

# تأثیر اکسید منیزیم بر تشکیل و پایداری حرارتی تیالیت (Al<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub>)

فاطمه السادات نوری نجفی<sup>۱</sup>، رحیم نقی زاده<sup>۲</sup>، مرتضی تمیزی فر<sup>۳</sup>، محمد فقیهی ثانی<sup>۳</sup>

<sup>۱</sup> دانشکده مهندسی مواد، واحد علوم و تحقیقات تهران، دانشگاه آزاد اسلامی

<sup>۲</sup> دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران

<sup>۳</sup> دانشکده مواد، دانشگاه صنعتی شریف

Fm\_10787@yahoo.com

**چکیده:** کاربرد تیالیت علیرغم مقاومت عالی در برابر شوک حرارتی و مقاومت شیمیایی خوب در برابر فلزات غیر آهنی به دلیل عدم پایداری حرارتی آن در زیر ۱۲۸۰°C محدود می‌باشد. در این تحقیق تأثیر افزودنی منیزیا (MgO) بر پایداری حرارتی تیالیت مورد بررسی قرار گرفته است. نمونه‌ها با مخلوط کردن آلومینا و تیتانیا با نسبت استوکیومتری ۱:۱ و میزان افزودنی ۵-۰ درصد وزنی منیزیا آماده شد و سپس در دمای ۱۴۰۰°C به مدت ۴ ساعت پخت گردید و میزان تیالیت تشکیل شده و ریزساختار نمونه‌ها مورد بررسی قرار گرفت که نتایج حاکی از تأثیر مطلوب منیزیا تا ۳ درصد وزنی بر روی تشکیل تیالیت بود. سپس عملیات آنیل به منظور بررسی پایداری حرارتی در دمای ۱۱۰۰°C و در زمان‌های مختلف بر روی نمونه‌ها انجام گرفت و نمونه‌ها با آنالیز XRD و SEM مورد بررسی قرار گرفتند. پس از آنیل تیالیت باقی مانده در نمونه‌های حاوی MgO در مقایسه با نمونه‌های بدون افزودنی افزایش چشمگیری داشت به طوری که در ۲۴ ساعت آنیل در نمونه بدون افزودنی تقریباً تیالیتی مشاهده نشد اما در نمونه حاوی سه درصد منیزیا، ۳۰ درصد وزنی تیالیت باقیمانده بود.

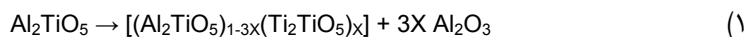
**کلمات کلیدی:** تیالیت، منیزیا، پایداری حرارتی، محلول جامد تیتانات آلومینیم منیزیم.

## ۱- مقدمه

تیتانات آلومینیم یا تیالیت (Al<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub>) جزء خانواده پزودوپروکیت با ساختار کریستالی ارتورومبیک می‌باشد [۱]. از نظر ترمودینامیکی تیالیت دارای ۲ شکل آلوتروپی α و β است که نوع β در دو محدوده دمایی یکی از دمای محیط تا دمای حدود ۷۵۰°C و دیگری از دمای ۱۲۸۰ تا ۱۸۲۰°C پایدار است و نوع α از دمای ۱۸۲۰ تا ۱۸۶۰°C پایدار است [۲].

Freudenberg و همکارانش [۳] گزارش کردند که تشکیل تیالیت به وسیله واکنش حالت جامد از ذرات پودری در حوالی ۱۳۰۰°C رخ می‌دهد و تشکیل آن به دو مرحله یکی جوانه‌زنی و رشد سریع سلول‌های تیالیت و دیگری حذف ذرات باقیمانده روتایل و کوراندوم از طریق نفوذ تقسیم می‌گردد. در مرحله اول ۶۰٪ وزنی نمونه، سلول‌های تیالیت است و جوانه زنی در محل‌های آسان برای جوانه‌زنی رخ می‌دهد و نفوذ سریع Al<sup>3+</sup> از درون TiO<sub>2</sub> رخ می‌دهد. در مرحله دوم که حذف ذرات باقیمانده می‌باشد نفوذ Al<sup>3+</sup> بایستی از درون تیالیت رخ دهد که فرآیند کندی است. در دماهای بالاتر جوانه‌زنی می‌تواند داخل TiO<sub>2</sub> یا مرز مشترک Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub> نیز رخ دهد. تیالیت ماده‌ای با نقطه ذوب بالا (۱۸۶۰°C)، ضریب انبساط حرارتی کم (۱۰<sup>-۶</sup> × ۰/۲ k<sup>-1</sup>)، ضریب هدایت حرارتی کم (۰/۹-۱/۵ w m<sup>-1</sup> k<sup>-1</sup>)، مقاومت شوک حرارتی عالی (حدود ۵۰۰ w m<sup>-1</sup>) و مقاومت خوردگی خوب در برابر فلزات غیر آهنی می‌باشد [۵ و ۴]. کاربرد تیالیت به دلیل دو عیب عمده محدود می‌شود یکی از محدودیت‌ها انیزوتروپی ضریب انبساط حرارتی و دیگر عدم پایداری حرارتی آن در زیر ۱۲۸۰°C و تجزیه آن به اجزا اولیه خود یعنی کوراندوم و روتایل می‌باشد [۸-۶]. بیشترین پیک تجزیه

در  $1100^{\circ}\text{C}$  اتفاق می‌افتد و در زیر  $900^{\circ}\text{C}$  تجزیه کند می‌شود و در زیر  $750^{\circ}\text{C}$  تجزیه از نظر سینتیکی محسوس نیست [۹۱]. برخی محققان تجزیه تیالیست را توسط فاز واسطه محلول جامد شبه پایدار توضیح داده‌اند، که بر اساس آن فاز میانی آنوسیت با فرمول شیمیایی  $\text{Ti}_3\text{O}_5$  که حالیت کامل با تیالیست دارد ابتدا مطابق رابطه زیر تشکیل می‌شود و سپس کوراندوم و روتایل حاصل می‌گردد [۱].



برای افزایش پایداری تیالیست از افزودنی‌ها به عنوان فاز دوم یا محلول جامد استفاده می‌گردد [۱]. از افزودنی‌های فاز دوم به مولایت اشاره شده است که با ممانعت از رشد ذرات تیالیست در هنگام زینتر و محدود کردن آن در زیر  $1/5 \mu\text{m}$  و در نتیجه کاهش تنش حاصل از انیزوتروپی ضرایب انبساط حرارتی به پایداری تیالیست کمک می‌کنند [۱۱]. از افزودنی‌های ایجاد کننده محلول جامد به افزودنی  $\text{MgO}$ ،  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  و  $\text{ZrO}_2$  به تیالیست اشاره شده است که با جایگزینی یون‌هایی مثل  $\text{Mg}^{+2}$  به جای  $\text{Al}^{+3}$  در اکتاهدرال‌های مربوطه موجب کاهش اعوجاج شبکه تیالیست شده‌اند و به بهبود پایداری کمک کرده‌اند [۱۲]. با توجه به کمبودهایی که در مورد ریزساختار و مکانیزم دقیق تأثیر افزودنی‌های محلول جامد وجود دارد. در این تحقیق به بررسی پایداری حرارتی تیالیست با استفاده از افزودنی اکسید منیزیم ( $\text{MgO}$ ) و روند تشکیل آن پرداخته شده است و روند تجزیه با توجه به اثر افزودنی بر میزان تیالیست باقی مانده بررسی شده است.

## ۲- روش تحقیق

در این تحقیق از پودر دی اکسید تیتانیوم با خلوص  $99/9\%$  با اندازه ذرات زیر  $5 \mu\text{m}$  به فرم کریستالی آاناتز (Merck Co., 100808) و آلومینا با خلوص  $99/8\%$  با اندازه ذرات کمتر از  $4 \mu\text{m}$  به فرم کریستالی کوراندوم (Matroxid Co., MR80) و منیزیا با خلوص بالا و اندازه دانه زیر  $3 \mu\text{m}$  به فرم کریستالی پری کلاز (Neutrino Co.) استفاده شد.

یک ترکیب بدون افزودنی (کد AT)، ترکیب دوم با سه درصد افزودنی منیزیا (کد AT3M) و ترکیب سوم با پنج درصد منیزیا (کد AT5M) برای مطالعه انتخاب شدند. مواد اولیه آلومینا و تیتانیا با نسبت مولی ۱:۱ ( $\text{Al}_2\text{O}_3 = 56\text{wt.}\%$ ،  $\text{TiO}_2 = 44\text{wt.}\%$ ) در بالمیل با گلوله آلومینایی مخلوط شدند و به سه قسمت تقسیم شدند. آنگاه افزودنی منیزیا به میزان ۳ و ۵ درصد وزنی در هاون عقیق به بیج فوق افزوده شد. سپس به سه نمونه فوق AT، AT3M و AT5M سه درصد وزنی محلول PVA اضافه شد و مخلوط‌ها به مدت یک شبانه روز جهت پیرسازی نگهداری شدند. آنگاه نمونه‌ها توسط پرس به صورت قرص‌هایی با قطر ۳cm پرس شدند. نمونه‌ها پس از خشک شدن در  $110^{\circ}\text{C}$  در کوره الکتریکی دارای اتمسفر هوا با سرعت  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  و زمان نگهداری ۴ ساعت در  $1400^{\circ}\text{C}$  پخت شده و آنگاه برای جلوگیری از تجزیه حین برگشت در هوا سریع سرد شدند. از نمونه‌های پخت شده الگوی پراش اشعه X با Cuka انجام شد و از سطح شکست آنها پس از پولیش و پوشش با طلا عکس‌های میکروسکوپی و آنالیز نقطه‌ای با استفاده از SEM-EDX تهیه شد. سپس نمونه‌ها برای بررسی پایداری حرارتی در دمای  $1100^{\circ}\text{C}$  در اتمسفر هوا به مدت ۸ و ۲۴ ساعت قرار گرفتند و پس از آن تحت بررسی الگوی پراش اشعه X و SEM-EDX قرار گرفتند تا میزان تجزیه تیالیست معلوم گردد.

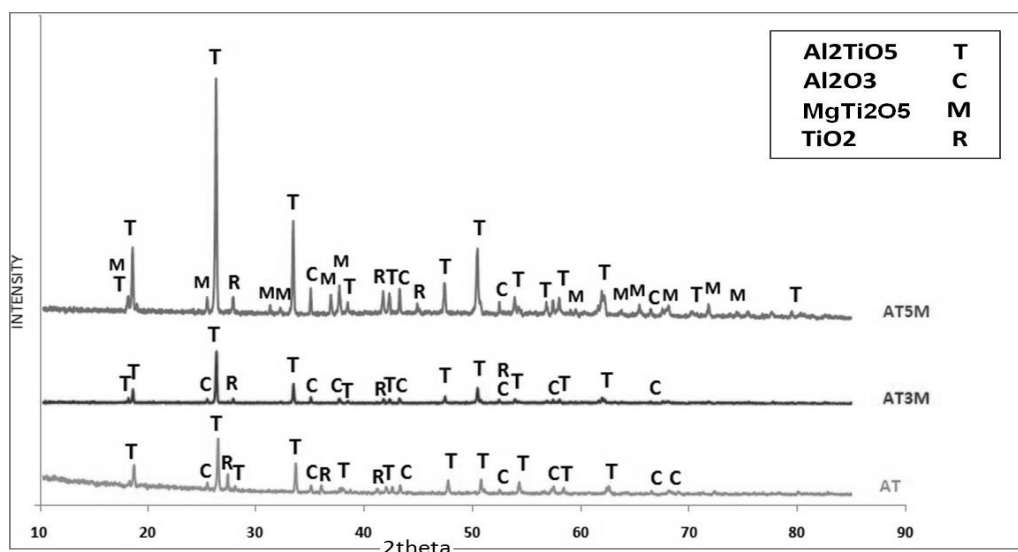
برای آنالیز کمی از روش کالیبراسیون استفاده شد [۹]. برای بدست آوردن ضرایب موجود در فرمول حاصل از این روش (فرمول ۲) نسبت مشخصی از مواد اولیه با خلوص بالا از کوراندوم، روتایل و تیالیست مخلوط شدند و پس از تهیه الگوی اشعه X با همان دستگاه استفاده شده در آزمایش‌ها ضرایب A و B و C بدست آمد ( $A=0/223$ ،  $B=0/274$ ،  $C=1$ ) سپس با استفاده از شدت پیک‌های مربوط به صفحات (۱۰۱) تیالیست، (۱۱۳) کوراندوم و (۱۱۰) روتایل درصد تیالیست در هر کدام از نمونه‌های آزمایشی بدست آمد.

$$\%wt.Tialite = \frac{A.I_{Tialite}}{A.I_{tialite} + B.I_{Rutile} + C.I_{corundum}} \quad (2)$$

### ۳- نتایج و بحث

#### ۳-۱- تشکیل تیتانات آلومینیوم

در شکل ۱ الگوی پراش XRD نمونه بدون افزودنی AT، حاوی ۳٪ اکسید منیزیم AT3M و حاوی ۵٪ اکسید منیزیم AT5M مشاهده می‌شود. الگوی نمونه AT نشان می‌دهد که فاز اصلی تیالیت در کنار فازهای فرعی کورانوم و روتایل وجود دارد. این موضوع نشان می‌دهد که زمان برای از بین رفتن کامل مواد اولیه کافی نبوده است.

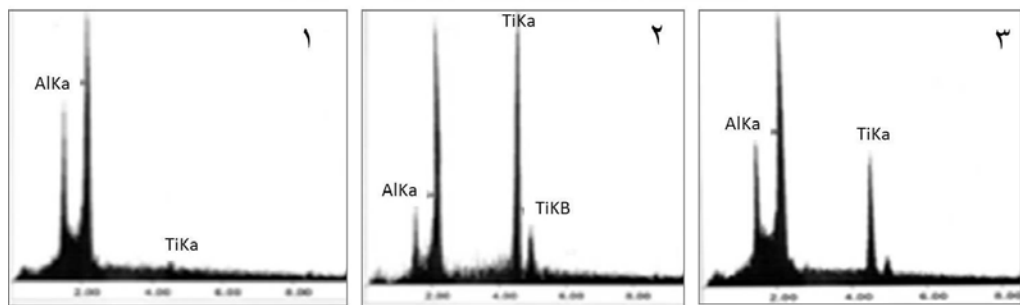
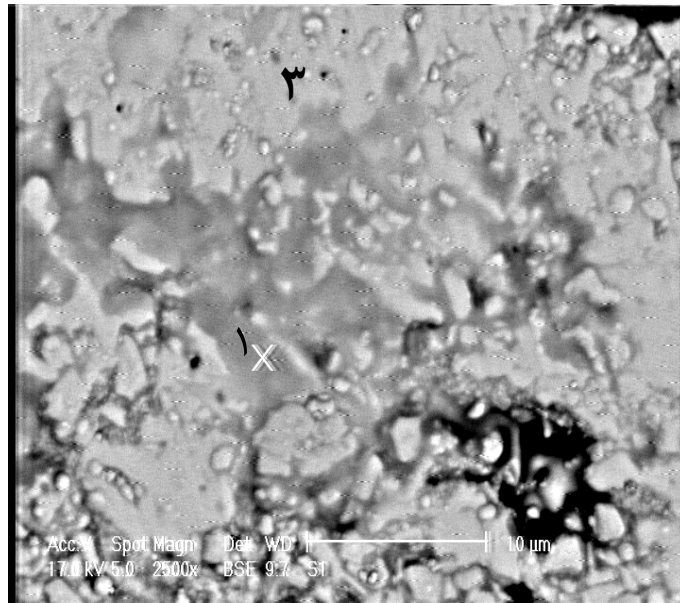


شکل ۱- الگوی اشعه X نمونه‌های AT، AT3M و AT5M پس از زینتر ۱۴۰۰°C به مدت ۴ ساعت

با افزودن منیزیا به مخلوط  $Al_2O_3$  و  $TiO_2$  و پخت در دمای ۱۴۰۰°C همان طور که در شکل ۱ مشاهده می‌شود علاوه بر فاز اصلی تیالیت و فازهای جزئی باقیمانده کورانوم و روتایل فاز جدید تیتانات منیزیم  $MgTi_2O_5$  در نمونه حاوی پنج درصد افزودنی منیزیا نیز تشکیل شده است.  $MgO$  با تشکیل محلول جامد با تیالیت به صورت  $Al_{2(1-x)}Mg_xTi_{(1+x)}O_5$  (ATM) یکی از موارد معروف در زمینه پایدار سازی می‌باشد [۱۲]. عدم وجود  $MgO$  در نمونه AT3M نشان می‌دهد که  $MgO$  افزوده شده به صورت محلول جامد درآمده است و از آنجایی که اندازه یون  $r_{Mg^{2+}} = 0.65$  nm و  $r_{Al^{3+}} = 0.5$  nm می‌باشد بنابراین جایگزینی یون  $Mg^{2+}$  به جای  $Al^{3+}$  موجب انبساط شبکه و در نتیجه شیفت پیک‌ها به  $2\theta$  پایین‌تر خواهد شد. فاز  $MgTi_2O_5$  در نمونه ۵ درصد افزودنی  $MgO$  وجود دارد و این موضوع می‌تواند بیانگر این باشد که در نمونه AT5M زمان برای انحلال تمام فاز تیتانات منیزیم در تیتانات آلومینیوم کافی نبوده است. چنانچه حالت تئوری را در نظر بگیریم میزان کل  $MgTi_2O_5$  حاصله هنگام افزودن ۳ و ۵ درصد وزنی منیزیا به ترتیب ۱۴/۸ و ۲۴/۸ خواهد بود، در ضمن اندازه پیک‌های  $MgTi_2O_5$  در نمونه AT5M کوچک است و این بیانگر این است که مقدار آن به صورت آزاد کم است و اکثر آن در تیالیت حل شده است. مطابق محاسبات با استفاده از رابطه ۲ حاصل از کالیبراسیون افزودن منیزیا موجب افزایش میزان تیالیت از ۷۵٪ به ۸۶٪ وزنی شده است و نشان می‌دهد که منیزیا بر افزایش درصد تیالیت تأثیر داشته که این امر با انحلال  $MgTi_2O_5$  رخ می‌دهد.

در شکل ۲، ریزساختار میکروسکوپی نمونه بدون افزودنی آورده شده است. با توجه به نتایج EDX می‌توان

بیان کرد که نقاط روشن تر مربوط به روتایل و یا فاز غنی از تیتانا، خاکستری روشن تیالیت و خاکستری تیره، فاز غنی از آلومینا و تخلخل و ترک‌ها نقاط سیاه رنگ می‌باشند.

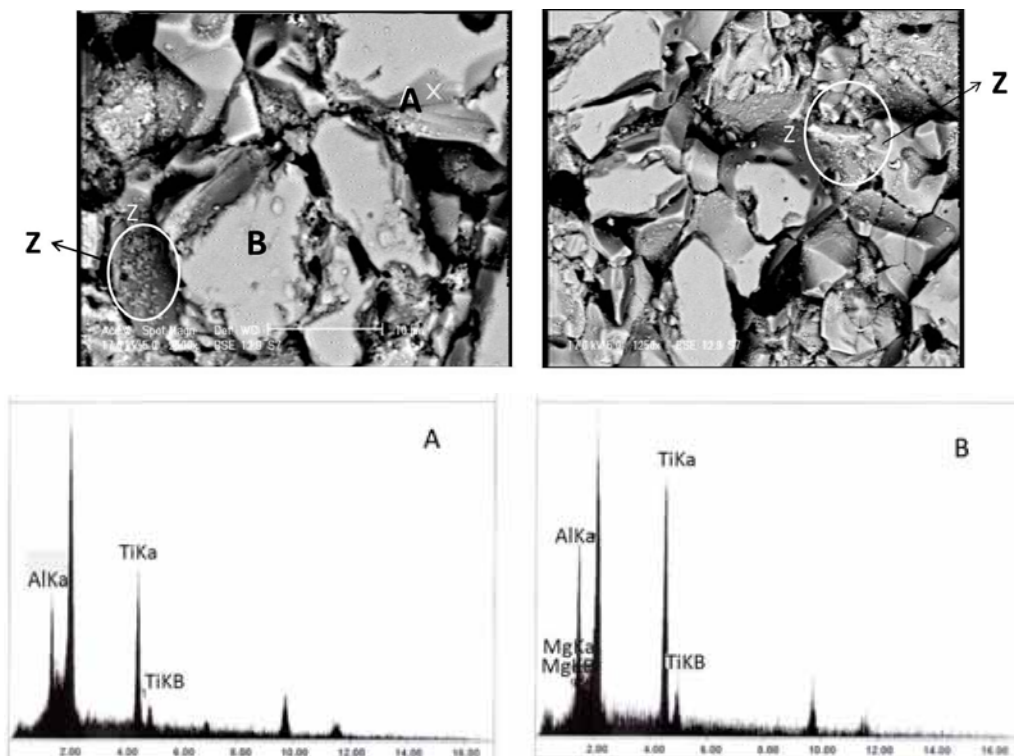


شکل ۲- تصویر ریز ساختاری و آنالیز نقطه‌ای نمونه بدون افزودنی (AT) پخت در  $1400^{\circ}\text{C}$

شکل ۳ ریز ساختار نمونه با ۵ درصد وزنی افزودن منیزیا را نشان می‌دهد که با توجه به نتایج XRD و SEM شاید بتوان با قطعیت از بهبود درصد تشکیل تیالیت در این نمونه صحبت کرد. A و B نقاط با شدت تیرگی مختلف دیده می‌شود که می‌توان آن را حاصل میزان انحلال‌هایی با درصد مختلف MgO دانست، به نحوی که احتمالاً در نقاط خاکستری روشن میزان انحلال کم بوده است و یا اینکه تیالیت نسبتاً خالص تری وجود دارد و در نقاط تیره تر میزان انحلال بیشتر بوده است که با توجه به اینکه این نقاط در مناطق حاشیه و لبه ذرات تیالیت نسبتاً خالص (رنگ روشن تر) می‌باشد به نظر منطقی می‌آید. البته در داخل مناطق تیره‌تر مثل منطقه Z نمایش داده شد، تعداد زیادی ذره ریزتر مشاهده می‌گردد که می‌تواند  $\text{MgTi}_2\text{O}_5$  حل نشده یا ذرات باقی مانده مواد اولیه باشد. همچنین با توجه به فرمول ۲ افزودن MgO به میزان ۳ و ۵ درصد وزنی موجب افزایش میزان تیالیت از حدود ۷۵٪ وزنی به ۸۶٪ وزنی شده است، در مورد این که افزودن منیزیا چگونه بر روی افزایش تیالیت تاثیر داشته است می‌توان به موارد زیر اشاره کرد:

الف: تشکیل  $\text{MgTi}_2\text{O}_5$  در دمای پایین‌تر از  $1280^{\circ}\text{C}$  می‌تواند به عنوان جوانه‌های تشکیل تیالیت رفتار کند، این موضوع به ویژه در دماهای زیر  $1400^{\circ}\text{C}$  که جوانه‌زنی تیالیت به دلیل غلبه انرژی کرنشی حاصل از تغییر حجم تشکیل تیالیت از آلومینا و روتایل به علت اختلاف دانسیته‌ها بر انرژی آزاد تشکیل موجب کاهش تعداد جوانه‌ها می‌گردد مهم می‌باشد.

ب: انحلال  $\text{MgTi}_2\text{O}_5$  در تیالیت موجب افزایش درصد تیالیت می‌گردد.

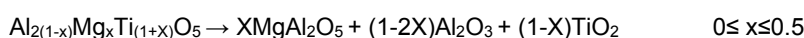


شکل ۳- تصویر ریزساختاری و آنالیز نقطه‌ای نمونه حاوی ۵٪ وزنی افزودنی اکسید منیزیم (AT5M)

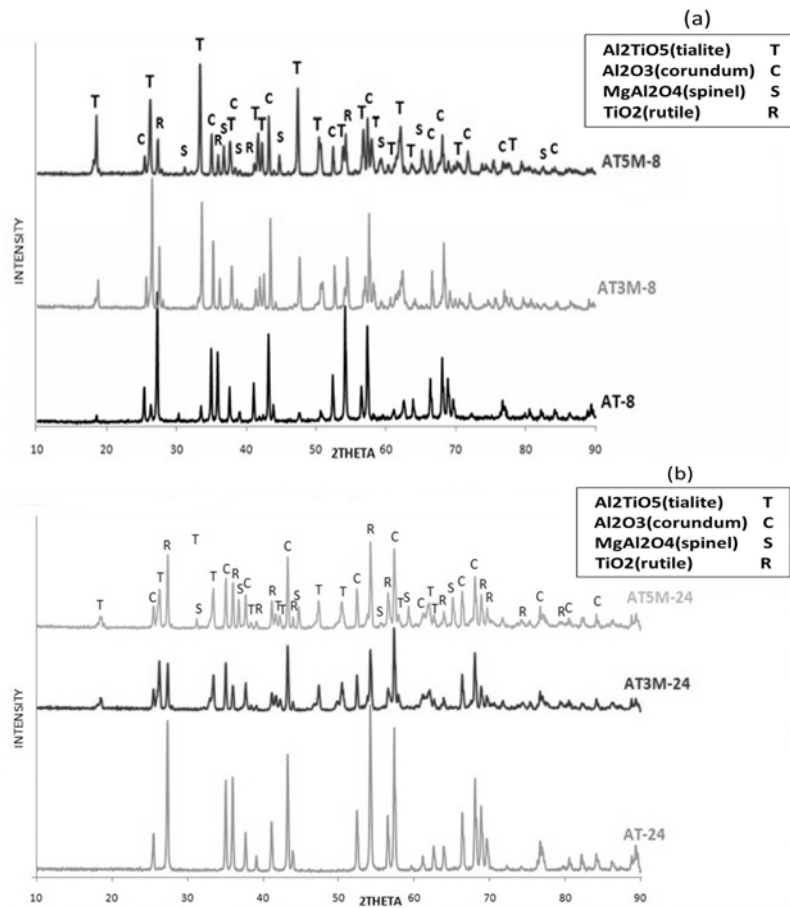
### ۳-۲- تأثیر MgO بر پایداری حرارتی

جهت بررسی تأثیر MgO بر پایداری حرارتی از نمونه‌های پس از آنیل در ۱۱۰۰°C در زمان‌های مختلف XRD گرفته شده است که در شکل (۴) مشاهده می‌شود. پیک‌های اصلی تیالیت در نمونه بدون افزودنی یا حذف شده یا با شدت خیلی کم نسبت به کوراندوم و روتایل ظاهر شده‌اند و بعد از ۸ ساعت آنیل با افزودن MgO تا حدی از تجزیه تیالیت نسبت به نمونه بدون افزودنی (AT-8) جلوگیری شده است. AT-8 نمایشگر نمونه آنیل شده AT به مدت ۸ ساعت در دمای ۱۱۰۰°C می‌باشد.

با افزایش بیشتر MgO در نمونه AT5M پیک‌های جدید  $MgAl_2O_4$  (اسپینل) مشاهده شده است که با وجود شدت پیک کم قابل پیش‌بینی بود و در واقع اسپینل محصول تجزیه حرارتی تیالیت می‌باشد [۲۹].

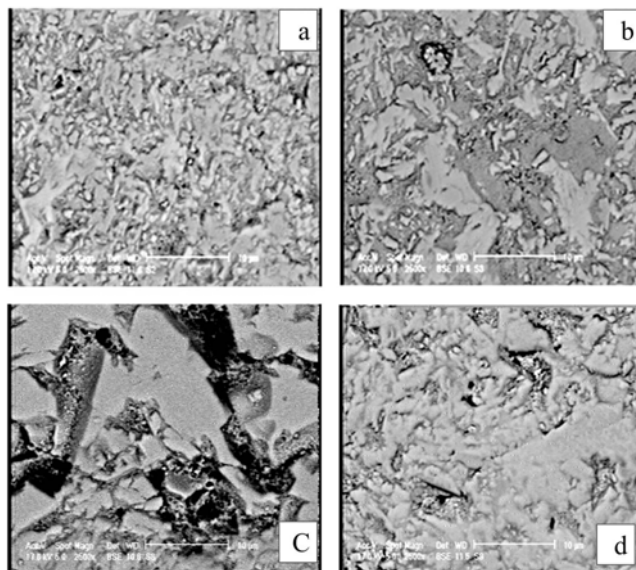


در نمونه بدون افزودنی بعد از ۲۴ ساعت آنیل (AT-24) تیالیتی وجود ندارد و نمونه کاملاً به اجزاء اولیه  $TiO_2$  و  $Al_2O_3$  تجزیه شده است، ولی در نمونه AT3M-24 و AT5M-24 تیالیت کامل تجزیه نشده است هر چند که پیک‌های تیالیت نسبت به نمونه‌های ۸ ساعت آنیل کاهش یافته است. در واقع افزایش پایداری تیالیت با افزودن منیزیا به دو دلیل رخ می‌دهد اول این که یون  $Mg^{+2}$  با اندازه  $(0.065nm)$  جایگزین یون  $Al^{+3}$  با اندازه  $(0.050nm)$  می‌شود، در واقع تفاوت اندازه یون  $Al^{+3}$  با یون  $Ti^{+4}$   $(0.068nm)$  و اعوجاج شبکه از عوامل ساختمانی ناپایداری تیالیت در زیر ۱۲۸۰°C است. با جایگزینی  $Mg^{+2}$  این اختلاف اندازه و در نتیجه اعوجاج شبکه کاهش می‌یابد. از طرف دیگر با انحلال ساختار پزودوبروکیت  $Mg_2TiO_5$  در  $Al_2TiO_5$  انرژی‌های آزاد تغییر کرده و دمای ناپایداری از نظر ترمودینامیکی از ۱۲۸۰°C کاهش می‌یابد. بنابراین ناپایداری محلول جامد بدست آمده از دمای پایین‌تری از ۱۲۸۰°C شروع می‌شود و چون تجزیه به نفوذ وابسته است، بنابراین سرعت نفوذ کاهش می‌یابد.



شکل ۴- الگوی پراش اشعه X نمونه بدون افزودنی و نمونه‌های همراه با ۳ و ۵ درصد افزودنی منیزیا آنیل شده در  $1100^{\circ}\text{C}$ ، (a) بعد از ۸ ساعت، (b) بعد از ۲۴ ساعت

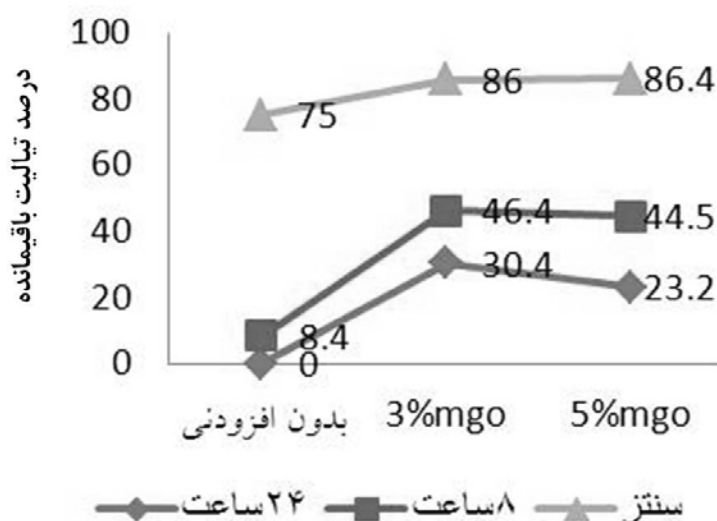
با مقایسه پیک‌ها در ۸ و ۲۴ ساعت آنیل نمونه‌های حاوی منیزیا شاهد هستیم که با افزایش زمان آنیل درصد تیالیلت باقیمانده کاهش یافته است و با تجزیه تیالیلت شدت پیک‌های کوراندوم و روتایل افزایش می‌یابد. در شکل ۵ تصاویر ریز ساختار نمونه‌های فوق مشاهده می‌شود.



شکل ۵- a, b تصویر ریز ساختار SEM نمونه‌های بدون افزودنی بعد از ۸ و ۲۴ ساعت آنیل - تصویر c, d ریز ساختار نمونه‌های تیالیلت با 5%wt MgO بعد از ۸ و ۲۴ ساعت آنیل  $1100^{\circ}\text{C}$

تصاویر تجزیه حاکی از آن است که ساختار مغز- پوسته (Core-shell) حاوی آلومینا و روتایل یا اجزاء دیگر که در مراحل اول تجزیه رخ می‌دهد، وجود ندارد بنابراین مراحل اولیه تجزیه خیلی زودتر از ۸ ساعت پایان یافته است.

پس از آن از فرمول ۲ درصد های تیالیت باقیمانده با استفاده از شدت پیک‌های اصلی، برای نمونه‌های حاوی افزودنی منیزیا محاسبه شد که نتایج آن در شکل ۶ آورده شده است. همانگونه که دیده می‌شود در صد تیالیت موجود در نمونه‌ها با افزایش زمان آنیل کاهش می‌یابد و به اجزاء اولیه خود یعنی کورانوم و روتایل تجزیه می‌شود. در این نمودار علاوه بر نمونه خالص AT نمودار تیالیت با ۳ و ۵ درصد وزنی MgO میکرونی نیز رسم شده است، با توجه به نمودار مشاهده می‌شود در نمونه‌های حاوی MgO در صد تیالیت بیشتری باقی می‌ماند. دلیل این روند این است که با افزودن اکسید منیزیم محلول جامد  $Mg_xAl_{2(1-x)}Ti_{1+x}O_5$  که در آن  $x < 0.5$  تشکیل می‌شود و همان طور که بیان شد، این فاز موجب افزایش پایداری تیالیت می‌گردد.



شکل ۶- درصد تیالیت نمونه‌های مختلف تیالیت بدون و با افزودنی منیزیا پس از سنتز در  $1400^{\circ}C$  و بعد از آنیل در  $1100^{\circ}C$  در زمان‌های ۸ و ۲۴ ساعت

#### ۴- نتیجه‌گیری

نتایج حاکی از آن می‌باشد که با افزودن منیزیا میکرونی پایداری نمونه‌ها نسبت به نمونه بدون افزودنی، افزایش می‌یابد. به نظر می‌رسد این موضوع مربوط به جایگزینی  $Mg^{+2}$  به جای  $Al^{+3}$  است. یا به نگاه دیگر به دلیل انحلال  $MgTi_2O_5$  در  $Al_2TiO_5$  می‌باشد که این انحلال موجب افزایش پایداری شبکه تیالیت می‌گردد. افزودن منیزیا میکرونی به میزان ۳ و ۵ درصد وزنی به مخلوط استوکیومتری آلومینا و تیتانا و پس از پخت در  $1400^{\circ}C$  به مدت ۴ ساعت در اتمسفر معمولی نشان داد که میزان تیالیت تشکیل شده به میزان قابل ملاحظه‌ای افزوده می‌شود و سپس از آنیل نمونه‌های فوق در  $1100^{\circ}C$  در اتمسفر معمولی و با سرمایه‌های سریع در مدت ۸ و ۲۴ ساعت برای افزودنی سه درصد منیزیا میکرونی میزان تیالیت باقیمانده به ترتیب ۵۰٪ و ۳۰٪ وزنی می‌رسد، این در حالی است که در نمونه بدون افزودنی این میزان به ترتیب حدود ۱۰٪ و ۰٪ وزنی می‌باشد.

#### مراجع

1. R. Naghizadeh, H. R. Rezaie, F. Golestani-fard "The influence of composition, cooling rate and atmosphere on the synthesis and thermal stability of aluminum titanate" material science and engineering: B, (2009), No.157, 20-25.
2. S. Haffmann, S. T. Norberg, M. Yoshimuro, "Structural models for intergrowth structures in

- the phase system  $Al_2O_3-TiO_2$ " Journal of solid-state chemistry, (2005), No. 178, 2897-2906.
3. B. Freudenberg, A. Mocellin, "aluminium titanate formation by solid state reaction of  $Al_2O_3$  and  $TiO_2$  powders" J. Am. ceram, (1987), vol.70, No.1, pp33-38.
  4. A. Tsetsekou, "A comparison study of tialite ceramics doped with various oxide materials and tialite- mullite composites: microstructural, thermal and mechanical properties" J. Eur. ceram. soc.25, (2005), 335-348.
  5. Qi. Zhang, Q. Ming, Y. Gang Li, J. Lin, J. Song, S. Chang, J. Liu, "Effect of Mg doping level on properties of sol-gel tialite " Materials Letters 6, (2007), 832-836.
  6. S. T. Norberg, N. Ishizaw, S. Hoffmann, M. Yoshimura, "redetermination of  $-\beta Al_2TiO_5$  obtained by melt casting" acta cryst, (2005), Ebl,i160-i162.
  7. S. Iang, C. Fillmore, J. Maxwell, "The system  $Al_2O_3-TiO_2$ : phase relation and general physical properties of three porcelains" J.res,(1952), 298-312.
  8. T. Korim, "Effect of  $Mg^{2+}$ -and  $Fe^{3+}$ -ions on formation mechanism of aluminiumtitanate" Ceramics International, (2009), No.35, 1671-1675.
  9. H. R. Rezaie, R. Naghizadeh, N. Farrokhnia, S. Arabi, M. sobhani, "The effect of  $Fe_2O_3$  addition on tialiteformation" Ceramics International, (2008), 35, 679-684.
  10. H. A. Thomas, R. Stevens "Aluminum titanate-A literature Review part 2: Engineering properties andthermal stability" Br.ceram,tens, (1989), vol.88, pp 184-190.
  11. J- J. Melendez-Martines, M. Jimenez-Melendo, A. Dominguez-Rodrguez, G. Wotting, "High temperature mechanical behavior of aluminum titanate-mullite composites" Journal of the European Ceramic Society, 21(2001), 63-70.
  12. Q. Shen, Y. Hu, C. B. Wang, M. Z. Li, L. M. Zhang, "Effect of  $MgTi_2O_5$  addition on thermal shock resistance of  $Al_2TiO_5$ ", Key Engineering Materials, 280-283 (2008), 1187-1190.