتی پایین آن است [۵،۱۰]. تجزیه AT تحت یک تبدیل شبه یوتکتیک به TiO_2 و Al_2O_3 به ناپایداری ترمودینامیکی آن در محدوده $1280-750^\circ C$ مربوط می‌شود [۱۱]. ترکیبات هم ساختار تیتانات آهن (Fe_2TiO_5) و تیتانات منیزیم ($MgTi_2O_5$) رفتاری مشابه تیتانات آلومینیوم (Al_2TiO_5) نشان می‌دهند. $MgTi_2O_5$ پایین‌تر از $700^\circ C$ به TiO_2 ، $MgTiO_3$ و Fe_2TiO_5 و پایین‌تر از $565^\circ C$ به TiO_2 و Fe_2O_3 تجزیه می‌شوند. سرعت تجزیه Al_2TiO_5 پایین‌تر از $800-900^\circ C$ معمولاً خیلی آهسته است و حتی پس از زمان طولانی تجزیه دیده نمی‌شود که ماده می‌تواند از لحاظ سینتیکی پایدار در نظر گرفته شود [۱۲،۱۳].

در سیستم اورتورمبیک با گروه فضایی cmcm کریستاله می‌شود و این دو ساختار تنها با اختلاف اندکی که در کوردیناسیون‌های اتمی اتم‌های تشکیل دهنده دارند، تمایز داده می‌شوند [۵،۹]. در ساختار تیتانات آلومینیوم (Al_2TiO_5)، هر کاتیون Al^{3+} یا Ti^{4+} با ۶ یون اکسیژن احاطه شده است که اکتاهدر اکسیژنی اعوجاج یافته تشکیل می‌دهد. این اکتاهدرهای AlO_6 و TiO_6 زنجیره‌های دوتایی جهت‌گیری شده (۰۰۱) را بوجود می‌آورند که بطور ضعیف از لبه‌های مشترک بهم متصل شده‌اند. این صورت ساختاری با گروه فضایی cmcm مسئول ناهمسانگردی حرارتی شدید است که یک سیستم پیچیده‌ای از تنش‌های داخلی موضعی را در حین سرد شدن از دمای پخت ایجاد می‌کند. این تنش‌ها از استحکام شکست ذاتی ماده تجاوز کرده و منجر به میکروتک شدن شدید می‌شود. میکروتک شدن مسئول ضعف مکانیکی نمونه سرامیکی و ضریب انبساط حرارتی پایین آن است [۵،۱۰]. تجزیه AT تحت یک تبدیل شبه یوتکتیک به TiO_2 و Al_2O_3 به ناپایداری ترمودینامیکی آن در محدوده $1280-750^\circ C$ مربوط می‌شود [۱۱]. ترکیبات هم ساختار تیتانات آهن (Fe_2TiO_5) و تیتانات منیزیم ($MgTi_2O_5$) رفتاری مشابه تیتانات آلومینیوم (Al_2TiO_5) نشان می‌دهند. $MgTi_2O_5$ پایین‌تر از $700^\circ C$ به TiO_2 ، $MgTiO_3$ و Fe_2TiO_5 و پایین‌تر از $565^\circ C$ به TiO_2 و Fe_2O_3 تجزیه می‌شوند. سرعت تجزیه Al_2TiO_5 پایین‌تر از $800-900^\circ C$ معمولاً خیلی آهسته است و حتی پس از زمان طولانی تجزیه دیده نمی‌شود که ماده می‌تواند از لحاظ سینتیکی پایدار در نظر گرفته شود [۱۲،۱۳].

مشخص شده است که تجزیه حرارتی AT می‌تواند با افزودن MgO ، ZrO_2 ، SiO_2 [۱۱-۱۸] که با AT محلول جامد تشکیل می‌دهند، کنترل شود. در میان اکسیدهای پایدار ساز MgO و Fe_2O_3 بیشتر از بقیه موثر هستند [۲۲-۴]. علت پایداری تیتانات آلومینیوم در حضور اکسیدهای پایدار ساز هنوز بطور واضح مشخص نیست.

بر اساس کارهای قبلی تجزیه به علت اینکه جاهای شبکه‌ای اشغال شده توسط Al ($Al^{3+}=0.53\text{ nm}$) خیلی بزرگ است، روی می‌دهد. انرژی حرارتی در دسترس

منجر به تجزیه ساختاری AT می‌گردد. در مقابل کاتیون‌های آهن ($Fe^{3+}=0.64\text{ nm}$) یا منیزیم ($Mg^{2+}=0.66\text{ nm}$) در این مکان‌ها خوب جای گرفته و سرعت واکنش تجزیه را کاهش می‌دهند [۱۲،۱۷،۲۳]. بنابراین برای مثال پایدارسازی AT با افزودنی MgO به تشکیل محلول‌های جامد $Mg_xAl_{2(1-x)}Ti_{(1+x)}O_5$ (ATMx) نسبت داده می‌شود [۲۴]. فرضیه دیگر این است که جانشین شدن Mg^{2+} به جای Al^{3+} ، مطابق واکنش $2Al^{3+}=Mg^{2+}+Ti^{4+}$ ساختار مزدوبروکایت ایجاد شده ناشی از اختلاف زیاد شعاع یونی Al^{3+} (0.53 nm) و Ti^{4+} (0.68 nm) را کاهش می‌دهد [۲۵،۲۶].

سینترینگ واکنشی تیتانات آلومینیوم خالص (Al_2TiO_5) سبب ایجاد ریزساختاری متخلخل و دانه درشت می‌شود. در تیتانات آلومینیوم نیروی محرکه در دسترس برای تشکیل فاز مزدوبروکایت کم و بنابراین رشد تیتانات آلومینیوم تنها در شمار محدودی از مراکز جوانه‌زنی انجام می‌شود و ریزساختار در طی مراحل واکنش تعیین می‌شود. افزایش اکسید منیزیم تعداد مراکز جوانه‌زنی برای تشکیل فاز مزدوبروکایت را افزایش می‌دهد و ریزساختار با سینترینگ و رشد دانه به جای واکنش کنترل می‌شود [۱۴].

گرمایش میکروویو باعث هزینه‌های انرژی پایین‌تر، کاهش زمان فرآیند سینتر، کاهش دمای زینتر و ریزساختارهای ریزدانه می‌شود [۲۷]، در تحقیق حاضر سرامیک‌های $Mg_xAl_{2(1-x)}Ti_{(1+x)}O_5$ با استفاده از مواد اولیه نانومتری و به کمک سینترینگ میکروویو تهیه شد. در نهایت اثر میزان اکسید منیزیم و دمای سینتر روی تشکیل فاز آنها مورد بررسی قرار گرفت. چگالی و تخلخل نمونه‌ها محاسبه و پایداری حرارتی این ترکیبات در دمای $1100^\circ C$ به مدت ۵۰ و ۱۰۰ ساعت برآورد شد.

۲- فعالیت‌های تجربی

مواد اولیه مورد استفاده در این کار شامل نانوپودرهای آلومینا ($\gamma-Al_2O_3$)، تیتانیا (TiO_2) و منیزیا (MgO) است. نانوپودر آلومینا و نانوپودر منیزیا از شرکت آلدریج با

سمت زوایای کوچکتر انتقال یافته است که به تشکیل محلول جامد با جانشینی Mg^{2+} به جای Al^{3+} (با شعاع یونی کوچکتر) و در نتیجه ایجاد سلول واحد بزرگتر نسبت داده می‌شود.

از سوی دیگر وجود $MgTiO_3$ یا $MgTi_2O_5$ در الگوهای XRD دیده نشد و بیانگر این است که Mg در Al_2TiO_5 جانشین شده و تشکیل محلول جامد $Mg_xAl_{2(1-x)}Ti_xO_5$ را داده است. جدول ۲ وابستگی ثوابت شبکه بدست آمده در این پژوهش را به ترکیب (صفر، ۲، ۵، ۷ درصد وزنی اکسید منیزیم) نشان می‌دهد. مطابق قانون وگارد، در محلول‌های جامد $Mg_xAl_{2(1-x)}Ti_xO_5$ با افزایش مقدار x هر سه ثابت a ، b و c افزایش یافته است. ثوابت شبکه بدست آمده برای این ترکیبات با مقادیر دیگر پژوهش‌ها مطابقت دارد [۱۹، ۲۸].

با توجه به مقادیر بدست آمده مشخص می‌شود که ترکیبات حاوی ۲، ۵ و ۷ درصد اکسید منیزیم به ترتیب محلول‌های جامد $Mg_{0.1}Al_{1.8}Ti_{1.1}O_5$ ، $Mg_{0.3}Al_{1.4}Ti_{1.3}O_5$ و $Mg_{0.5}AlTi_{1.5}O_5$ تشکیل داده‌اند. این نتیجه با آنچه که از مقادیر استوکیومتری مواد اولیه و از طریق روابط تئوری محاسبه شده است، مطابقت دارد.

جدول ۲: ثوابت شبکه با صفر، ۲، ۵ و ۷ درصد وزنی اکسید منیزیم.

میزان افزودنی اکسید منیزیم (wt.%)	مقادیر ثوابت شبکه (انگستروم)		
	a	b	c
صفر	۳/۵۸	۹/۴۲	۹/۶۱
۲	۳/۵۸	۹/۴۹	۹/۷۰
۵	۳/۶۴	۹/۵۳	۹/۷۳
۷	۳/۶۷	۹/۶۰	۹/۸۳

مطابق شکل ۱، سینتر نمونه بدون افزودنی اکسید منیزیم در دمای $1400^\circ C$ ، تیتانات آلومینیوم همراه با مقدار کمی روتایل و کوراندوم باقیمانده می‌دهد. در حقیقت ذرات روتایل و کوراندوم باقیمانده در بین دانه‌های تیتانات آلومینیوم (Al_2TiO_5) احاطه شده و با توجه به اینکه نفوذ از طریق تیتانات آلومینیوم نسبتاً آهسته است، زمان‌های نفوذ طولانی برای تکمیل واکنش لازم است. الگوهای پراش اشعه ایکس، اثر افزایش اکسید منیزیم روی تشکیل فاز تیالیست که در مقالات آمده است را تایید می‌کند. همچنین مشخص شده است که افزایش حتی ۲ wt.%

مشخصات Al_2O_3 (Aldrich-544833, < 50 nm) و MgO (Aldrich-549649, < 50 nm) تهیه شد. نانوپودر تیتانیا از شرکت دگوسا با مشخصات (P25, Degussa, 21 nm) تهیه شد. به منظور تهیه سرامیک‌های $Mg_xAl_{2(1-x)}Ti_{(1+x)}O_5$ مقادیر استوکیومتری مواد اولیه در یک بطری پلاستیکی با گلوله‌های آلومینیایی با استفاده از متانول به عنوان مایع پراکنده‌ساز به مدت ۲ ساعت مخلوط شدند. پس از خشک شدن، پودر بدست آمده الک شده و نمونه‌های مستطیلی $20\text{ mm} \times 6\text{ mm} \times 5\text{ mm}$ تحت پرس تک محوره در فشار 50 MPa و پس از آن پرس ایزواستاتیک سرد در 180 MPa تهیه گردید. پس از آن نمونه‌ها به مدت ۲۴ ساعت در خشک‌کن قرار گرفتند. عملیات سینترینگ در یک مایکروویو با متوسط سرعت گرمایش و سرمایش $50^\circ C/min$ و $1350^\circ C$ در دماهای $1250^\circ C$ و $1350^\circ C$ انجام شد. جدول ۱ نام ترکیبات مختلف را نشان می‌دهد. پس از سینترینگ، دانسیته و تخلخل نمونه‌های زینتر شده با روش غوطه‌وری محاسبه شد. به منظور شناسایی فازهای موجود در نمونه‌های سینتر شده، آنالیز فازی با XRD (Philips, PW 3710 MPD) با تابش CuK_{α} انجام شد. پایداری ترکیبات مختلف تحت عملیات آنیل در $1100^\circ C$ توسط روش تفرق اشعه ایکس مورد ارزیابی قرار گرفت.

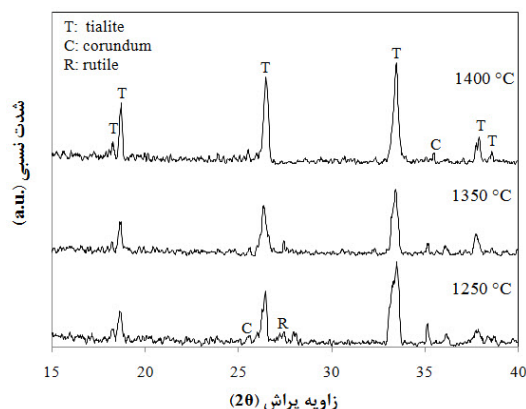
جدول ۱: ترکیب نمونه‌های دارای مقادیر مختلف اکسید منیزیم.

Composition	% wt. AT	wt.% MgO
AT	۱۰۰	صفر
2AT	۹۸	۲
5AT	۹۵	۵
7AT	۹۳	۷

۳- نتایج و بحث

۳-۱- ترکیب فاز

الگوهای پراش اشعه ایکس نمونه‌های دارای مقادیر مختلف اکسید منیزیم (صفر، ۲، ۵ و ۷ درصد وزنی) در شکل ۱ نشان داده شده است. همانطوریکه مشاهده می‌شود الگوهای تیالیست پایدار شده شبیه تیالیست خالص اما با مقداری انتقال زاویه‌ای است. مطابق قانون وگارد با افزایش میزان اکسید منیزیم در بدنه AT، پیک اصلی تیالیست به



شکل ۲: الگوهای XRD نمونه 5AT در دماهای ۱۲۵۰، ۱۳۵۰ و ۱۴۰۰ °C.

۳-۲- چگالی و تخلخل

چگالی و تخلخل با استفاده از روش ارشمیدس و بر اساس استاندارد ASTM C373-88 اندازه‌گیری شد. وزن نمونه با استفاده از یک ترازوی دیجیتالی با دقت 0.0001 g اندازه‌گیری شد. چگالی بالک (D_b) و تخلخل ظاهری (P_a) با استفاده از روابط زیر محاسبه شد:

$$D_b = \frac{m_D}{m_s - m_i} \times D_i \quad (1)$$

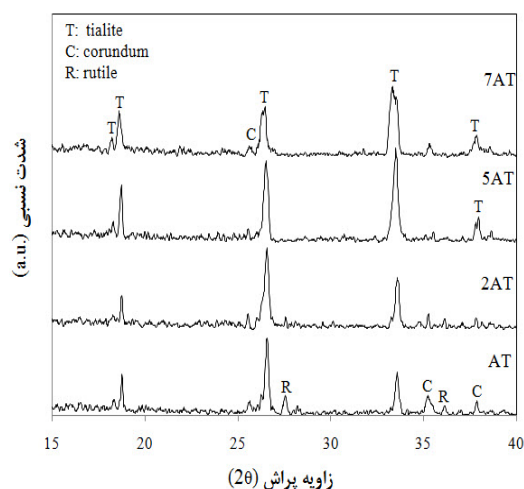
$$P_a = \frac{m_s - m_D}{m_s - m_i} \times 100 \quad (2)$$

که m_D ، m_i ، m_s و D_i به ترتیب وزن خشک، وزن غوطه‌وری، وزن اشباع و چگالی محیط غوطه‌وری است. شکل ۳ چگالی بالک و تخلخل نمونه‌های دارای مقادیر مختلف اکسید منیزیم (۲، ۵ و ۷ درصد وزنی) را در دمای ۱۴۰۰ °C نشان می‌دهد. به منظور مقایسه، چگالی و تخلخل نمونه AT خالص در دمای ۱۴۰۰ °C نیز آورده شده است.

با توجه به شکل مشاهده می‌شود که با افزایش میزان افزودنی پایدارساز اکسید منیزیم، چگالی افزایش یافته است و در مقابل از میزان تخلخل کاسته شده است. تشکیل محلول جامد سبب کاهش تخلخل و چگالی نهایی بالاتر می‌شود [۱۱]. بهبود چگالی و کاهش درصد تخلخل ظاهری به علت اثر جایگزینی Al^{3+} با Mg^{2+} است که باعث کاهش ناهمسانگردی انبساط حرارتی تیالیت می‌شود. با ورود منیزیم در مواضع ساختاری و تغییر واحد سلولی

اکسید منیزیم به مخلوط پودر اولیه آلومینا/تیتانیا باعث تشکیل تیالیت بیشتری نسبت به حالت بدون افزودنی اکسید منیزیم می‌شود [۲۶، ۲۹].

در نمونه‌های دارای ۲ wt.% اکسید منیزیم میزان روتایل و کوراندوم باقیمانده کمتر شده و در نمونه‌های با مقادیر بالاتر اکسید منیزیم، این پیک‌ها تقریباً حذف می‌شود. باید توجه داشت که کوراندوم مشاهده شده در الگوهای پراش اشعه ایکس با مقادیر بالاتر اکسید منیزیم به اثر جانشینی Mg^{2+} به جای Al^{3+} و در نتیجه حضور کوراندوم در ساختار مربوط می‌شود. افزایش میزان فاز تیالیت تشکیل شده مربوط به تشکیل اسپینل ($MgAl_2O_4$) و ایجاد مکان‌های جوانه‌زنی بیشتر برای تشکیل فاز تیالیت است [۳۰].

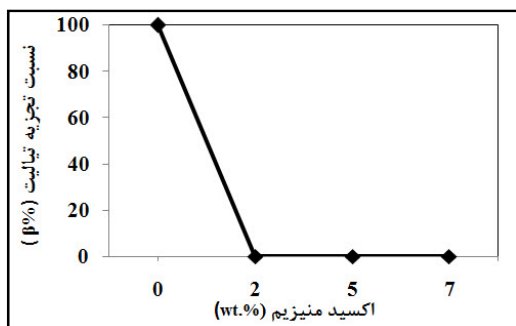


شکل ۳: الگوهای XRD نمونه‌های دارای مقادیر مختلف MgO.

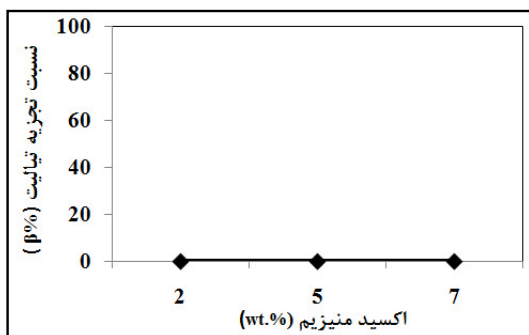
شکل ۲ الگوهای پراش اشعه ایکس نمونه‌های دارای ۵ wt.% افزودنی اکسید منیزیم را در دماهای ۱۲۵۰، ۱۳۵۰ و ۱۴۰۰ °C نشان می‌دهد.

با افزایش دما از ۱۲۵۰ °C به ۱۳۵۰ °C، میزان فاز تیالیت تشکیل شده افزایش یافته و از شدت پیک آلومینا و روتایل در دو طرف پیک اصلی تیالیت (۲۶ درجه) کاسته می‌شود. در دمای ۱۴۰۰ °C فاز تیالیت کاملاً تشکیل شده است و آلومینا و روتایل حذف شده است. در حقیقت افزایش دما سبب فعال‌تر شدن فرآیند نفوذ، کاهش میزان TiO_2 و در نتیجه افزایش میزان فاز تیالیت می‌شود.

از شکل ۴ مشخص است که تیتانات آلومینیوم خالص پس از ۵۰ ساعت آنیل در دمای 1100°C بطور کامل تجزیه شده است، در صورتی که نمونه‌های حاوی اکسید منیزیم کاملاً پایدار بوده و دستخوش هیچ تجزیه‌ای قرار نگرفته‌اند. از آنجائیکه تیتانات آلومینیوم بطور کامل تجزیه شد، در ادامه تست تجزیه حذف شده و تست با نمونه‌های حاوی اکسید منیزیم ادامه یافت. شکل ۵ نشان می‌دهد که نمونه‌های تیتانات آلومینیوم پایدار شده با مقادیر مختلف اکسید منیزیم (۲، ۵ و ۷ درصد وزنی)، حتی پس از آنیل به مدت ۱۰۰ ساعت، پایدار مانده و هیچ تجزیه‌ای در آنها رخ نداده است. این اثر مربوط به جانشینی Mg^{2+} در Al_2TiO_5 و تشکیل محلول جامد می‌شود.



شکل ۴: درصد تجزیه تیالیت بر حسب میزان MgO بعد از ۵۰ h آنیل.

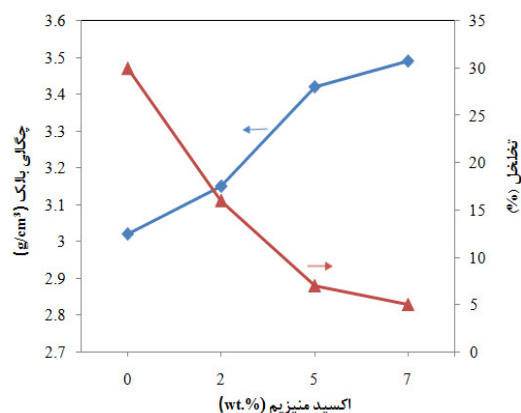


شکل ۵: درصد تجزیه تیالیت بر حسب میزان MgO بعد از ۱۰۰ h آنیل.

۴- نتیجه‌گیری

- استفاده از سینتر مایکروویو همراه با افزودنی اکسید منیزیم سبب تشکیل سرامیک‌های تیتانات آلومینیوم در دماهای پایین‌تر از حد معمول سینتر واکنشی تیالیت ($1360-1400^{\circ}\text{C}$) و سبب تغییر خواص آن شد. چگالی AT خالص بطور قابل توجهی نسبت به AT دارای اکسید

تیتانات آلومینیوم (Al_2TiO_5)، خواص مربوط به انبساط حرارتی کنترل شده، تخلخل و میکروتترک کاهش می‌یابد [۱۷].



شکل ۳: چگالی بالک و تخلخل بر حسب میزان MgO در 1400°C .

۳-۳- پایداری حرارتی

برای مطالعه پایداری ترکیبات مورد آزمایش، نمونه‌ها در یک کوره (Exciton 1500) در دمای ماکزیمم تجزیه (1100°C) [۱۲، ۲۸]، در دو گام زمانی ۵۰ و ۱۰۰ ساعت قرار گرفتند. به این منظور نمونه‌های سینتر شده در 1400°C که تشکیل تیالیت در آنها نسبتاً کامل شده بود، انتخاب شدند. آنالیز پراش اشعه ایکس روی نمونه‌ها قبل از قرارگیری در کوره، پس از ۵۰ ساعت و نهایتاً پس از ۱۰۰ ساعت انجام شد.

به منظور مقایسه الگوهای پراش اشعه ایکس در گام‌های مختلف از نسبت معادله ۳ استفاده شد که در آن β نسبت تجزیه و $I_{\text{Al}_2\text{TiO}_5}$ و I_{TiO_2} به ترتیب شدت‌های مطابق با خط $\beta\text{-Al}_2\text{TiO}_5$ (۰۲۳) و خط (۱۰۱) روتایل است [۲۸، ۳۱].

$$\beta = \frac{I_{\text{TiO}_2}}{I_{\text{TiO}_2} + I_{\text{Al}_2\text{TiO}_5}} \quad (3)$$

نسبت تجزیه تیالیت بدست آمده از معادله ۳ برای نمونه‌های دارای مقادیر مختلف اکسید منیزیم آنیل شده در دمای 1100°C به مدت ۵۰ و ۱۰۰ ساعت به ترتیب در شکل‌های ۴ و ۵ نشان داده شده است.

- [8] E. Kato, K. Daimon, J. Takahashi, *American Ceramic Society*, **63**, 1980, 355.
- [9] B. Morosin, R.W. Lynch, *Acta Crystallography*, **28**, 1972, 1040.
- [10] A.M. Segadaes, M.R. Morelli, R.G. Kiminami, *European Ceramic Society*, **18**, 1998, 771.
- [11] V. Buscaglia, P. Nanni, G. Battilana, G. Aliprandi, C. Carry, *European Ceramic Society*, **13**, 1994, 411.
- [12] R. Papitha, M.B. Suresh, D. Chakravarty, A. Swarnakar, D. Das, R. Johnson, *Ceramics International*, **40**, 2014, 659.
- [13] V. Buscaglia, *American Ceramic Society*, **81**, 1998, 2645.
- [14] L. Giordano, M. Viviani, C. Bottino, M.T. Buscaglia, V. Buscaglia, P. Nanni, *European Ceramic Society*, **22**, 2002, 1811.
- [15] Y.X. Huang, A.M. Senos, J.L. Baptista, *Ceramics International*, **24**, 1998, 223.
- [16] H.A. Thomas, R. Stevens, E. Gilbart, *Materials Science*, **26**, 1991, 3613.
- [17] G. Tilloca, *Materials Science*, **26**, 1991, 2809.
- [18] K. Hamano, Y. Ohya, Z. Nakagawa, *American Ceramic Society*, **91**, 1983, 94.
- [19] V. Buscaglia, G. Battilana, M. Leoni, *Materials Science*, **31**, 1996, 5009.
- [20] V. Buscaglia, M. Caracciolo, M. Leoni, *Materials Science*, **32**, 1997, 6525.
- [21] V. Buscaglia, P. Nanni, G. Battilana, G. Aliprandi, C. Carry, *European Ceramic Society*, **13**, 1994, 419.
- [22] T.S. Liu, D.S. Perera, *Materials Science*, **33**, 1998, 995.
- [23] I.M. Low, D. Lawrence, R.I. Smith, *American Ceramic Society*, **88**, 2005, 2957.
- [24] S. Pratapa, K. Umaroh, E. Weddakarti, *Materials Letters*, **65**, 2011, 854.
- [25] H.C. Kim, K.S. Lee, O.S. Kweon, C.G. Aneziris, I.J. Kim, *European Ceramic Society*, **27**, 2007, 1431.
- [26] H. Wohlfromm, T. Epicier, J. Moya, P. Pena, G. Thomas, *European Ceramic Society*, **7**, 1991, 385.
- [27] M.A. Janney, *American Ceramic Society*, **1**, 1988, 919.
- [28] M. Ishitsuka, T. Sato, T. Endo, M. Shimada, *American Ceramic Society*, **70**, 1987, 69.
- [29] H. Wohlfromm, J.S. Moya, P. Pena, *Materials Science*, **25**, 1990, 3753.
- [30] V. Buscaglia, M. Alvazzi-Delfrate, M. Leoni, C. Bottino, *Materials Science*, **31**, 1996, 1715.
- [31] Y.X. Huang, A.M. Senos, J.L. Baptista, *Materials Science*, **15**, 2000, 357.

منیزیم پایین تر بود. همانطوریکه میزان اکسید منیزیم افزایش یافت، چگالی افزایش و تخلخل کاهش یافت.

- آنالیز پراش اشعه ایکس در دمای اتاق برای نمونه‌های AT خالص و سینتر شده در دمای 1400°C یک مقدار اندکی TiO_2 و Al_2O_3 نشان داد که به علت انجام نشدن کامل فرآیند نفوذ در طی گرمایش است. هر چند برای نمونه‌های دارای افزودنی اکسید منیزیم، این مواد اولیه واکنش نکرده تقریباً حذف شدند.

- نتایج پراش اشعه ایکس نشان داد که حضور اکسید منیزیم در این سرامیک‌ها در پایداریسازی AT در برابر تجزیه در 1100°C به مدت ۱۰۰ ساعت در هوا موثر بود و هیچ تجزیه‌ای مشاهده نشد.

مراجع

- [1] M.M. Sekar, K.C. Patil, *British Ceramic Transaction*, **93**, 1994, 146.
- [2] M. Jayasankar, K.P. Hima, S. Ananthakumar, P. Mukundan, P.K. Pillai, K.G. Warriar, *Materials Chemistry and Physics*, **124**, 2010, 92.
- [3] A. Borrell, M.D. Salvador, V.G. Rocha, A. Fernandez, T. Molina, R. Moreno, *Composites Part B: Engineering*, **47**, 2013, 255.
- [4] L. Jiang, X.Y. Chen, G.M. Han, Y. Meng, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, **21**, 2011, 1574.
- [5] R.D. Skala, D. Li, I.M. Low, *European Ceramic Society*, **29**, 2009, 67.
- [6] F.H. Perera, A. Pajares, J.J. Melendez, *European Ceramic Society*, **31**, 2011, 1695.
- [7] P. Oikonomou, C. Dedeloudis, C.J. Stournaras, C. Ftikos, *European Ceramic Society*, **27**, 2007, 3475.