

به نام خدا



مرکز دانلود رایگان مهندسی متالورژی و مواد

www.Iran-mavad.com



بررسی اثر کانی ساز فلورید سدیم بر ویژگی های رنگدانه اینکلوژنی هماتیت - زیرکن در روش سل-ژل

ارائه دهنده مقاله: حسین حیدری^۱

حسین حیدری^۱، رحیم نقی زاده^۲، حمیدرضا صمیم بنی هاشمی^۲، مریم حسینی زری^۳

۲- دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران، ایران، صندوق پستی: ۱۶۳-۱۶۷۶۵

۳- گروه پژوهشی لعاب و رنگدانه‌های سرامیکی، موسسه پژوهشی علوم و فناوری رنگ، تهران، ایران، صندوق پستی: ۶۵۴-۱۶۷۶۵

ایمیل مسئول مقاله: h_heidary@metaleng.iust.ac.ir

چکیده

رنگدانه اینکلوژنی $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-ZrSiO}_4$ یکی از رنگدانه های با پایداری حرارتی و شیمیایی بالا بوده اما تولید آن مستلزم استفاده از دماهای کلسیناسیون بالا می باشد. در این تحقیق با استفاده از روش سل-ژل و مواد اولیه الکوکسیدی و نمک نیترات آهن رنگدانه سنتز شده و در ادامه جهت کاهش دمای کلسیناسیون و بررسی تاثیر کانی ساز بر ویژگی های رنگدانه هماتیت- زیرکن، اثر کانی ساز NaF بر کیفیت رنگدانه مورد بررسی قرار گرفت. کانی ساز به مقدار ۰.۲ مولی و در مرحله تهیه سل افزوده شد. پودر حاصله از روش سل-ژل در حضور کانی ساز و بدون کانی ساز در دماهای مختلف از ۶۵۰°C تا ۱۴۰۰°C کلسینه گردیدند. ویژگی های ساختاری، مورفولوژیکی و رنگی نمونه های تهیه شده با استفاده از آزمون های XRD، FTIR، SEM، ICP و CIELab مورد بررسی قرار گرفتند. نتایج حاصل بیانگر این است که افزودن کانی ساز باعث کاهش دمای تبلور فازهای اولیه و در نتیجه دمای کلسیناسیون نهایی می گردد اما افزودن کانی ساز اثر خوبی بر ویژگی های رنگی نهایی ندارد. کانی ساز با مکانیزم درشت کردن هماتیت و در نتیجه کاهش کپسوله شدن آن تأثیر منفی بر روی کیفیت رنگدانه می گذارند.

کلمات کلیدی: رنگدانه سرامیکی، اینکلوژنی، هماتیت زیرکن، کانی ساز.

۱ - کارشناس ارشد مهندسی مواد، سرامیک

۲ - استادیار دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، گروه سرامیک

۳ - استادیار موسسه علوم و فناوری رنگ و پوشش، رنگدانه های معدنی

Investigation of NaF mineralizer effect on properties of Hematite-Zircon inclusion pigment in sol-gel method

Paper Presenter: H. heydari¹

H. heydari¹, R. Naghizadeh², H.R.samimbanihashemi², M. Hosseini Zori³

1,2- School of Metallurgy and Material Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, P. O. Box: 16765163, Iran.

3- Department of Inorganic Pigments and glazes, Institute for Color Science and Technology, Tehran, P. O. Box: 1668814811, Iran.

Corresponding Author's E-mail: h_heidary@metaleng.iust.ac.ir

Abstract

Fe₂O₃-ZrSiO₄ ceramic inclusion pigment is commonly used in the ceramic industry due to their excellent chemical and thermal stability, however the production of these pigment requires the high heat-treatment temperature. In the present work, in order to decrease of calcination temperature and appraisal of mineralizer effect on final color properties of pigment, the effect of NaF on pigment properties investigated. Mineralizer white 0/2 mol content added to pigment in solution preparation stage. The products of the sol-gel reaction whit and without mineralizer were calcinated in different temperature from 650°C to 1200°C. The structural, morphological and color characteristics of samples were determined by XRD, SEM, FT-IR, STA, ICP and CIELab spectroscopy investigations. The results indicate that decrease of heat-treatment temperature with NaF mineralizer addition, despite the fact that addition of mineralizer don't have appropriate effect on color properties of pigment. The mineralizer with increasing the particle size of hematite have a negative effect on the pigment properties.

Keywords: Ceramic pigment, inclusion, Hematite-Zircon, Mineralizer.

1- Master of Science in ceramic

2,3- Assistant Prof, Metallurgy and Material Engineering

مقدمه

رنگدانه‌های زیرکنی یکی از مهم‌ترین رنگدانه‌های صنعتی می‌باشند که نه تنها دارای خواص مناسب ساختاری و شیمیایی بوده بلکه قادر به تولید توانالیه‌های متنوع و جالبی نیز می‌باشند. رنگدانه‌های زیرکنی را از منظر ساختاری و کریستالوگرافی و نحوه مشارکت یون‌ها در ساختار زیرکون می‌توانیم به دو دسته اصلی تقسیم کنیم (Kingery, 1976; Zannini, 2004; Buxbaum, 1998; Smith, 2002).

۱) رنگدانه‌های جانشینی^۱: در این دسته از رنگدانه‌های زیرکنی، یون رنگ‌زا، با وارد شدن در ساختار زیرکون و قرار گرفتن به جای یون‌های اصلی ساختاری یعنی به صورت جانشینی به جای یون‌های Zr^{+4} و Si^{+4} باعث تولید رنگ می‌شوند و یا اینکه به صورت بین نشین بسته به شعاع یون و عوامل دیگر در مکان‌های اکتاهدرال و یا تتراهدرال وارد می‌شوند. رنگدانه‌های آبی و نادیم زیرکون و زرد پرازدیمیم زیرکون در این دسته از رنگدانه‌های زیرکنی قرار می‌گیرند.

۲) رنگدانه‌های محافظت‌شده یا اینکلوژنی^۲: در این دسته از رنگدانه‌های زیرکنی، ترکیبات رنگ‌زا، مانند اکسید آهن (Fe_2O_3) یا سولفوسلناید کادمیم (CdS_xSe_{1-x})، به صورت ذرات مجزا توسط فاز زیر کن احاطه و محافظت می‌شوند تا به ترتیب رنگدانه‌های صورتی و قرمز به دست آید. در دهه‌های اخیر توجه بیشتری بر روی رنگدانه صورتی زیرکنی که تولید رنگ‌های پایدار در دماهای بالا می‌کند صورت گرفته است (Eftekhari, 2007).

افزودنی‌های بسیاری که اغلب شامل هالیدهای قلیایی یا قلیایی خاکی هستند در فرایند تولید رنگدانه‌های زیرکنی استفاده می‌شوند که هدف از کاربرد آن‌ها کاهش دمای پخت و یا کاهش زمان پخت رنگدانه می‌باشد. در روش سرامیکی معمولاً کانی‌سازها در مرحله اولیه با مواد اولیه مخلوط شده و بعد از یکنواخت شدن کلسینه می‌شوند ولی در روشی مانند سل-ژل می‌توان هم در مراحل اولیه تهیه سل آن را به محلول افزود که در این صورت یکنواختی توزیع آن در مرحله تبدیل سل به ژل حاصل می‌شود و یا بعد از تهیه ژل و خشک کردن آن، کانی‌ساز را با پودر ژل به دست آمده مخلوط و همگن کرده و سپس مورد کلسیناسیون قرارداد (G. Buxbaum 1998, Cui and Ren 2008). اما در مورد رنگدانه صورتی زیرکنی تحقیقات کاملی جهت بررسی اثر کانی‌سازها صورت نگرفته است. کانی‌سازها در سنتز رنگدانه‌های زیرکنی بسیار متنوع بوده و سازوکارهای مختلفی را برای ایفای نقش دارند برخی از کانی‌سازها در دمای پایین‌تر از تشکیل رنگدانه ذوب شده که موجب افزایش سرعت نفوذ شده و سرعت واکنش را افزایش می‌دهند. دسته دیگری که می‌توانند بر اندازه ذرات اثرگذارند. ثابت شده که درصد نور بازتابش یافته از ذرات رنگی با کاهش اندازه ذره آن‌ها افزایش می‌یابد. دسته سوم کانی‌سازهایی هستند که برخی یون‌های موجود در آن‌ها می‌توانند جایگزین یون عامل رنگی در رنگدانه شده و با تغییر شدت میدان کریستالی موجب

¹ - Doped or Lattice Pigments

² - Inclusion or Encapsulated Pigments

بهبود رنگدانه حاصل از نظر خواص رنگی گردند (Pishch, Rotman et al. 1987). کانی‌سازها در سنتز رنگدانه‌های زیرکونی اینکلوژنی بر زینتر و تبلور فاز زمینه تأثیر می‌گذارند و یا دارای اثر کنترل‌کننده بر تبلور فاز رنگ را می‌باشند (زری ۱۳۸۶).

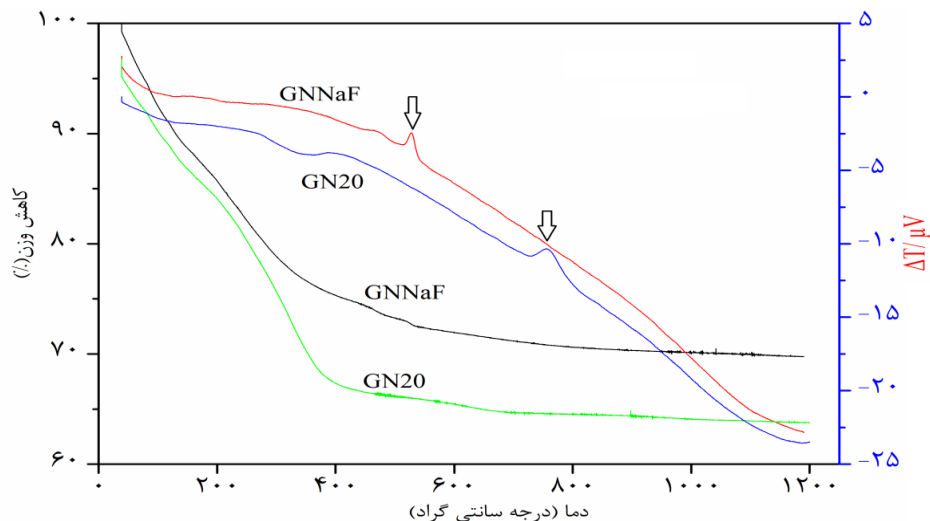
در این تحقیق چگونگی تأثیر کانی‌ساز بر مکانیزم تشکیل و ویژگی‌های رنگدانه مورد بررسی قرار گرفت. برای این منظور در ابتدا با استفاده از روش سل-ژل دو مرحله‌ای و نمک نیترات آهن به عنوان ماده اولیه هماتیت پودر در حضور کانی‌ساز و بدون آن، رنگدانه سنتز گردیده و نتایج مورد بررسی قرار گرفت.

روش انجام آزمایش

مواد اولیه جهت تهیه سل از شرکت‌های آلدریچ و مرک و کانی‌سازها با خلوص صنعتی بدون هیچ‌گونه فرآوری مورد استفاده قرار گرفتند. جهت تولید رنگدانه از روش سل-ژل آلکوکسیدی در حضور حلال آبی با استفاده از تترا اتیل اورتو سیلیکات (TEOS) و ایزو پروپکسید زیرکونیوم (ZIP) و نمک نیترات آهن بهره گرفته شد. جهت تهیه سل ابتدا ۲۰ درصد مولی از نمک نیترات آهن در ۲۶ میلی‌لیتر آب در دمای ۶۰°C هم زده شده و آماده گردید. پس از آن ۰/۲ مول از TEOS را به محلول فوق اضافه کرده و به مدت ۳۰ دقیقه تحت هم زدن شدید قرار گرفت. در مرحله بعد اتانول به عنوان ماده کمپلکس ساز و اسید کلریدریک به عنوان کاتالیزور به محلول فوق اضافه شده و محلول مجدداً تحت هم زدن قرار گرفت. این مرحله به عنوان زمان هیدرولیز اول نام‌گذاری شد که در آن پیش هیدرولیز TEOS رخ می‌دهد. بعد از هیدرولیز مرحله اول عامل آلکوکسیدی زیرکونیوم یعنی (ZIP) به مقدار ۰/۲ مول به اضافه گردید. بلافاصله بعد از این مرحله ۲۶ میلی‌لیتر آب به سوسپانسیون اضافه شده و به مدت ۳۰ دقیقه در دمای ۶۰°C تحت هم زدن قرار گرفت. در نهایت سوسپانسیون تا دمای اتاق سرد شده تا با خروج حلال اضافی مرحله ژل شدن اتفاق بیفتد. خشک کردن نهایی از طریق قرار دادن در خشک کن با دمای ۷۰°C انجام گردید. ژل نهایی پس از خشک شدن با استفاده از آسیاب ماهواره‌ای به مدت ۱۵ دقیقه آسیاب شده و جهت تکلیس آماده شد. در نمونه‌های دارای کانی‌ساز، در مرحله تهیه سل کانی‌ساز NaF به میزان ۰/۲ مولی (۴ درصد وزنی) در مرحله نهایی تهیه سل و بعد از افزودن پروپکسید زیرکونیوم به محلول اضافه شد. سل حاوی فلوراید سدیم مشابه با نمونه‌های قبلی آماده سازی شده و در دماهای مختلف کلسینه شد. نمونه‌های بدون کانی‌ساز و تهیه شده با استفاده از نمک نیترات آهن با کد GNNaF و نمونه حاوی کانی‌ساز NaF با کد GNNaF نام‌گذاری گردید.

نتایج و بحث

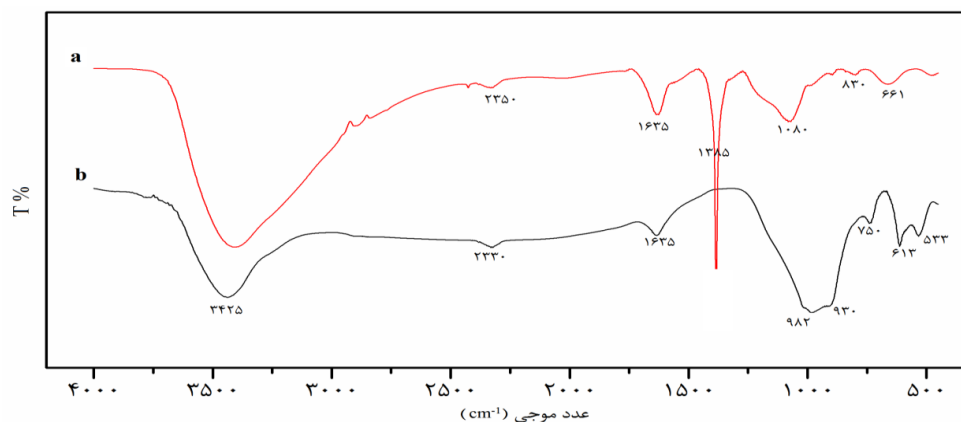
نتایج STA از پودر ژل آماده‌شده نمونه حاوی کانی‌ساز (GNNaF) به همراه منحنی‌های نمونه بدون کانی‌ساز GN20 در شکل (۱) نشان داده شده است. در منحنی کاهش وزن (TG) مربوط به نمونه GN20 با افزایش دما تا ۴۰۰°C کاهش وزن حدود ۳۰ درصد با شیب زیاد رخ می‌دهد که ناشی از خروج آب و مواد آلی سطحی بوده و یک پیک گرمایر پهن در بازه ۲۸۵ تا ۴۰۰°C متناسب با کاهش وزن وجود دارد. در منحنی افتراق حرارتی این نمونه در نزدیکی دمای ۸۰۰°C پیک گرمازا ناشی از تبلور فاز زیرکونیا دیده می‌شود که با نتایج XRD در این دما همخوانی دارد. در مقایسه منحنی‌های مربوط به نمونه بدون کانی‌ساز با نمونه حاوی کانی‌ساز مشاهده



شکل ۱- آنالیز حرارتی همزمان از نمونه‌های GN و GNNaF (نمونه GN با کانی‌ساز NaF).

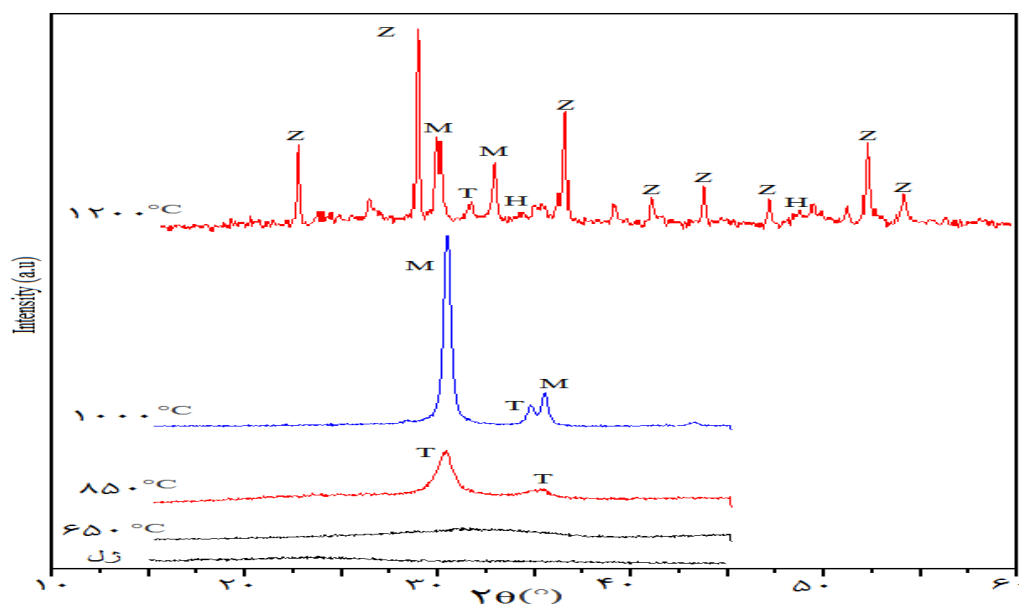
می‌شود که پیک مربوط به دماهای حدود 800°C در نمونه GN20 به دمای نزدیک 600°C کاهش پیدا کرده است. در منحنی TG متناسب با این پیک کاهش وزن تقریباً ۲۵ درصد رخ داده و بعد از آن تغییر محسوسی تا دمای 1200°C در منحنی‌های حرارتی دیده نمی‌شود. با توجه به این که دمای ذوب NaF در حدود 990°C هست می‌توان گفت که در حین تهیه سل، این ماده با ترکیبات دیگر برهم‌کنش داشته و به تبلور بهتر فاز تتراگونال در دماهای پایین کمک می‌کند که بر اساس نتیجه XRD درصد این فاز در مقایسه با نمونه بدون کانی‌ساز افزایش یافته است. در دماهای بالا اختلاف چندانی بین فازهای تشکیل‌شده در نمونه بدون کانی‌ساز و حاوی کانی‌ساز دیده نمی‌شود. در واقع NaF در اینجا به عنوان یک کانی‌ساز دما پایین عمل کرده و به همین خاطر تأثیری بر روی تشکیل فاز زیرکن ندارد.

در شکل (۲) طیف FTIR نمونه GNNaF در حالت ژل و کلسینه شده نشان داده شده است. در طیف مربوط به ژل (شکل ۲، منحنی a) پیک‌هایی در اعداد موجی 1385 ، 1080 ، 930 و 825cm^{-1} دیده می‌شود که به ترتیب مربوط به گروه عاملی NO_3^- ، ارتعاشات کششی پیوند Si-O-Si و پیوندهای Si-O و Zr-O مرتبط می‌باشد (Tartaj, Gonzalez-Carreno et al. 1997, Pyon and Lee 2009). با توجه به طیف FTIR نمونه GNNaF کلسینه شده (شکل ۲، منحنی b) مشاهده می‌شود که با کلسیناسیون نمونه پیک تیز مربوط به یون نیترات و گروه‌های آلی از بین رفته است. پیک مربوط به فاز زیرکن در 930cm^{-1} که در نمونه‌های بدون کانی‌ساز مشاهده شده بود در اینجا نیز وجود دارد با این تفاوت که در اینجا به دلیل وجود یک پیک دیگر در 980cm^{-1} پهن شده است. شویوما (Shoyama, Matsumoto et al. 1998) پیک‌های موجود در محدوده 1000cm^{-1} تا 1100cm^{-1} را به پیوند Si-O-Si در شیشه‌های سیلیکاتی نسبت داده و بیان کردند که پیک‌های موجود در حوالی 1075cm^{-1} مربوط به ترکیبات دی سیلیکاتی و در محدوده 950cm^{-1} تا 1000cm^{-1} مربوط به ترکیبات متاسیلیکاتی است. در حقیقت اینجا ترکیبات سیلیسیومی به فرم SiO_3^{2-} ظاهر می‌شوند. انتقال پیک 1080cm^{-1} در نمونه ژل به حدود 950cm^{-1} در دماهای بالاتر نشان می‌دهد که تحولاتی در نوع پیوند سیلیسیم - اکسیژن رخ داده است.



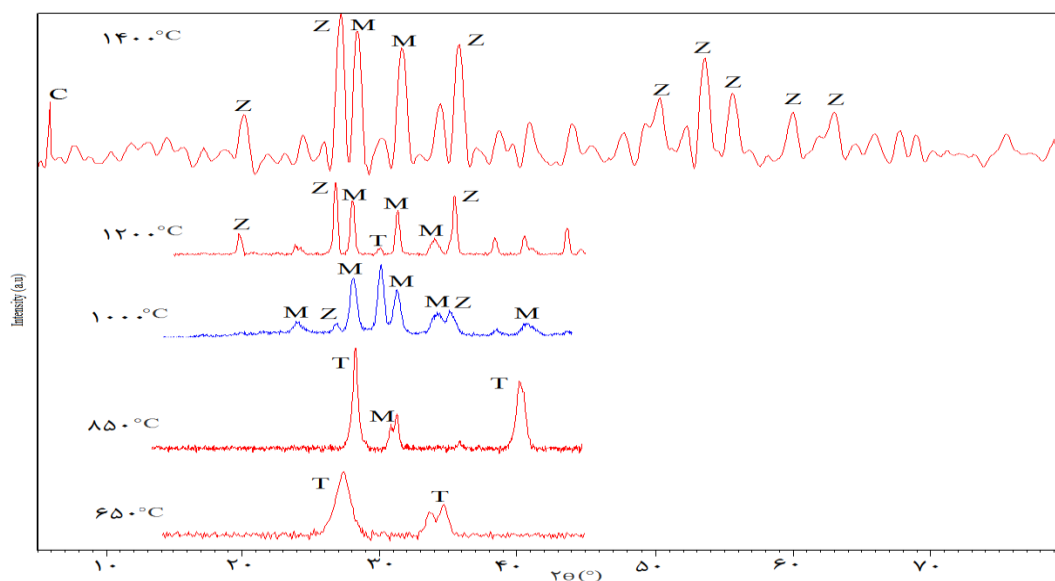
شکل ۲- طیف FTIR از نمونه GN20 در حالت ژل (a) و کلسینه شده در ۱۲۰۰°C (b).

جهت مطالعه فازی بعد از کلسیناسیون نمونه بدون کانی‌ساز در محدوده دمایی ۶۵۰°C تا ۱۲۰۰°C طیف اشعه ایکس از آن تهیه شد. شکل (۳) الگوهای پراش اشعه ایکس نمونه GN20 در حالت ژل اولیه و کلسینه شده در دماهای مختلف را نشان می‌دهد. همان‌طور که دیده می‌شود در حالت ژل فاز متبلوری وجود نداشته و کاملاً آمورف می‌باشد. با افزایش دما تا ۶۵۰°C فاز بلوری متبلور نشده و در دمای ۸۵۰°C فاز زیرکونیای تتراگونال متبلور شده است. با افزایش بیشتر دما تا ۱۰۰۰°C فاز تتراگونال به مونوکلینیک تبدیل و در ادامه با رسیدن دما تا ۱۲۰۰°C فاز زیرکن تشکیل شده و فاز غالب می‌باشد که البته در کنار آن پلی مورف‌های زیرکونیا نیز دیده می‌شود.



شکل ۳- نتایج XRD نمونه GN20 در حالت پودر ژل و کلسینه شده در دماهای مختلف (Z: زیرکن؛ T: زیرکونیای تتراگونال؛ M: زیرکونیای مونوکلینیک؛ H: هماتیت)

شکل (۴) نتایج XRD را برای نمونه GNNaF در دماهای مختلف نشان می‌دهد. مراحل تشکیل فازهای بلوری مشابه با نمونه‌های بدون کانی‌ساز می‌باشد با این تفاوت که مقدار فاز زیرکونیای تتراگونال تشکیل شده در دمای 650°C بیشتر از نمونه‌های بدون کانی‌ساز در این دما بوده و می‌توان گفت که با توجه به وجود پیک گرمازا 600°C در منحنی حرارتی این نمونه، تبلور اولیه فاز زیرکونیای تتراگونال در دماهای پایین‌تر آغاز می‌شود. با وجود اینکه مقادیر فازهای متبلور شده در دماهای 650°C و 850°C به دلیل حضور کانی‌ساز افزایش یافته ولی در دماهای بالاتر وجود کانی‌ساز تأثیر چندانی در تشکیل فازها ندارد. در دماهای 1000°C و 1200°C درصد تشکیل فاز زیرکون افزایش چندانی نیافته است. در واقع می‌توان گفت کانی‌ساز فلوراید سدیم در اینجا به عنوان یک کانی‌ساز دما پایین عمل کرده و دمای تبلور اولیه را کاهش داده و تأثیر چندانی در تشدید تشکیل فاز زیرکون در دماهای بالاتر ندارد که منحنی‌های حرارتی نیز این مطلب را تأیید می‌کند. نکته قابل تأمل دیگر این است که با افزایش دما تا 1400°C بر خلاف انتظار تشکیل فاز زیرکون تکمیل نشده و همچنان فازهای زیرکونیا دیده می‌شود. در نمونه بدون کانی‌ساز در دمای 1400°C فاز زیرکون به طور کامل تشکیل شده و فازهای زیرکونیا به صورت جزئی حضور داشتند.



شکل ۴- نتایج XRD برای نمونه GNNaF در دماهای مختلف (Z: زیرکون؛ T: زیرکونیای تتراگونال؛ M: زیرکونیای مونوکلینیک؛ C: سیلیس بلوری).

جدول (۱) پارامترهای رنگی را برای نمونه‌های GN20 و GNNaF که به ترتیب در دماهای 1200°C و 1000°C کلسینه و سپس به مقدار ۱۰ درصد وزنی به لعاب اعمال شده‌اند را نشان می‌دهد. با مقایسه پارامترهای رنگی می‌توان دریافت که کانی‌ساز NaF وقتی در مرحله تهیه سل افزوده می‌شود تأثیر منفی بر روی آن دارد. گارسیا در تحقیق خود با پیش ماده گلوگنات آهن این مورد را مشاهده کرده بود (Garcia, Llusar et al. 2003). افزودن NaF باعث می‌شود رنگ حاصل به سمت شیدهای زردی گرایش پیدا کند که این موضوع به صورت بصری نیز در نمونه‌ها قابل مشاهده بود.

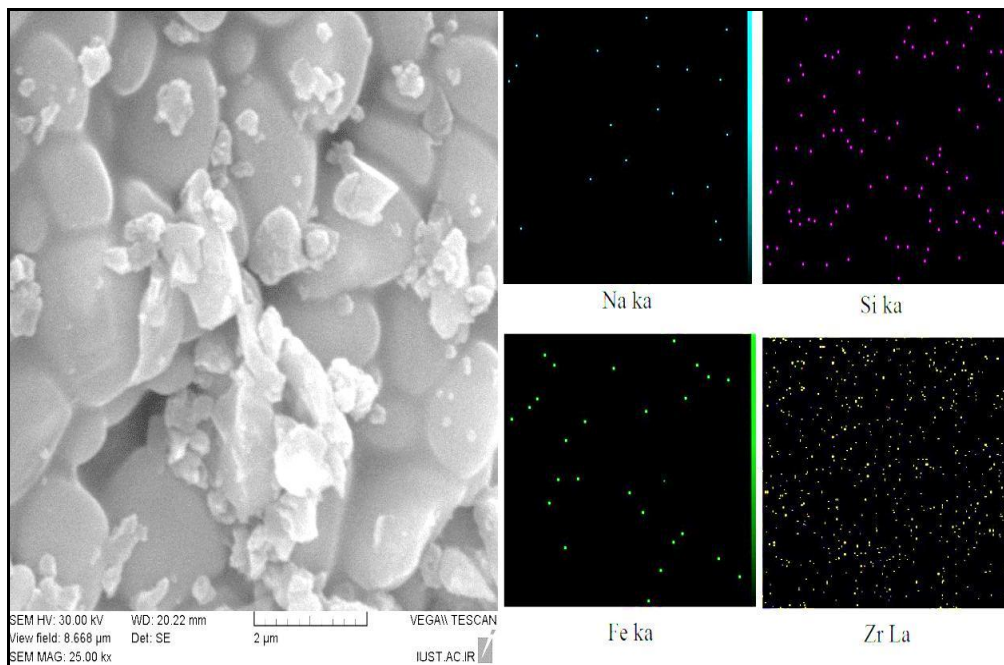
جدول ۱- مقادیر رنگی برای نمونه‌های GN20 و GNNaF.

مقادیر رنگی			دمای کلسیناسیون (°C)	نمونه
L*	a*	b*		
۷۹/۰۶	۱۲/۶۲	۱۱/۲۹	۱۲۰۰	GN20
۸۴/۰۱	۵/۰۷	۴/۱۸	۱۰۰۰	GNNaF

برای تعیین مکانیزم عدم حصول رنگ صورتی در حضور کانی‌ساز NaF می‌توان دو حالت متصور شد. حالت اول اینکه در حین کلسیناسیون آهن به صورت ترکیب FeF_3 در آمده و از سیستم خارج شود. حالت دوم اینکه آهن به ترکیبی غیر از هماتیت تبدیل شود. جهت بررسی این فرضیه‌ها و توزیع عناصر موجود، از پودر کلسینه شده نقشه نقطه‌ای عنصرهای سیلیسیم، زیرکونیوم، سدیم و آهن با استفاده از EDX تهیه شد که بیانگر توزیع خوبی از عناصر در داخل پودر بود. نقشه نقطه‌ای عناصر در شکل (۵) آورده شده است. با توجه به شکل دیده می‌شود که عنصر آهن در ترکیب وجود داشته و از ترکیب خارج نشده و همچنین یون سدیم و آهن به صورت نسبتاً خوبی در نمونه پخش شده است.

جهت بررسی بیشتر از آزمون اسید شویی مطابق مراحل گفته‌شده برای بررسی درصد کپسوله شدن هماتیت استفاده شد. بعد از حل کردن پودر در اسید و سپس تعیین میزان آهن آزادشده توسط ICP مشخص شد که در نمونه حاوی کانی‌ساز آهن آزادشده دو برابر مقدار آن در رنگدانه با حالت بدون کانی‌ساز است. پس در مجموع می‌توان گفت که آهن از نمونه خارج نشده است.

با توجه به اینکه در طیف FTIR نمونه کلسینه شده در دمای $1200^{\circ}C$ (شکل ۲) پیک مربوط به SiO_3^{2-} وجود داشت می‌توان گفت که مقداری از سیلیس آمورف در حین کلسیناسیون به ترکیباتی مانند Na_2SiO_3 و $FeSiO_3$ تبدیل شده و با افزایش بیشتر دما تا $1400^{\circ}C$ این ترکیبات تجزیه و به اکسید سدیم و سیلیس بلوری تبدیل می‌شود. در تهیه زیرکن با روش سل-ژل و کانی‌سازهای لیتیومی تشکیل ترکیبات Li_4SiO_4 قبلاً گزارش شده است (Shoyama, Matsumoto et al. 1998). این محقق بیان کرده بود که در دماهای پایین ترکیب Li_4SiO_4 تشکیل شده و با افزایش دما و تشکیل زیرکن این ترکیب از بین رفته و لیتیم جایگزین Zr^{+4} در ساختار زیرکن می‌شود. با توجه به نتایج می‌توان گفت که این مکانیزم در اینجا نیز می‌تواند صادق باشد که در ابتدا ترکیبات Na_2SiO_3 و $FeSiO_3$ تشکیل شده و با افزایش بیشتر دما این ترکیبات ناپایدار شده و تجزیه می‌شوند. بعد از تجزیه احتمال دارد یون سدیم وارد ساختار زیرکن شود. قبلاً در تهیه رنگدانه زرد پرازدیمی ثابت شده که یون سدیم وارد ساختار زیرکن شده و رنگ نهایی حاصله را تحت تأثیر قرار می‌دهد (Monrós, Carda et al. 1993). از آنجا که میزان آهن آزادشده در اسید خیلی بیشتر بوده و ترکیب $FeSiO_3$ حلالیت بالایی در اسید دارد می‌تواند تأییدی بر تشکیل ترکیبات میانی آهن‌دار در نمونه‌های حاوی کانی‌ساز باشد. در نتایج XRD فازهای ذکرشده دیده نمی‌شود که احتمال تشکیل چندین فاز میانی را بیشتر می‌کند که مقدار هر فاز کمتر بوده و در نتایج XRD دیده نمی‌شود.



شکل ۵- نقشه نقطه‌ای عناصر موجود در پودر GNNaF.

نتیجه گیری

رنگدانه اینکلوژنی هماتیت- زیرکن با استفاده از روش سل-ژل و ماده اولیه الیو کسیدی و نمک نیترات آهن سنتز گردید. اثر کانی‌ساز فلورید سدیم با افزودن آن در مرحله تهیه سل و مقایسه آن با نمونه بدون کانی‌ساز بررسی گردید. با افزودن کانی‌ساز در مقایسه با حالت بدون کانی‌ساز مقادیر رنگی نهایی کاهش یافته و رنگ قرمز کم رنگ تری در حضور کانی‌ساز خواهیم داشت گرچه دمای کلسیناسیون را کاهش می‌دهد. در حضور کانی‌ساز وجود ترکیبات میانی مانند FeSiO_3 و همچنین رشد بیشتر ذرات هماتیت و در نتیجه کاهش میزان کپسوله شدن آن، ویژگی‌های نهایی رنگدانه افت پیدا می‌کند.

مراجع

- P.zannini, (2004), colour, "Pigments and colouring in ceramics", Italia: Modena Italia.
- R. a. eppler, D. r. eppler, (1998), "glazes and glass coatings", London, England: Cblack and American Ceramic Society.
- W. Kingery, (1976), "Introduction to Ceramics", Wiley-Interscience.
- G.buxbaum, (1998). "industrial inorganic pigments". new york, wiley-vch.

H, Smith,(2002) high performance pigment.: wiley,Vch, Verrlag and cokga.

Eftekhari Yekta, B., Rahimi, N., (2007), "synthesis of a zircon-cadmium sulfo selenide pigment by a sol-gel technique". Journal of the Ceramic Society of Japan, V **115**(111): p. 757-780.

Cui, H. and W. Ren (2008). "A new chemical strategy: Mineralizer-free synthesis of iron zircon ultrafine particles by an epoxide assisted sol-gel route." Journal of Non-Crystalline Solids **354**(52-54): 5432-5434.

Garcia, A., et al. (2003). "Encapsulation of Hematite in Zircon by Microemulsion and Sol-Gel Methods." Journal of Sol-Gel Science and Technology **27**(3): 267-275.

Herrera, G., et al. (2012). "Microstructure of Fe-ZrSiO₄ solid solutions prepared from gels." Journal of the European Ceramic Society **32**(1): 227-234.

زری, م. ح. (1386). سنتز نانوکامپوزیت هماتیت-سیلیکا به عنوان رنگدانه جدید قرمز سرامیکی. دانشگاه تربیت مدرس, دانشگاه تربیت مدرس پایان نامه دکتری

Monrós, G., et al. (1993). "Different kinds of solid solutions in the V₂O₅-ZrSiO₄-NaF system by sol-gel processes and their characterization." Journal of the European Ceramic Society **11**(1): 77-86.

Pishch, I. V., et al. (1987). "Effect of mineralizers on the physicochemical properties of pigments." Glass and Ceramics **44**(4): 174-176.

Pyon, K.-R. and B.-H. Lee (2009). "Effect of iron content and annealing temperature on the color characteristics of Fe-ZrSiO₄ coral pink pigments synthesized by Sol-gel method." Journal of the Ceramic Society of Japan **117**(1363): 258-263.

Shoyama, M., et al. (1998). "Sol-gel synthesis of zircon-effect of addition of lithium ions." Journal of Materials Science **33**(19): 4821-4828.

Tartaj, P., et al. (1997). "Iron zircon pigments prepared by pyrolysis of aerosols." Journal of Solid State Chemistry **128**(1): 102-108.