فصلنامه‌ی علمی پژوهشی

علم و مهندسی سرامیک

دوره‌ی ۶، شماره‌ی ۴، زمستان ۱۳۹۶

بررسی اثر افزودن دوپه آنتیموان و کروم بر خواص فیزیکی نانو رنگدانه سرامیکی زرد بر پایه TiO_2

حامد دماوند[۱]، محسن خواجه امینیان[۱*]، فاطمه شهسواری[۱]، احمد مولایی[۲]

[۱] آزمایشگاه نانورنگدانه‌ها و پوشش‌های سرامیکی، دانشکده فیزیک، دانشگاه یزد

[۲] آزمایشگاه رنگ سازی، شرکت ایفاسرام، اردکان، یزد

* Kh.aminian@yazd.ac.ir

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۱۵ آبان ۱۳۹۶

پذیرش: ۲۴ اردیبهشت ۱۳۹۷

کلید واژه:

نانورنگدانه، زرد، دوپه، دی اکسید تیتانیوم، کروم، آنتیموان

چکیده:

در این پژوهش، نانورنگدانه زرد با استفاده از دوپه دو عنصر مختلف آنتیموان و کروم به دی‌اکسیدتیتانیوم به روش ترسیب شیمیایی و حالت جامد تولید و پس از ساخت جوهر زرد، کیفیت چاپ آن روی کاشی سرامیک بررسی شده است. ورود عنصر آنتیموان با پیش ماده آنتیموان کلرید و عنصر کروم با پیش ماده های پتاسیم‌کرومیت و کرومنیترات به روش حالت جامد به ساختار روتایل دی‌اکسیدتیتانیوم سفید رنگ صورت گرفت. نانورنگدانه‌های تولید شده با استفاده از آنالیز پراش پرتو X (XRD) و میکروسکوپ الکترون روبشی (SEM) مشخصه‌یابی شدند که تغییرات در شکل ذرات، ساختار و رنگ آنها را نشان می‌دهند. تصاویر SEM نشان می‌دهد که اندازه ذرات بین ۵۰ تا ۱۷۰ نانومتر است که برای چاپ جوهر افشان مناسب می‌باشد. آنالیز XRD نشان می‌دهد که ترکیب با کرومنیترات تکفاز روتایل است، اما ترکیب با پتاسیم‌کرومیت دو فازی است. از رنگدانه تولید شده، با روش آسیابکاری در حلال استر، نانوجوهری برای چاپ روی کاشی سرامیکی بدست آمد. پس از چاپ جوهر روی کاشی سرامیکی، نمونه‌های ساخته شده با استفاده از آنالیزهای طیف سنجی بازتاب نفوذی و آزمون رنگ‌سنجی (CIE L*a*b*) ارزیابی شدند. مقدار h° برای نانورنگدانه A (دوپه آنتیموان و نیترات کروم)، ۷۶/۵۹ و برای نانورنگدانه B (دوپه آنتیموان و پتاسیم کرومیت)، ۷۹/۱۸ است لذا نانورنگدانه B زردتر از نانورنگدانه A می‌باشد. همچنین پس از چاپ مشاهده می‌شود که مقدار h° برای کاشی چاپ شده با جوهر تهیه‌شده از نانورنگدانه A، ۶۹/۵۹ شده است و این مقدار برای کاشی چاپ شده با جوهر تهیه‌شده از نانورنگدانه B، ۸۱/۱۴ می‌باشد. لذا می‌توان گفت طیف رنگ نانورنگدانه A پس از چاپ به سمت زردطلایی متمایل شده در حالی که چاپ رنگدانه B بر روی کاشی باعث شده که طیف رنگ آن زرد خالص‌تر و بهتری باشد.

۱- مقدمه

رنگدانه‌های سرامیکی مواد معدنی هستند که با ماتریس میزبان واکنش نمی‌دهند. این رنگدانه ها در دمای بالا پخت می‌شوند و همچنین مقاومت خوبی در برابر اسیدها و بازها دارند[۱]. به دلایل هزینه بالای ساخت، سمی بودن عنصر

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.4.2.5]

مولد، تغییر رنگ بعلت بی‌ثباتی پخت در دمای بالا و ... رسیدن به رنگ مورد نظر در رنگدانه‌های سرامیکی دشوار است [۲]. استفاده از ترکیبات $PbCrO_4$، $PbMoO_4$، $Pb_2Sb_2O_7$ و CdS که به‌طور گسترده‌ای به‌عنوان رنگدانه‌های معدنی زرد معمولی مورد استفاده قرار می‌گرفتند محدود شده است، زیرا آنها حاوی عناصر سمی هستند[۳]. از دی‌اکسیدتیتانیوم بدلیل غیرسمی بودن و خاصیت بیولوژیکی و شیمیایی بی اثر و همچنین دارا بودن خواص رنگدانه‌ای خوب می‌توان بعنوان رنگدانه زیست محیطی مناسب نام برد. دی‌اکسیدتیتانیوم بطور رایج در صنعت بعنوان رنگدانه سفید استفاده می‌شود. این ترکیب کاربردهای گسترده ای در دی‌الکتریک‌ها، کرم‌های ضد آفتاب و خمیردندان دارد [۸-۴]. دی‌اکسیدتیتانیوم دارای سه فاز پایدار بروکایت، آناتاز و روتایل است. ساختار بلوری روتایل و آناتاز تتراگونال و ساختار بلوری بروکایت رومبیک است[۱۱-۷]. اگر دی‌اکسیدتیتانیوم در دمای بالا پخت شود رشد بلور منجر به تغییر وضعیت پایداری فاز و در نهایت تبدیل هر دو فاز آناتاز و بروکایت به روتایل می‌شود[۶]. دمایی که در آن فاز آناتاز به روتایل تبدیل می‌شود به دوپه ها، اندازه و مورفولوژی پودر و پارامترهای دیگر مشابه بستگی دارد[۱۲]. در حالت کلی در دمای بالای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد فاز آناتاز به طور یکنواخت و با سرعت به فاز روتایل انتقال فاز می‌دهد [۷]. کاتیون حل شده در دی‌اکسیدتیتانیوم تنها مختص کاتیون با عدد اکسایش ۴ نیست و این ماده به علت خواص دی‌الکتریک بالا قادر به انحلال کاتیون هایی با عدد اکسایش ۲ تا ۵ است. تفاوت عدداکسیداسیون بین کاتیون میهمان و کاتیون میزبان، بر پایداری کاتیون میهمان تاثیر دارد[۱۳]. با ورود کاتیون‌های کروم سه ظرفیتی و آنتیموان سه ظرفیتی به درون ساختار دی‌اکسیدتیتانیوم در دمای بالا، بعلت یکسان نبودن شعاع کاتیون‌های آنتیموان و کروم و تیتانیوم، ساختار در برخی جهت‌ها دچار کشیدگی یا فشردگی می‌شود. این تغییرات باعث تغییر رنگ دی‌اکسیدتیتانیوم می‌گردد[۱۳-۱۴].

در سال‌های اخیر از نانورنگدانه‌ها (با اندازه ذرات کمتر از یک میکرو متر) برای کاربردهای چاپ جوهر افشان بر روی سرامیک استفاده فراوانی شده است. استفاده از نانورنگدانه‌های سرامیکی در تکنولوژی جوهر افشان می‌تواند مشکلاتی مانند اشباع نازل، پراکندگی یا بی‌ثباتی ناشی از رنگدانه‌های میکرونی را حل کند. همچنین استفاده از ذرات کوچکتر رنگدانه، نه تنها ثبات رنگدانه در محیط پخش، بلکه قدرت رنگ، کنتراست و قابلیت عبور را نیز افزایش می‌دهد[۱۵].

تاکنون پژوهش‌های مختلفی براساس ورود عناصر کروم و آنتیموان درون ساختار روتایل دی‌اکسیدتیتانیوم برای تولید نانورنگدانه زرد صورت گرفته است. از جمله روش‌های سنتز در این پژوهش‌ها سولوترمال، پچینی، سرامیک کلاسیک (حالت جامد)، هیدرولیز می‌باشد [۱۶-۱۸]. یکی دیگر از روش‌های ساخت نانورنگدانه روش ترسیب شیمیایی است که اساس کار این روش تشکیل محصولات کم محلول از فاز آبی می‌باشد [۱۹]. در این پژوهش دو نوع نانورنگدانه زرد بر پایه ورود دوپه عناصر کروم و آنتیموان با عدد اکسایش مختلف درون ساختار دی‌اکسیدتیتانیوم با ترکیبی از دو روش ترسیب شیمیایی و حالت‌جامد ساخته شد. سپس با روش آسیاب‌کاری و بکار بردن حلال استر مناسب، از دو

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.4.2.5]

نمونه نانورنگدانه جوهر مناسبی تهیه شده و بر روی کاشی چاپ شده‌اند[۲۱-۲۰-۱۷-۱۶].

۲- فعالیت‌های تجربی

۲-۱- مواد

دی‌اکسیدتیتانیوم (TiO_2) صنعتی با خلوص ۹۸٪ از شرکت کیمیکس و آنتیموان‌تری‌کلرید ($SbCl_3$) با خلوص ۹۹٪ از شرکت مرک و نیترات کروم آب‌پوشیده ($Cr(NO_3)_3*9H_2O$) با خلوص ۹۹٪ از شرکت سامچون و پتاسیم‌کرومیت (K_2CrO_4) با خلوص ۹۹٪ از شرکت سیگما آلدریچ برای انجام آزمایش تهیه شده اند.

۲-۲- فعالیت تجربی

در این پژوهش ساخت رنگدانه با استفاده از روش حالت جامد صورت گرفت. در جدول ۱ نسبت جرمی و نسبت مولی ترکیبات استفاده شده برای ساخت دو نمونه رنگدانه زرد متفاوت با کدهای A و B نشان داده می‌شود.

جدول ۱- نسبت جرم ترکیبات مورد نیاز برای ساخت نانورنگدانه‌های نمونه A و B.

	K_2CrO_4	$Cr(NO_3)_3.9H_2O$	$SbCl_3$	TiO_2
نمونه A (gr)	۰	۶/۹	۳/۹۴	۸۹/۱۶
نمونه A (mol)	۰	۱/۵	۱/۵	۹۷
نمونه B (gr)	۱۰/۴۴	۰	۱۲/۲۶	۷۷/۳
نمونه B (mol)	۵	۰	۵	۹۰

برای ساخت نمونه A، ابتدا آنتیموان تری کلرید در شرایط بهم خوردن در آب مقطر حل شد. در حالتی که محلول بر روی همزن مغناطیسی قرار داشت نیترات‌کروم آبپوشیده به آن اضافه شد. پس از انحلال کامل این دو ماده، پیش‌ماده دی‌اکسیدتیتانیوم به صورت پودر به محلول اضافه شد. سپس مقدار لازم از محلول آمونیا ۲۵ درصد جرمی قطره قطره به سوسپانسیون اضافه شد تا pH آن به ۸ رسید. همه مراحل بالا بر روی همزن صورت گرفتند. با ساکن شدن محلول و گذشت زمان مشاهده گردید که محلول دارای دو فاز جامد و مایع گردید. محلول دوفازی بدست آمده درون منتل در دمای ۱۱۰ درجه سانتیگراد قرار گرفت تا فاز مایع آن بخار شود و پس از مدتی پودر جامد کاملا خشک حاصل شد. پودر خشک شده به مدت دو ساعت در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد و با نرخ افزایش دمای ۱۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه پخت گردید.

برای ساخت نمونه B، ابتدا آنتیموان تری کلرید در شرایط بهم خوردن در آب مقطر حل شد و پتاسیم‌کرومیت به آن اضافه شد. پس از انحلال کامل این دو ماده، پیش‌ماده دی‌اکسیدتیتانیوم به صورت پودر با محلول مخلوط شد. سپس مقدار لازم از محلول آمونیا ۲۵ درصد جرمی قطره قطره به سوسپانسیون اضافه شد تا pH آن به ۸ رسید. جداسازی پتاسیم موجود در ترکیب با استفاده از سانتریفیوژ انجام گرفت. پس از جداسازی، ماده ته نشین شده درون منتل در دمای ۱۱۰ درجه سانتیگراد قرار گرفته و پس از مدتی پودر جامد کاملا خشک حاصل شد. پودر خشک شده به مدت دوساعت در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد و با نرخ افزایش دمای ۱۰ درجه سانتی گراد بر دقیقه پخت گردید.

برای ساخت و همگن سازی جوهر، نانورنگدانه‌های ساخته شده در مرحله قبل با یک حلال استر به نسبت جرمی ۱ به ۳ درون آسیاب ماهواره‌ای با سرعت ۵۰۰ دور بر دقیقه به

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.4.2.5]

مدت دو ساعت آسیاب شدند و جوهرهای A و B بدست آمدند. دو جوهر A و B آماده شده به روش چاپ تخت بر روی کاشی دیوار چاپ شده و در کوره خط تولید کارخانه به مدت ۳۷ دقیقه پخت شدند.

با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی شکل و اندازه ذرات مشاهده شد. ساختار نانورنگدانه‌ها با استفاده از آزمون پراش پرتو X مورد بررسی قرار گرفت همچنین اندازه بلورک‌ها با استفاده از رابطه دبای–شرر محاسبه شد (رابطه ۱). در این رابطه λ طوج پرتو X تابیده شده از دستگاه، K ضریب شکست بلور که برای ذرات کروی این مقدار تقریبا ۰/۹۴ است، θ زاویه پراش، β پهنای پیک در نصف ارتفاع بیشینه، و t اندازه بلورک را نشان می‌دهد.

$$t = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \qquad (۱$$

بررسی کمی رنگ نمونه‌ها نیز با استفاده از طیف بازتاب و آزمون رنگ‌سنجی با استاندارد*L*a*b CIE بررسی شد. پس از چاپ جوهر بر روی کاشی و پخت آن شکل و اندازه ذرات بر روی کاشی با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی مشاهده شد. بررسی کمی رنگ جوهرهای چاپ شده بر روی کاشی با استفاده از طیف بازتاب و آزمون رنگ‌سنجی با استاندارد *L*a*b CIE انجام گرفت.

۳-۲- تجهیزات و دستگاه‌ها

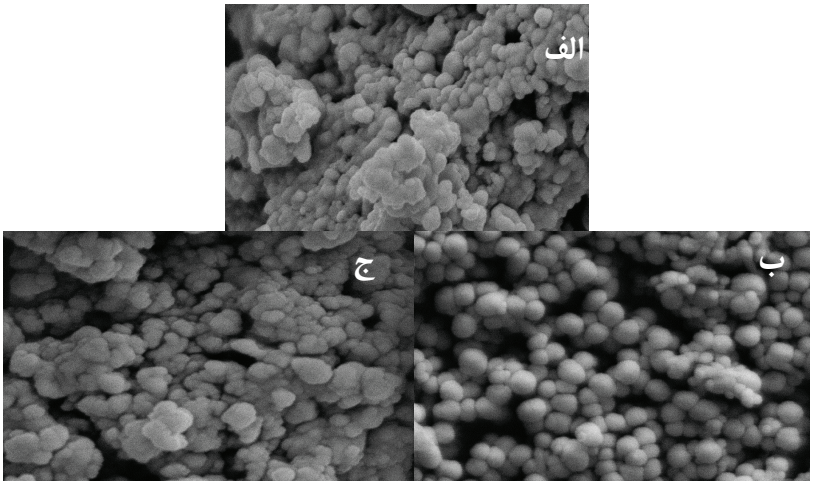
برای آزمایش طیف پراش پرتو X و بررسی ساختار بلوری از دستگاه X'PertPro (40 kV, 30 mA) با تابش CuKα (λ= 1.5406A) استفاده شد. برای تحلیل داده‌های طیف پراش پرتو X از نرم افزار X'Pert استفاده شد. بررسی ریزساختار نمونه‌ها با استفاده از دستگاه KYKY مدل EM3200 انجام شد. طیف بازتاب نفوذی و آزمون رنگ سنجی با دستگاه Xrite sp-64 Spectrophotometer انجام شد. برای محاسبه اندازه ذرات از روی تصاویر میکروسکوپی از نرم افزار Digimizer استفاده شده است.

۳- نتایج و بحث

شکل۱ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودر خام دی‌اکسیدتیتانیوم و دو نمونه رنگدانه سنتز شده را نشان می‌دهد. شکل ۱–الف، ۱–ب و ۱–ج به ترتیب به نمونه‌های دی‌اکسیدتیتانیوم خام، رنگدانه A و B مربوط است. از قسمت فعالیت تجربی دریافت می‌شود که تنها تغییر مربوط به سنتز رنگدانه‌های A و B این است که برای ورود عنصر کروم به عنوان دوپه درون ساختار دی‌اکسیدتیتانیوم از ترکیبات متفاوت حاوی عنصر کروم استفاده شده است. از این شکل‌ها مشاهده می‌شود با انجام فرایند حرارت دهی و ساخت رنگدانه مقداری اندازه ریزساختار نمونه‌ها درشت‌تر شده باشد. با توجه به شکل می‌توان گفت در نمونه A شکل نانوذرات منظم‌تر است و با تقریب نسبتا خوبی ذرات کروی هستند، در حالی‌که در نمونه B مقداری کلوخگی ایجاد شده است. علت این امر می‌تواند این باشد که کاتیون کروم در ترکیب نیترات کروم سه ظرفیتی اما در ترکیب پتاسیم‌کرومیت شش ظرفیتی است و دی‌اکسیدتیتانیوم تنها قادر به انحلال کاتیون‌های ۲ تا ۵ ظرفیتی است[۱۳]. همچنین کروم شش ظرفیتی اکسنده است و در واکنش‌ها به کروم سه ظرفیتی احیاء می‌شود[۲۲] که این فرایند احیاء می‌تواند باعث کرنش در ساختار نانو رنگدانه و در نتیجه کلوخگی شود.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

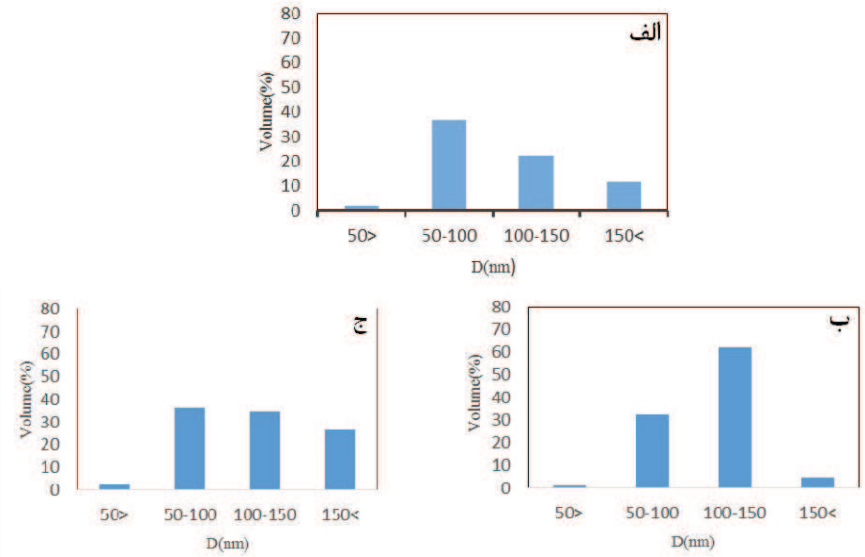
[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.4.2.5]



شکل ۱- تصویر SEM مربوط به الف: پودردی اکسیدتیتانیوم خام، ب: نانورنگدانه A، ج: نانورنگدانه B.

با توجه به تصاویر SEM در شکل۱، نانوذرات در هر سه تصویر کروی در نظر گرفته شد. پس از بدست آوردن قطر نانوذرات با نرم‌افزار Digimizer حجم تقریبی آنها محاسبه شده است.

شکل۲ نمودار توزیع فراوانی درصد حجمی نانو ذرات پودر خام و دو نوع رنگدانه سنتز شده بر حسب قطر آنها را نشان می‌دهد. توزیع اندازه ذرات در شکل‌های مختلف متفاوت است. در شکل ۲-الف مشاهده می‌شود که ذرات با قطر کمتر از ۱۰۰ نانومتر از همه بیشتر است، در حالی که ذرات با اندازه بیش از ۱۰۰ نانومتر نیز حجم قابل ملاحظه‌ای را اشغال کرده‌اند. حجم ذرات با قطر بیش از ۱۰۰ نانومتر در شکل ۲-ب و ۲-ج بطور تقریبی از ۲-الف بیشتر است. اما توزیع آنها یکسان نیست. در شکل ۲-ب بیشترین حجم به ذرات ۱۰۰ تا ۱۵۰ نانومتر تعلق دارد. در حالی که در شکل‌های ۳-الف و ۳-ج حجم ذرات در اندازه‌های کمتر از ۱۰۰ نانومتر بیشتر از ۱۰۰ تا ۱۵۰ نانومتر و حجم ذرات در اندازه ۱۰۰ تا ۱۵۰ نانومتر بیشتر از ذرات بالای ۱۵۰ نانومتر است.

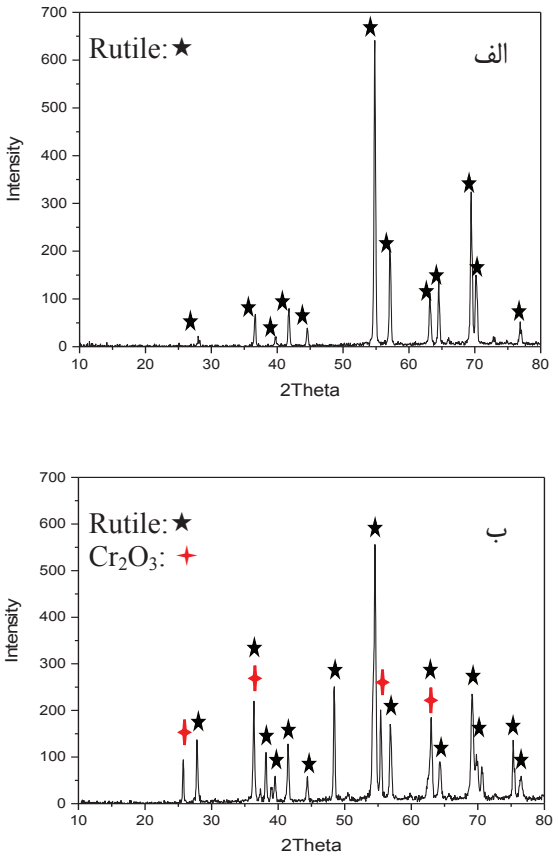


شکل ۲- نمودار در صد حجمی نانوذرات الف: پودر خام ب: نانورنگدانه A ج: نانورنگدانه B.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.4.2.5]

شکل ۳ طیف پراش پرتو X نانورنگدانه‌های سنتز شده را نشان می‌دهد.



شکل ۳- طیف XRD

الف: نانورنگدانه A، ب: نانورنگدانه B.

با توجه به شکل ۴-الف ساختار بلوری نمونه A تک فازی و تنها شامل فاز روتایل دی‌اکسیدتیتانیوم است. قرار گرفتن دوپه در جایگاه تیتانیوم در ساختار روتایل باعث جابجایی پیک‌ها و تغییر شدت آنها می‌شود (شکل۵ الف). اما با توجه به این اینکه در نانورنگدانه B مقدار بیشتری دوپه استفاده شده است، انتظار می‌رود ساختار این نانورنگدانه از ترکیب دو ساختار باشد. شکل ۴-ب نشان می‌دهد ساختار بلوری نمونه B دو فازی است و علاوه بر فاز روتایل دی‌اکسیدتیتانیوم ترکیب Cr_2O_3 نیز به اندازه محدودی وجود دارد. ساختار بلوری فاز روتایل دی‌اکسیدتیتانیوم تتراگونال با گروه فضایی P42/mnm و ساختار Cr_2O_3 رومبوهدرال با گروه فضایی R-3C است. متوسط اندازه بلورک‌های نانورنگدانه سنتزشده نمونه A و B به ترتیب برابر ۲۵ و ۲۹ نانومتر می‌باشد.

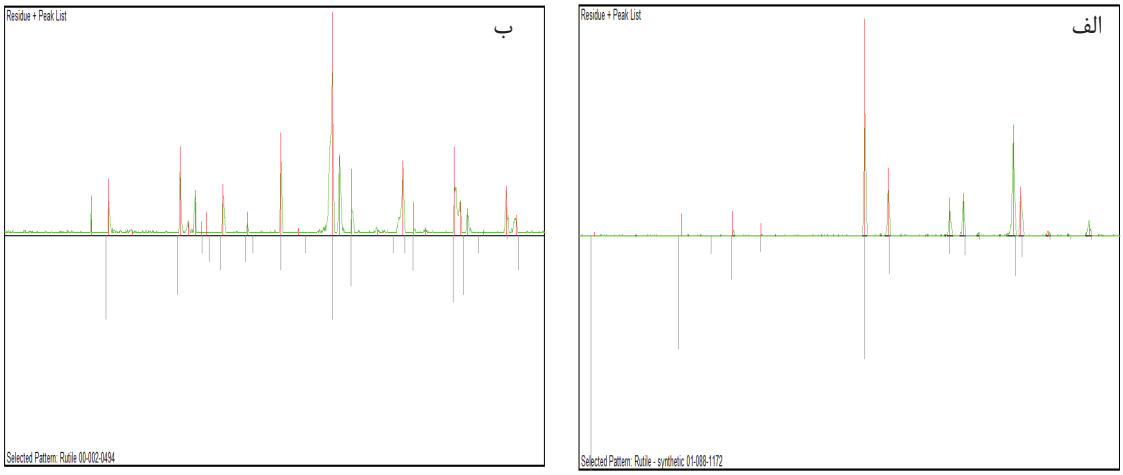
شکل۴ مقایسه قله‌های مرجع و قله نمونه‌ها را نشان می‌دهد. با توجه به این شکل می‌توان جابجایی و تغییرات شدت پیک‌ها ناشی از ورود دوپه کروم و آنتیموان را تحلیل و بررسی کرد. با استفاده از رابطه براگ می‌توان نتیجه گرفت جابجایی قله‌های طیف پراش به تغییر فاصله صفحات بلور مربوط است. بنابراین جابجایی قله‌های طیف پراش به ورود دوپه به درون ساختار نسبت داده می‌شود. شکل ۴-الف نشان دهنده ساختار بلوری فاز روتایل دی‌اکسیدتیتانیوم است. با تحلیل داده‌ها با نرم افزار X'Pert مشاهده می‌شود که فاز Rutile – synthetic با کد مرجع ۰۱-۰۸۸-۱۱۷۲ در راستای بلوری [۱۱۰] با زاویه ۲۷/۷۱۷° دارای بیشینه شدت است. ورود دوپه باعث شده که از شدت قله در زاویه ۲۷/۷۱۷° کاسته شده و فاصله صفحات در این جهت افزایش یابد، و در این جهت قله به اندازه ۰/۳۴۶° به سمت راست جابجا شود. همچنین با توجه به شکل مشاهده می‌شود در راستاهای بلوری [۱۰۱] و [۱۱۱] و [۲۱۰] که به ترتیب به زوایای ۳۶/۲۴۲° و ۴۱/۴۴۴° و ۴۴/۳۲۵° مربوط هستند، از شدت قله ها کاسته شده و مکان قله ها حدود ۰/۳° افزایش داشته است. در واقع صفحات بلوری در این جهت‌ها به یکدیگر نزدیک شده‌اند. همچنین با توجه به شکل مشاهده می‌شود در راستاهای بلوری [۲۱۱] و [۲۲۰] و [۰۰۲] و [۳۱۰] و [۳۰۱] و [۱۱۲] و [۲۰۲] که به ترتیب

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.4.2.5]

به زوایای °۵۴/۸۰۲ و °۵۷/۰۰۱ و °۶۳/۰۱۳ و °۶۴/۴۸۳ و °۶۹/۴۴۲ و °۷۰/۱۲۶ و °۷۶/۹۳۲ مربوط هستند، شدت قله‌های نمونه نسبت به شدت قله‌های مرجع افزایش یافته است. در این جهت‌ها قله‌ها حدود ° ۰/۱ به سمت زاویه کمتر نسبت به مرجع جابجا شده‌اند و در واقع صفحات از یکدیگر دور شده‌اند.

شکل ۴-ب مقایسه طیف پراش نمونه B و فاز روتایل دی‌اکسیدتیتانیوم را نشان می‌دهد. با استفاده از نرم افزار X'Pert مشاهده می‌شود فاز Rutile با کد ۰۰-۰۰۲-۰۴۹۴ دارای دو قله بیشینه در راستاهای بلوری [۱۱۰] و [۲۱۱] است که به ترتیب به زوایای °۲۷/۵۰۷ و °۵۴/۵۸۲ مربوط است. با توجه به شکل دیده می‌شود که اندازه قله مربوط به راستای بلوری[۱۱۰]، که مرتبط به جهت °۲۷/۵۰۷ است، بشدت کاهش یافته و به اندازه ۰/۲ درجه به سمت راست جابجایی داشته است. به این معنی که در این جهت صفحات به یکدیگر نزدیک شده‌اند. در راستای بلوری [۲۱۱] که مرتبط به جهت °۵۴/۵۸۲ است، شدت قله افزایش یافته و جابجایی آن قابل چشم‌پوشی است. همچنین دیده می‌شود جابجایی و تغییرات شدت قله‌ها در جهت‌های مختلف مربوط به بقیه قله‌های پوشش داده شده با استفاده از فاز روتایل، نظم خاصی ندارد. برخی قله‌ها نیز با ترکیب Cr_2O_3 پوشش داده می‌شوند.



شکل ۴- مقایسه بین قله‌های مرجع و قله‌های الف: نانورنگدانه A ب: نانورنگدانه B

جدول۲ پارامترهای آزمون رنگ‌سنجی نانورنگدانه‌های سنتز شده مطابق با استاندارد CIE L*a*b* را نشان می‌دهد. پارامتر C* نشان‌دهنده شدت رنگ است و از رابطه (۲) محاسبه می‌شود. طبق این رابطه پارامتر C* مخصوص یک رنگ خاص نیست و بطور کلی شدت رنگ را نشان می‌دهد. h° نشان‌دهنده فام رنگ است و خلوص آن را نشان می‌دهد که از رابطه (۳) محاسبه می‌شود. باتوجه به دایره فضای L*c* h°، هرچه مقدار h° به ۹۰ نزدیک‌تر باشد، نشان‌دهنده زردتر بودن طیف رنگی رنگدانه می‌باشد. با توجه به پارامتر L*، a* و b* در جدول مشاهده می‌شود نانورنگدانه B از A کمی روشن‌تر است؛ درحالی که قرمزی نانورنگدانه A از B بیشتر است. از آنجا که مقدار h° برای

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]
[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.4.2.5]

رنگ B، ۷۹/۱۸ و این مقدار برای رنگدانه A، ۷۶/۵۹ بوده است لذا می‌توان گفت رنگدانه B طیف رنگ زردتری دارد. همچنین رنگدانه A از B اندکی شدت رنگ بیشتری دارد.

$$C^* = \left(a^{*2} + b^{*2}\right)^{1/2} \quad (۲$$

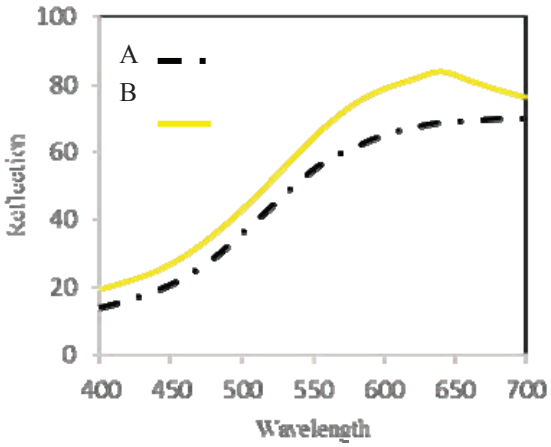
$$h^\circ = \tan^{-1}\left(\frac{b^*}{a^*}\right) \quad (۳$$

جدول ۲- پارمترهای رنگ‌سنجی مربوط به نانورنگدانه‌های سنتز شده

	h°	C*	b*	a*	L*
نانورنگدانه A	۷۶/۵۹	۴۰/۸۳	۳۹/۷۲	۹/۴۷	۷۷/۳۷
نانورنگدانه B	۷۹/۱۸	۳۹/۱۶	۳۸/۴۶	۷/۳۵	۸۲/۷۵

شکل ۵ طیف بازتاب نوری نانورنگدانه‌های A و B را نشان می‌دهد. قله طیف بازتاب نانورنگدانه A از طول موج ۵۰۰ تا ۷۰۰ نانومتر است و در این بازه با افزایش طول موج شدت بازتاب افزایش می‌یابد، بطوری که بیشینه قله بازتاب در۷۰۰ نانومتر است. قله طیف بازتاب نانورنگدانه B در همین بازه است؛ اما بیشینه قله بازتاب آن در طول موج‌های ۶۲۰ تا ۶۶۰ نانومتر قرار دارد و از ۶۶۰ تا ۷۰۰ نانومتر از شدت طیف بازتاب کاسته می‌شود. به عبارتی مقدار بیشتری رنگ قرمز در نانورنگدانه A وجود دارد و این رنگدانه به نارنجی متمایل است؛ در حالی که رنگ نانورنگدانه B نسبت به A زردتری است.

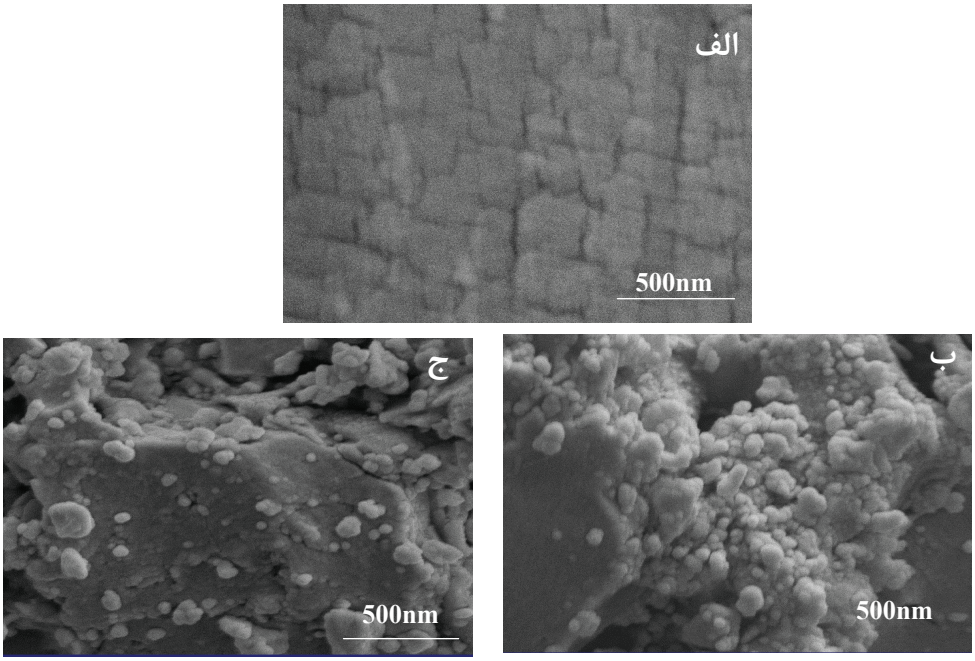
شکل ۶ تصاویر SEM سطح کاشی سرامیکی بدون رنگ و سطح کاشی سرامیکی رنگ شده با استفاده از جوهرهای A و B را نشان می‌دهد. بطورکلی انتظار می‌رود سطح کاشی‌سرامیکی صاف باشد ولی با توجه به شکل ۷-الف می‌توان دید که سطح کاشی در اندازه‌های نانومتری دارای پستی و بلندی‌هایی است. در شکل ۷-ب و ۷-ج به ترتیب سطح کاشی سرامیکی رنگ شده با استفاده از جوهرهای A و B قابل مشاهده است. در هر دو نمونه جوهر سطح کاشی را کاملا پوشش داده است. با توجه به شکل ۷-ب و ۷-ج مشاهده می‌شود که ذرات بر روی سطح کاشی سرامیکی در هر دو مورد دچار کلوخگی شده‌اند.



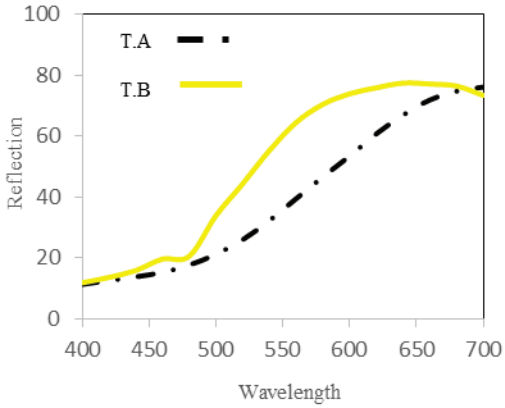
شکل ۵- طیف بازتاب دو نمونه رنگدانه.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.4.2.5]



شکل ۶- تصویر SEM از سطح کاشی‌سرامیکی الف: کاشی بدون لایه ب: A ج: B



شکل ۷- طیف بازتاب دو نمونه کاشی‌های چاپ شده با جوهرهای A و B.

جدول ۳ پارامترهای رنگ‌سنجی مربوط به کاشی چاپ شده با استفاده از جوهر آماده شده از نانورنگدانه‌های A و B را نشان می‌دهد. هرچه درجه فام رنگ (h°) به صفر نزدیک باشد نشان دهنده قرمزی نمونه و هرچه درجه فام رنگ (h°) به ۹۰ نزدیک باشد نشان دهنده زرد بودن نمونه می‌باشد. همچنین C* بالاتر نشان دهنده شدت بیشتر رنگ است. از مقایسه داده‌های جدول۲ و جدول ۳ مشاهده می‌شود پارامتر a* کاشی رنگ شده با جوهر A نسبت به نانورنگدانه A افزایش زیادی دارد، اما b* آنها تقریبا برابر است. همچنین مقایسه پارامتر a* کاشی رنگ شده با جوهر B نسبت به نانورنگدانه B نشان می‌دهد این پارامتر تغییر زیادی ندارد، اما پارامتر b* در کاشی رنگ شده افزایش زیادی یافته است.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.4.2.5]

همچنین از مقایسه داده‌های جدول۲ و جدول ۳ مشاهده می‌شود فام یا خلوص رنگ (h°) نانورنگدانه A پس از چاپ بر روی سرامیک کاهش می‌یابد؛ در حالی که فام رنگ (h°) نانورنگدانه B پس از چاپ بر روی سرامیک افزایش می‌یابد. شدت رنگ کاشی سرامیکی چاپ شده با جوهر B نیز نسبت به همه موارد دیگر افزایش قابل ملاحظه‌ای دارد. این نتایج نشان می‌دهد جوهر B بر روی سرامیک رنگ زرد خالص‌تری بدست می‌دهد.

جدول ۳- پارمترهای رنگ سنجی مربوط به کاشی‌های رنگ شده با جوهر.

	h°	C*	b*	a*	L*
کاشی رنگ شده از جوهر نانورنگدانه A	۶۹/۵۹	۴۲/۶۴	۳۹/۹۶	۱۴/۸۷	۷۱/۶۸
کاشی رنگ شده از جوهر نانورنگدانه B	۸۱/۱۴	۵۰/۱۱	۴۹/۵۱	۷/۷۲	۸۰/۱

شکل ۷ طیف بازتاب کاشی‌های رنگ شده از نمونه‌های جوهر تهیه شده را نشان می‌دهد. تحلیل این طیف تقریبا مشابه تحلیل شکل ۵ است. کاشی رنگ شده از جوهر حاصل از نانورنگدانه A به رنگ زرد متمایل به نارنجی است؛ درحالی که کاشی رنگ شده از جوهر حاصل از نانورنگدانه B قله‌ای در ۶۴۰ نانومتر نشان داده و رنگ زرد خالص‌تری نشان می‌دهد.

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش دو نوع نانورنگدانه زرد A و B با پیش ماده دی اکسید تیتانیوم و دوپه کروم و آنتیموان با منابع متفاوت با استفاده از روش حالت جامد سنتز شده است. باتوجه به تصاویر SEM ذرات نانورنگدانه‌های A و B سنتز شده تقریبا کروی بوده و متوسط اندازه بلورک آنها به ترتیب ۲۵ و ۲۹ نانومتر است. آنالیز XRD نشان داد که ساختار بلوری هر دو نانورنگدانه روتایل است که در اثر ورود دوپه فاصله صفحات اندکی جابجا شده است. پارامترهای آزمون رنگ‌سنجی و طیف بازتاب نشان می‌دهد نانورنگدانه‌ای که از ترکیب نیترات کروم به عنوان پیش‌ماده حاوی دوپه کروم استفاده شده به رنگ زرد مایل به نارنجی است؛ درحالی که نانورنگدانه‌ای که از ترکیب پتاسیم کرومیت به عنوان پیش‌ماده حاوی دوپه کروم استفاده شده رنگ زرد خالص‌تری نشان می‌دهد. نانورنگدانه‌ها با روش آسیاب‌کاری به جوهر تبدیل شده و جوهر آن بر روی سرامیک چاپ شده است. پس از پخت سرامیک چاپ شده، نانورنگدانه‌ها بر روی سرامیک دچار کلوخگی می‌شوند. آزمون رنگ‌سنجی و طیف بازتاب نشان می‌دهد سرامیک چاپ شده با جوهر B رنگ زرد خالص‌تر و با شدت بیشتری نشان می‌دهد.

۵- تشکر و قدردانی

از شرکت ایفاسرام برای در اختیار گذاشتن برخی تجهیزات آزمایشگاهی و همچنین سازمان بسیج علمی- پژوهشی و فناوری استان یزد به دلیل حمایت تقدیر و تشکر می‌شود.

مراجع

[1] S. F. Santos, et al, "Thermal study of TiO_2–CeO_2 yellow ceramic pigment obtained by the Pechini method", Journal of Thermal Analysis and Calorimetry,

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.4.2.5]

Vol 87, pp 743–746, 2007.

[2] Lavat, A. Elisabet, Gayo, G. Xoana, "New Environmental Friendly Yellow Ceramic Pigments of the Type (FeIIIMV)-TiO2", Journal of Chemistry and Chemical Engineering, Vol 8, pp. 1026-1035, 2014.

[3] V.S.Vishnu., et al. "Synthesis and characterization of new environmentally benign tantalum-doped Ce0.8 Zr0.2O2 yellow pigments: applications in coloring of plastics", Dyes and Pigments, Vol 82, pp. 53-57, (2009).

[4] Mo, Shang-Di, and W. Y. Ching. "Electronic and optical properties of three phases of titanium dioxide: Rutile, anatase, and brookite", Physical Review, B51.19, 1995.

[5] RM Silva, et al. "Development of a Yellow Pigment Based on Bismuth and Molybdenum - Doped TiO2 for Coloring Polymers", International Journal of Applied Ceramic Technology, Vol 12.S2, 2015.

[6] A .Orendorz, et al. "Phase transformation and particle growth in nanocrystalline anatase TiO_2 films analyzed by X-ray diffraction and Raman spectroscopy", Surface Science, Vol 601, pp. 4390-4394, 2007.

[7] G Buxbaum, ed. "Industrial inorganic pigments", John Wiley & Sons, 2008.

[8] M. Jovani, et al. "Pigments based on Cr and Sb doped TiO 2 prepared by microemulsion-mediated solvothermal synthesis for inkjet printing on ceramics", Dyes and Pigments, Vol 116, 2015.

[9] K Madhusudan Reddy, S. V. Manorama, and A. Ramachandra Reddy. "Bandgap studies on anatase titanium dioxide nanoparticles", Materials Chemistry and Physics, Vol 78, pp. 239-245, 2003.

[۱۰] بررسی بهبود بخشی پلاسمایی پلاسمای ترکیبی نیتروژن و اکسیژن بر خواص فوتوکاتالیستی لایه‌های نازک دی اکسید تیتانیوم، م. جامعی، آ. حقیقت‌زاده، ب. مزینانی، ۱۳۹۵، فصلنامه علمی پژوهشی علم و مهندسی سرامیک.

[۱۱] تاثیر شرایط هیدروترمال بر سنتز و تحولات فازی نانو تیتانیا، س. بایرامزاده، ح. سرپولکی، ۱۳۹۲، فصلنامه علمی پژوهشی علم و مهندسی سرامیک.

[12] F.T Gomes Vieira, et al. "The influence of temperature on the color of TiO2:Cr pigments", Materials Research Bulletin, Vol 44.5, pp. 1086–1092, (2009).

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.4.2.5]

[13] S.Ishida, et al. “Spectroscopic study of the chemical state and coloration of chromium in rutile”, Journal of the American Ceramic Society, Vol 73,pp. 3351-3355, 1990.

[14] J. Zou. "Low temperature preparation of Cr-doped rutile pigments with good colour properties", Dyes and Pigments, Vol 97, pp. 71-76, 2013.

[15] P.M.T.Cavalcante., et al. “Colour performance of ceramic nano-pigments.” Dyes and pigments , Vol 80, pp. 226-232, 2009.

[16] M. Jovaní, et al. "Pigments based on Cr and Sb doped TiO2 prepared by microemulsion-mediated solvothermal synthesis for inkjet printing on ceramics", Dyes and Pigments, Vol 116, pp. 106-113, 2015.

[17] C.Gargori, et al. "In situ synthesis of orange rutile ceramic pigments by non-conventional methods", Ceramics International, Vol 36, pp. 23-31, 2010.

[18] J.Zou, et al. "Highly dispersed (Cr, Sb)-co-doped rutile pigments of cool color with high near-infrared reflectance", Dyes and Pigments, Vol 109, pp. 113-119, 2014.

[19] B. L. Cushing, V. L. Kolesnichenko and C. J. O'Connor. "Recent advances in the liquid-phase syntheses of inorganic nanoparticles", Chemical reviews, Vol 104, pp. 3893–3946, 2004.

[20] C. Suryanarayana, “Mechanical alloying and milling,” Progress in materials science, Vol 46, pp. 1-184,2001.

[21] F. Li, et al. "Syntheses of MO2 (M= Si, Ce, Sn) nanoparticles by solid-state reactions at ambient temperature", Solid State Sciences, Vol 2, pp. 767-772, 2000.

[22] A. K. Shanker, B. Venkateswarlu, “Chromium: environmental pollution, health effects and mode of action,” Computers and Electronics in Agriculture, 2011.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-10-31]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1396.6.4.2.5]