فصلنامه سرامیک ایران

سنتز رنگدانه‌های لوستری تیتانیایی بر پایه تریدیمیت و کریستوبالیت پولکی

محمدمهدی کرد[۱]، سعید باغشاهی[۲]، آرمان صدقی[۳]

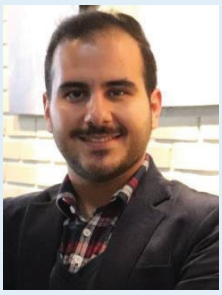
[۱] دانش‌آموخته مقطع کارشناسی ارشد مهندسی مواد سرامیک دانشگاه بین‌المللی امام خمینی (ره)، قزوین، ایران

[۲] استاد، دکتری مهندسی مواد، عضو هیات علمی گروه مهندسی مواد دانشگاه بین‌المللی امام خمینی (ره)، قزوین، ایران

[۳] دانشیار، دکتری مهندسی مواد، عضو هیات علمی گروه مهندسی مواد دانشگاه بین‌المللی امام خمینی (ره)، قزوین، ایران

چکیده: *رنگدانه‌های لوستری نوعی از رنگدانه‌های ویژه هستند که گروهی از آن‌ها متشکل از یک پایه و پوسته هستند. برای ساخت سیلیس پولکی از دو روش مقرون‌به‌صرفه، رسوبی و عامل فعال سطحی استفاده شد. سیلیس حاصل در روش رسوبی به شکل تریدیمیت و در روش عامل فعال سطحی به شکل کریستوبالیت متبلور شد. برای اعمال پوشش بر روی پایه‌های سیلیس، از اکسید تیتانیم استفاده شد. همچنین به ذرات سیلیس، با اندازه ۱۵۰ تا ۲۰۰ میکرومتر و اندازه ضخامت ۸۰ تا ۱۰۰ میکرومتر دست یافته شد. رنگدانه دارای پایه با فاز کریستوبالیت با توجه به مقادیر رنگ‌سنجی به‌دست آمده (L*= ۸۶/۲۳، a*= -۰/۵۸ و b*= ۱/۳۲) دارای ته‌رنگ آبی-سبز و در مقابل رنگدانه بر پایه فاز تریدیمیت (L*= ۸۶/۱۲، a*= -۰/۲۸ و b*= ۱/۶) سفید است. همچنین رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس با فاز کریستوبالیت، در طول موج ۴۶۸ نانومتر دارای خاصیت نورتابی با شدت ۹۶۱۸ واحد بوده و رنگدانه لوستری با پایه تریدیمیت در طول موج ۴۴۹ نانومتر دارای خاصیت نورتابی با شدت ۶۱۷۵ واحد است.*

کلمات کلیدی: *رنگدانه لوستری، سیلیس، پولک، اکسید تیتانیم، تریدیمیت، کریستوبالیت.*



نویسنده اول:
محمدمهدی کرد
نویسنده مسئول:
سعید باغشاهی
دانشگاه بین‌المللی امام خمینی (ره)

نوع مقاله: پژوهشی
صفحه‌های: ۸۵ تا ۹۸
شاپا چاپی: ۳۳۵۱-۱۷۳۵
شاپا الکترونیکی: ۳۰۹۷-۲۷۸۳
زبان نشریه: فارسی
دسترس‌پذیر در نشانی:
www.JICERS.ir
تاریخ دریافت:
۱۴۰۳/۰۷/۳۰
تاریخ پذیرش:
۱۴۰۳/۰۹/۱۹

* baghshahi@eng.ikiu.ac.ir

DOR: 20.1001.1.17353351.1402.19.0.15.8

۱- مقدمه

رنگدانه‌ها به‌طور فزاینده‌ای در صنعت کاربرد دارند. رنگدانه‌های با اثر ویژه لوستری امروزه دارای استفاده‌های متنوع در بخش‌های مختلف تولید هستند. رنگدانه‌های لوستری نوعی از رنگدانه‌های ویژه هستند که جلوه‌ای متفاوت از رنگدانه‌های معمولی دارند و گروهی از آن‌ها متشکل از یک پایه و پوسته هستند و به همین دلایل دارای اهمیت و پیچیدگی خاصی هستند [۱]. از این رنگدانه‌ها به‌طور گسترده در رنگ‌های نقاشی، پلاستیک‌ها، جوهر چاپگرها، و فرمول‌های آرایشی استفاده می‌شود. به‌طور کلی از این نوع رنگدانه‌ها برای دستیابی به روشنی و درخشش اندرکنش رنگ‌ها و تأثیر روشنی آن با تغییر جهت در دید، استفاده می‌شود. این اثر لوستری منحصربه‌فرد، به وسیله تداخل نور بیش‌تر نسبت به جذب نور ایجاد می‌شوند. بیش‌تر رنگدانه‌های لوستری متشکل از حداقل سه لایه از دو ماده با ضریب شکست متفاوت هستند. برای مثال پولک‌های نازک از یک ماده با ضریب شکست

پایین همراه با یک اکسید فلزی دارای ضریب شکست بالا پوشانده می‌شوند که این منجر به ایجاد ذراتی با چهار تداخل می‌شود. در متداول‌ترین نوع این رنگدانه‌ها از میکا به‌عنوان پایه و از تیتان به‌عنوان پوشش استفاده می‌شود. استفاده از میکا دارای معایبی همچون بستری غیرشفاف و گاهی دارای توده‌های رنگی، عدم کنترل ضخامت و بازتاب نوری کم است. در مقابل استفاده از سیلیس دارای ضخامت یکنواخت و قابل کنترل، بستر نرم و شفاف و بدون هیچ‌گونه ناخالصی یا توده‌های رنگی، شکست و بازتاب نور بالا، مقاومت رنگی و خلوص کروماتیک مناسب، و در کل نوعی رفتار رنگی جدید است [۲].

امروزه از سیلیس برای تولید بسیاری از انواع رنگدانه‌ها، استفاده می‌شود. یکی از انواع آن تولید رنگدانه‌های لوستری بر پایه‌ی سیلیس است که برای بهبود خواص نوری، سیلیس را به شکل پولکی با اکسیدهای گوناگون پوشش‌دهی می‌کنند [۳] از پولک‌های سیلیس می‌توان به‌عنوان بستر رنگدانه‌های خاص استفاده کرد. رنگدانه‌های بر پایه پولک‌های سیلیس به وسیله فرآیند پوشش‌دهی تولید می‌شوند. ساخت پولک‌های سیلیس به‌طور کلی سه مزیت عمده دارد. اولین آن این است که ضخامت بستر سیلیس در آماده‌سازی آن قابل کنترل است. پس رنگدانه‌هایی با خواص نوری واقعی سه لایه در سیستم قابل‌مشاهده است. تداخل رنگی این سیستم از رنگدانه‌های با پایه مشابه سیلیس، قوی‌تر بوده، به‌طوری‌که در بسترهای دیگر با پهن‌شدن توزیع اندازه، ضخامت این تداخل محو می‌شد. دوم در هنگام ساخت و تهیه پودر، مقدار کم ناخالصی آهن نیز دیده نمی‌شود که سبب یک رنگ خالص روشن زرد می‌شود و به‌علاوه سیلیس دارای ضریب شکست نور (۱/۴۶) کم است، بنابراین اثر تداخل رنگی قوی‌تری در آن نسبت به دیگر پایه‌های رنگدانه‌ای وجود دارد.

از برتری‌هایی که می‌توان از سیلیس پولکی به‌عنوان پایه برای ساخت رنگدانه‌های لوستری نام برد، به ضخامت یکنواخت و قابل کنترل آن می‌توان اشاره کرد که با توجه به شرایطی که از نظر فیزیکی و حلالیت شیمیایی با سایر مواد دارد، قابلیت تولید با ضخامت نانومتری و نرم را دارد که یک مزیت نسبت به دیگر مواد محسوب می‌شود [۲]. از جمله ویژگی‌های کنترل ضخامت زیرلایه، ایجاد فاز مورد نظر از اکسید فلزی است که روی پایه رنگدانه لوستری (سیلیس پولکی) تشکیل می‌شود و سبب ایجاد رنگ‌های خاصی می‌شود. یکی از عیوبی که رنگدانه‌های لوستری دارند، تداخل توده‌های رنگی ناشی از بستر غیرشفاف و غیریکنواخت است که با سیلیس پولکی ایراد پایه غیرشفاف برطرف می‌شود.

در پژوهش حاضر، هدف ساخت پایه سیلیس به دو روش مختلف برای دستیابی و مقایسه خواص نوری بهتر با توجه به فازهای تشکیل شده سیلیس است. روش‌های مختلفی برای ساخت سیلیس وجود دارد که از ساده‌ترین نوع آن می‌توان به ساخت سیلیس به روش سل-ژل اشاره کرد [۴]. در این تحقیق، نانوذرات سیلیس با دو روش واکنش رسوبی و بر پایه عامل فعال سطحی که از جمله روش‌های مؤثر و اقتصادی برای تولید این مواد هستند، استفاده شد [۵، ۶]. در هر دو روش از ریخت پولکی برای بازتاب نوری بیش‌تر استفاده شد.

همچنین با توجه به پیشینه پژوهش‌ها از تیتان به‌عنوان یک ماده پرمصرف و دارای خواص مناسب نوری استفاده شد، اما بررسی تأثیر ضخامت آن بر روی این پایه‌ها و اثر میزان ته‌رنگی مورد بررسی قرار نگرفته که در تحقیق پیش‌رو به آن پرداخته شده است [۷]. برای بررسی موارد گفته‌شده، از نمودار کروماتیسیته، به‌طوری که خواص رنگی نمونه‌ها و میزان انحراف رنگ را با کمک تعیین دقیق مختصات آن نشان دهد، استفاده شد. به‌طوری که، در پژوهش‌های پیشین این موارد نیز به کمک نمودارهای کروماتیسیته مورد بررسی قرار نگرفته است. همچنین تأثیر ریخت پولکی شکل پایه و پوشش با فازهای مختلف ایجاد شده از سیلیس نیز از جمله موارد مهمی است که در این تحقیق به آن پرداخته شده است.

۲- مواد و روش تحقیق

۲-۱- مواد اولیه

در این پژوهش، ابتدا سیلیس به‌عنوان پایه رنگدانه‌های لوستری، با استفاده از پیش‌ماده سیلیکات سدیم مایع با خلوص ٪۹۹/۹ به دو روش واکنش رسوبی و بر پایه عامل فعال سطحی، ساخته شد. در رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی ساخته‌شده به روش واکنش رسوبی از اسید هیدروکلریک با خلوص ٪۳۷ و در رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی ساخته‌شده بر پایه عامل فعال

سطحی از اسید سولفوریک با خلوص ٪۹۸ و سدیم دودسیل سولفات با خلوص ٪۹۸ به‌عنوان عامل فعال سطحی یونی استفاده شد. همچنین برای ساخت اکسید تیتانیم از پیش‌ماده اکسی کلرید تیتانیم استفاده‌شده که این ماده نیز با استفاده از پیش‌ماده تتراکلرید تیتانیم با خلوص ٪۹۷ به روش هیدرولیز ساخته شد. لازم به ذکر است که تمامی مواد اولیه مورد استفاده در این پژوهش از محصولات شرکت مرک[1] آلمان با خلوص آزمایشگاهی بودند.

۲-۲-ساخت سیلیس به روش واکنش رسوبی

ابتدا ٪۵۰ وزنی از سیلیکات سدیم مایع به همراه آب مقطر، داخل یک بشر ریخته و بر روی همزن مغناطیسی قرار داده شد و به مدت ۲ دقیقه با سرعت ۲۰۰ دور بر دقیقه هم‌زده شد. سرعت هم‌زدن محلول آب مقطر و سیلیکات سدیم مایع به ۵۰۰ دور بر دقیقه افزایش داده شد و سپس به‌صورت قطره‌قطره اسید هیدروکلریک ۲ مولار با فاصله زمانی هر ۱۰ ثانیه به آن اضافه شد. مقدار pH سیستم پس از هر ۵ قطره افزودن اسید به محلول درحال هم‌زدن، به‌صورت مداوم اندازه‌گیری شد.

قبل از افزودن اسید هیدروکلریک به محلول سیلیکات سدیم و آب مقطر، مقدار pH برابر با ۱۴ اندازه‌گیری شد. با افزودن تدریجی اسید هیدروکلریک ۲ مولار به سیستم پس از حدود ۱ دقیقه، pH پایین آمده و مقدار آن ۱۲ اندازه‌گیری شد. در pHهای پایین‌تر افزودن اسید به محلول با دقت بیش‌تری انجام شد. پس از گذشت ۳ دقیقه و افزودن اسید هیدروکلریک با غلظت مورد نظر به سیستم، pH حدودا به ۹ رسید. در این مرحله محلول مایع سیلیکات سدیم و آب مقطر به یک سل شفاف مایل به رنگ شیری، تبدیل شد. سرعت هم‌زن مغناطیسی به ۱۰۰۰ دور بر دقیقه برای همگن‌سازی افزایش داده شد. سپس مجددا اسید هیدروکلریک ۲ مولار، به محلول سیلیکات سدیم مایع و آب مقطر افزوده شد تا سیستم رسوب کرده و ژل شود و مقدار pH آن به عدد ۷ رسید. به‌صورت تدریجی اسید به سیستم افزوده شد تا pH آن با هم‌زدن افزایش نیابد. سپس برای مدت زمان ۱ ساعت و با سرعت ۱۰۰۰ دور بر دقیقه در دمای آزمایشگاه (۲۵ درجه سانتی‌گراد) هم‌زده شد.

برای دستیابی به ریخت پولکی از سیلیس، این محلول ژل‌مانند حاصل از ترکیب اسید هیدروکلریک و سیلیکات سدیم مایع، به‌صورت یکنواخت و یک لایه نازک بر روی سطح شیشه ریخته شد و سپس به داخل خشک‌کن قرار داده شد تا در دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد برای مدت زمان ۱۲ ساعت خشک شود. پس از خشک‌شدن، ذرات نازک پولکی با آب مقطر برای خارج‌شدن اسید از آن، شستشو و فیلتر شد. پس از شستشو و فیلتراسیون این ذرات در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد برای مدت ۲ ساعت عملیات حرارتی شد.

۲-۳- ساخت سیلیس بر پایه عامل فعال سطحی

در این روش ابتدا سیلیکات سدیم مایع با آب مقطر، در دمای آزمایشگاه برای رسیدن به ٪۲۰ وزنی از محلول سیلیکات سدیم، مخلوط شد [۵، ۶]. این ترکیب برای مدت ۲ دقیقه روی هم‌زن مغناطیسی قرار گرفته شد.

در این روش از عامل فعال سطحی یونی سدیم لوریل سولفات (سدیم دودسیل سولفات) استفاده شد. زمانی که غلظت آن به ppm ۲۰۰ رسید، با ترکیب سیلیکات سدیم و آب مقطر مخلوط شد. با مخلوط شدن عامل فعال سطحی با ترکیب سیلیکات سدیم و آب مقطر، دما به ۸۵°C بر روی هم‌زن مغناطیسی با سرعت ۵۰۰ دور بر دقیقه رسانده شد.

سپس به‌صورت تدریجی اسید سولفوریک ٪۴ به محلول فوق افزوده شد تا مقدار pH از ۱۴ به ۱۰ رسید. سپس به‌صورت تدریجی و قطره‌ای اسید سولفوریک با غلظت ٪۱ به ترکیب سیلیکات سدیم و آب مقطر اضافه شد تا مقدار pH به عدد ۷ رسید. با رسیدن به pH= ۷ ، ژل تشکیل شد. سیستم بر روی هم‌زن مغناطیسی با ژل‌شدن به سرعت ۱۰۰۰ دور بر دقیقه در دمای ۸۵ درجه‌سانتی‌گراد رسانده شد و به مدت ۱ ساعت همگن‌سازی انجام شد. پس از تکمیل فرآیند همگن‌سازی، ترکیب به‌دست آمده بر روی شیشه به‌صورت لایه نازک پخش شده و داخل خشک‌کن با دمای ۶۰ درجه‌سانتی‌گراد برای مدت زمان ۱۲ ساعت قرار داده شد. پس از خشکایش به‌وسیله آب مقطر، پولک‌های تشکیل‌شده شستشو و فیلتر شدند. در نهایت پولک‌ها به مدت ۲ ساعت در دمای ۹۰۰°C عملیات حرارتی شدند. پس از انجام فرآیند کلسیناسیون ذرات پولکی نانوسیلیس تشکیل شد.

[1] Merck

۲-۴- ساخت اکسی‌کلراید تیتانیم به روش هیدولیز

در این روش از پیش‌ماده تیتانیم تتراکلرید استفاده شد. برای کنترل بخارات شیمیایی این ماده و هیدرولیز مناسب از حمام یخ (سرد) استفاده شد. در این روش به اکسی‌کلرید تیتانیم با غلظت ۲ مولار دست یافته شد. در نهایت با کاهش بخارات شیمیایی و آب‌شدن یخ‌ها و هم‌دماشدن سیستم با دمای آزمایشگاه، برای همگن‌سازی در حمام سرد فراصوت به مدت ۲۰ دقیقه قرار داده شد.

۲-۵- ساخت رنگدانه‌های لوستری بر پایه سیلیس پولکی

برای ساخت رنگدانه لوستری از ذرات نانوسیلیس به‌عنوان پایه رنگدانه با توجه به دو روش گفته‌شده در بندهای ۲-۳ و ۳-۳، استفاده شد. در ساخت این نوع رنگدانه‌ها از روش تیتراسیون برای پوشش‌دهی استفاده شد [۲، ۸، ۹]. در این روش از پیش‌ماده اکسی‌کلرید تیتانیم استفاده شده است. برای ساخت رنگدانه‌های لوستری بر پایه سیلیس پولکی ابتدا حدود ۲ گرم از پولک‌های سیلیس در ۲۰ سی‌سی محلول ۰/۱ مولار اکسی‌کلرید تیتانیم ریخته‌شده و در حمام التراسونیک در دمای آزمایشگاه به مدت ۱۵ دقیقه قرار داده شد. پس از آن از محلول سدیم هیدروکسید با غلظت ۵۰٪ برای رسوب تیتان و پوشش آن بر روی ذرات پولکی سیلیس استفاده شد. واکنش رسوبی تیتراسیون مطابق با رابطه ۱ است. پس از انجام فرآیند، پولک‌ها از آب اضافی و محلول نمکی به وجود آمده جداشده و فیلتر شدند. پس از فیلتراسیون، پولک‌های سیلیس با پوشش تیتان در ۶۰°C به مدت ۱۵ دقیقه خشک شده و سپس در ۶۰۰°C به مدت ۲ ساعت عملیات حرارتی شد.

$$TiOCl_2 + 2NaOH + SiO_2\ Flakes \rightarrow TiO_2/SiO_2\ Flakes + 2NaCl + H_2O \quad (۱)$$

۲-۶- روش‌های شناسایی و اندازه‌گیری خواص

۲-۶-۱- بررسی فازی توسط پراش پرتوی ایکس (XRD)

برای مشخص‌کردن نوع فازهای ایجادشده در سیلیس و رنگدانه‌های لوستری بر پایه سیلیس پولکی پوشش داده شده با اکسید تیتانیم، آزمون پراش پرتوی ایکس (X-Ray Diffraction–PHILIPS PW1730) در محدوده ۲θ، ۱۰ تا ۸۰ درجه با سرعت ۰/۰۵ درجه بر هر ثانیه انجام شد.

۲-۶-۲- آنالیز طیف‌سنجی فروسرخ تبدیل فوریه (FTIR)

برای اطمینان از تشکیل‌شدن پیوندهای مورد نظر در نمونه‌های ساخته‌شده‌ی سیلیس، اکسی‌کلرید تیتانیم، و رنگدانه‌های لوستری بر پایه سیلیس پولکی، تحت آنالیز طیف‌سنجی فروسرخ تبدیل فوریه (Fourier Transform Infrared Radiation Spectrophotometer–Bruker Tensor 27) قرار گرفتند.

۲-۶-۳- بررسی ریزساختار توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM)

رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی ساخته‌شده به روش تیتراسیون، جهت بررسی ریزساختار توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (Field Emission Scanning Electron Microscopy MIRA 3 TESCAN–XMU) مورد تصویربرداری قرار گرفته شد. همچنین اندازه ذرات و ضخامت آن توسط نرم‌افزار Image J مورد بررسی و آنالیز قرار گرفت.

۲-۶-۴- بررسی ترکیب شیمیایی و آنالیز عنصری توسط طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس (EDS)

تجزیه و تحلیل ساختاری و تعیین ترکیب شیمیایی نمونه‌ها در مقیاس‌های کوچک و بررسی ترکیب شیمیایی و آنالیز عنصری در رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی، توسط طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy) مورد آنالیز قرار می‌گیرد که این دستگاه بر روی دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی (Mira3 TESCAN–XMU) است.

۲-۶-۵- بررسی خواص نوری توسط دستگاه شناسایی کمی رنگ‌سنجی (CIELab)

یک روش متداول و استاندارد که برای بررسی و اندازه‌گیری خواص رنگی مواد استفاده می‌شود، سیستم شناسایی کمی رنگ‌سنجی است. در این پژوهش، برای بررسی این نوع خواص نوری رنگدانه‌های لوستری بر پایه سیلیس پولکی، از آزمون CIELab استفاده شده است. نوع دستگاهی که نمونه‌های پوشش داده شده با اکسید تیتانیم با آن اندازه‌گیری شدند، HunterLab MiniScan EZ 4500L است.

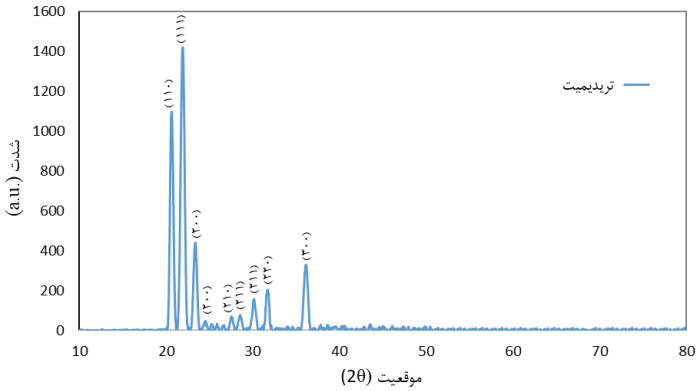
۲-۶-۶- بررسی خواص نورتابی توسط دستگاه طیف‌سنج فلورسنس (PL)

از جمله خواص نوری که رنگدانه‌ها می‌توانند داشته باشند و از آن در صنعت نیز استفاده کرد، خاصیت جذب نور و بازتاب رنگی آن بلافاصله پس از قطع جریان نوری تابانده‌شده به آن است. به همین منظور، برای بررسی خاصیت نورتابی نمونه‌ها نیز از دستگاه PL Hitachi F2700 استفاده شده است.

۳- نتایج و بحث

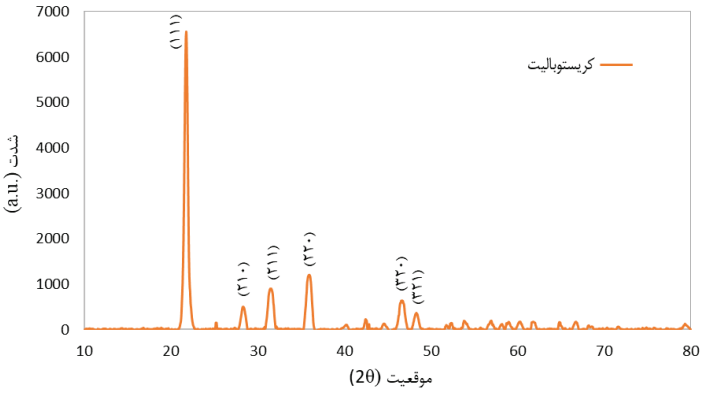
۳-۱-بررسی فازهای تشکیل‌شده

برای بررسی نوع فازهای تشکیل‌شده، آنالیز پراش پرتو X از نمونه‌ها انجام شد. نتایج حاصل از XRD در شکل ۱ مشخص‌شده است. همان‌طور که نتیجه XRD نشان می‌دهد، فاز سیلیس به روش واکنش رسوبی که در فصل قبل توضیح داده شد، به‌صورت تک فاز تریدیمیت، با شماره کارت استاندارد ۵۲۷۰-۹۰۰-۹۶ ساخته شده است و دارای پیک‌های مشخصه در زوایای تعیین شده است [۱۰]. از پیک‌های مشخصه آن می‌توان به سه پیک با صفحه، (۱۱۰)، (۱۱۱) و (۲۰۰) اشاره کرد که به‌صورت واضح، اثباتی برای وجود فاز تریدیمیت در سیلیس ساخته‌شده به روش واکنش رسوبی در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد است.



شکل ۱: آزمون XRD نمونه سیلیس ساخته‌شده به روش واکنش رسوبی

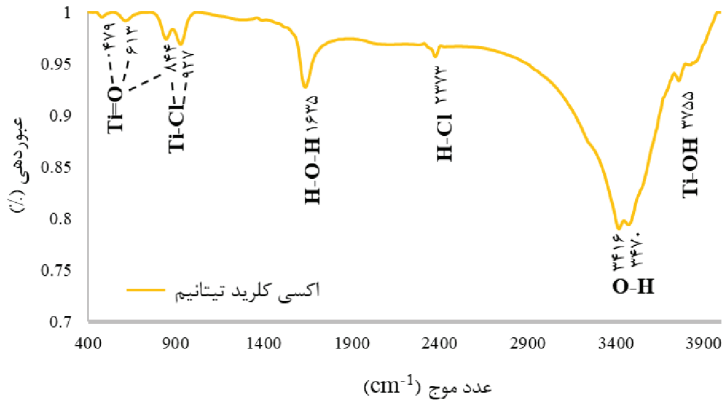
همچنین شکل ۲ نیز نشان می‌دهد که سیلیس بر پایه عامل فعال سطحی به‌صورت تک‌فاز کریستوبالیت، با شماره کارت استاندارد ۸۲۲۸-۹۰۰-۹۶ ساخته شده است و دارای پیک‌های مشخصه در زوایای تعیین شده است [۴، ۶، ۱۱، ۱۲]. در این پژوهش سیلیس با روش بر پایه عامل فعال سطحی در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد به‌صورت تک‌فاز کریستوبالیت به پیک‌های مشخصه با صفحه (۱۱۱)، (۲۱۰)، (۲۱۱)، (۲۲۰)، (۳۲۰) و (۳۲۱) ساخته شده است.



شکل ۲: آزمون XRD نمونه سیلیس ساخته‌شده بر پایه عامل فعال سطحی

۳-۲- نتایج طیف‌سنجی فروسرخ تبدیل فوریه (FTIR)

همان‌طور که در شکل ۳ و جدول ۱ مشخص است، پیک‌های مشخص‌شده در طول موج‌های ۴۷۹، ۶۱۳ و ۸۴۴ بر سانتی‌متر، مربوط به پیوند Ti = O است [۱۳-۱۵]. پیک مشخص‌شده در طول موج‌های ۸۴۴ و ۹۲۷ بر سانتی‌متر، مربوط به پیوند Ti – Cl است. پیک‌های نام‌برده‌شده به وضوح می‌تواند شکل‌گیری ترکیب $TiOCl_2$ را تأیید کند. پیک تقریبا با شدت بیش‌تر در طول موج ۱۶۳۵ بر سانتی‌متر، مربوط به پیوندهای آب، یعنی H – O – H است [۱۶]. همچنین طول موج ۲۳۷۳ نیز مربوط به پیوند H – Cl است. پیک‌های مشخصه محدوده ۲۵۰۰ تا ۳۸۰۰ بر سانتی‌متر، مربوط به پیوند O – H، و گروه‌های هیدروکسیدی است و پراشی که در طول موج ۳۷۵۵ بر سانتی‌متر مشاهده می‌شود، مربوط به پیوند Ti – OH است.



شکل ۳: نتیجه آزمون FTIR اکسی‌کلرید تیتانیم

جدول ۱: طول موج مربوط به جذب هر پیوند در منحنی FTIR اکسی‌کلرید تیتانیم

پیوند	طول موج (Cm^{-1})
Ti=O	۴۷۹، ۶۱۳ و ۸۴۴
Ti-Cl	۸۴۴ و ۹۲۷
H-O-H	۱۶۳۵
H-Cl	۲۳۷۳
O-H	۳۴۱۶ و ۳۴۷۰
Ti-OH	۳۷۵۵

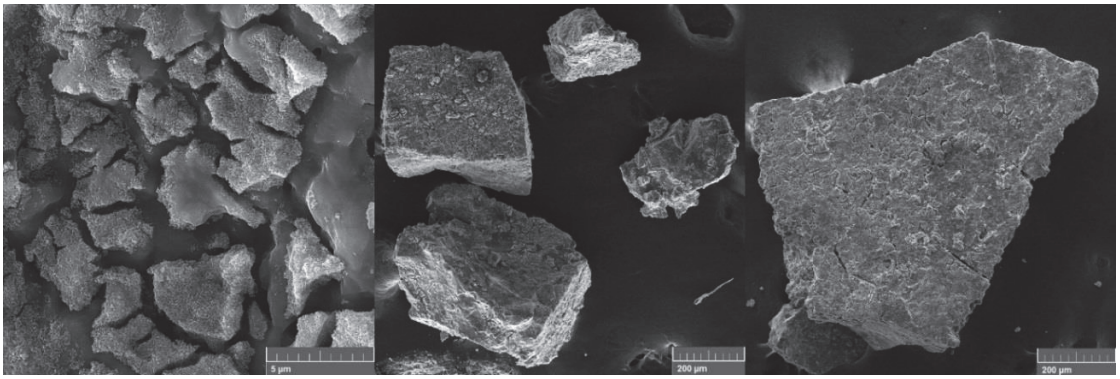
۳-۳- بررسی ریخت‌شناسی توسط تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM)

تصویربرداری از نمونه‌های رنگدانه‌های لوستری بر پایه سیلیس پولکی، به منظور مطالعه و بررسی ریخت ذرات پایه و پوشش، میکروساختار و ضخامت لایه اکسید تیتانیم به‌عنوان پوشش بر روی صفحات پولکی سیلیس، انجام شد. شکل ۴، ذرات پولکی شکل سیلیس ساخته‌شده به روش واکنش رسوبی را به خوبی نشان می‌دهد. تصاویر نشان داده شده در بزرگنمایی‌های متفاوت گرفته شده است.

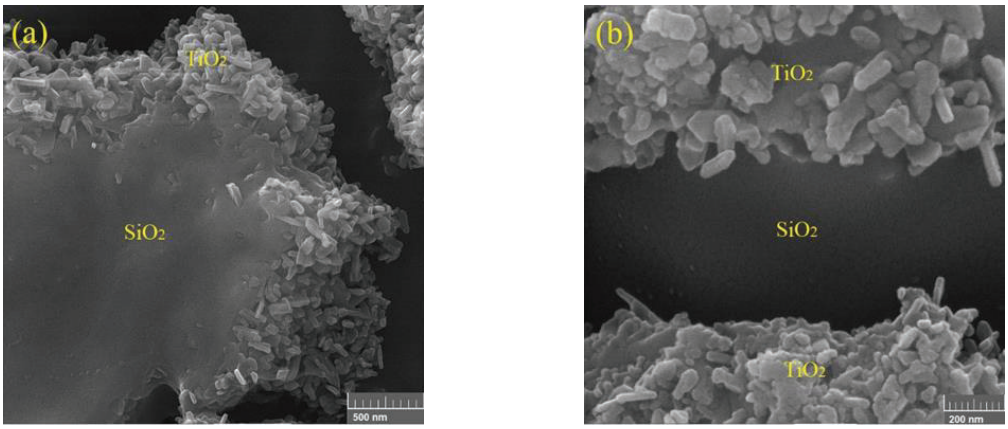
اندازه ذرات سیلیس با توجه به نوع ریخت پولکی آن‌ها، با استفاده از نرم‌افزار Image J بررسی و اندازه‌گیری شد [۱۷، ۱۸]. اندازه این ذرات با میانگین ۱۵۰ تا ۲۰۰ میکرومتر اندازه‌گیری شد. همچنین ضخامتی که این ذرات داشتند، به‌صورت میانگین ۷۲ میکرومتر اندازه‌گیری شد.

ذرات سیلیس پولکی نشان داده شده در شکل ۴، با استفاده از اکسید تیتانیم برای دستیابی به رنگدانه لوستری، پوشش داده شده که این پوشش در تصویر ۵ کاملا مشهود است. اندازه ذرات پولکی که در شکل قبل مورد بررسی قرار گرفتند توسط یک لایه بسیار نازک از اکسید تیتانیم با ضخامت میانگین ۴۳۶ نانومتر پوشش‌دهی شده‌اند. همچنین با توجه به تصویر بالا، مشاهده می‌شود که

ذرات اکسید تیتانیم دارای ریخت پولکی‌شکل هستند، که این نوع شکل سبب خواص پخش نور بالا در این ذرات علاوه‌بر صفحه‌ی پولکی پایه رنگدانه می‌شود [۱۹]. این امر سبب بهبود خواص لوستری رنگدانه نیز می‌شود. در رنگدانه‌های به دست آمده این مسئله نیز مشهود است که ذرات در ابعاد نانومتری دارای ریخت غیرپولکی بوده و پس از تجمیع آن‌ها در یک بستر مناسب به شکل پولکی شکل‌دهی شده‌اند و اندازه ضخامت پس از خشکایش کامل این ذرات با شکل پولکی به دست آمده گزارش شده است.

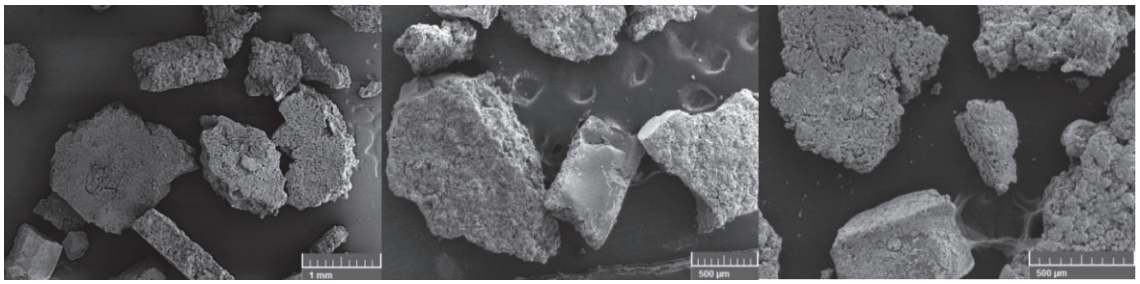


شکل ۴: تصاویر میکروسکوپ الکترونی رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی ساخته‌شده به روش واکنش رسوبی پوشش‌داده شده با اکسید تیتانیم

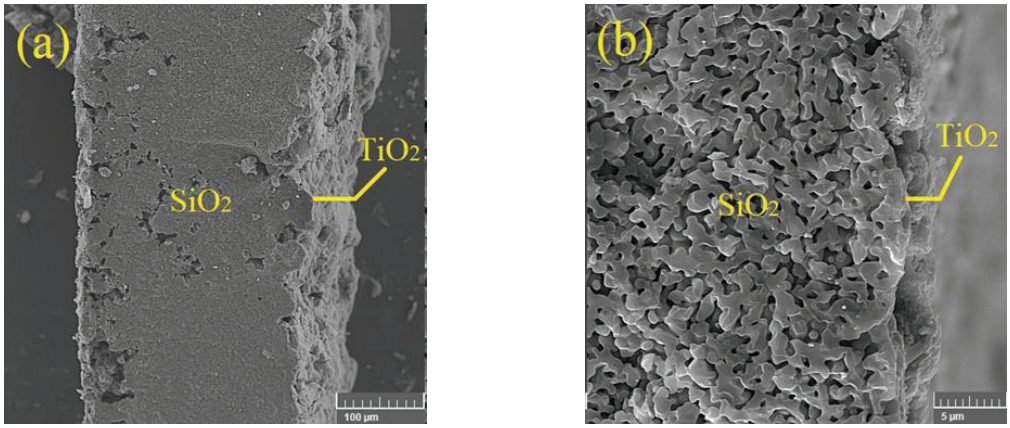


شکل ۵: تصاویر میکروسکوپ الکترونی از ذرات سیلیس پوشش داده‌شده با اکسید تیتانیم

ذرات پولکی سیلیس با توجه به شکل ۶، دارای اندازه متوسط ذرات ۱۵۰ تا ۲۰۰ میکرومتر است. اندازه این ذرات نیز با توجه به روش قبلی ساخت سیلیس، مشابه و هم‌اندازه است. همچنین ضخامت آن به‌صورت میانگین، ۸۰ تا ۱۰۰ میکرومتر اندازه‌گیری شد. اندازه این ذرات در محدوده‌ای از ذرات ریز و درشت با ابعاد گزارش‌شده قرار دارد، لذا جهت استفاده‌های صنعتی نیز می‌توان با تفکیک ذرات از هم به دانه‌بنده مناسب با کاربرد مورد نظر رسید. همچنین این ذرات پس از عملیات حرارتی به شکل نشان داده شده رسیده و پوشش تیتان با پیوندهای محکمی روی ذرات سیلیس قرار گرفته‌اند، بنابراین در این ذرات امکان جداشدن پوشش وجود نخواهد داشت. باتوجه به فاز بلوری متفاوت سیلیس ساخته‌شده بر پایه عامل فعال سطحی و واکنش رسوبی و همچنین نوع پیوستگی این ذرات برای رسیدن به ریخت پولکی‌شکل و شرایط ساخت و پوشش‌دهی آن به دلیل نرمی ذرات پولکی در این روش، لایه نازک پوشش داده شده از اکسید تیتانیم بر روی سیلیس پولکی دارای ضخامت کم‌تری نسبت به سیلیس پولکی ساخته‌شده به روش واکنش رسوبی است. باتوجه به تصویر ۷ اندازه ضخامت اکسید تیتانیم به‌طور متوسط ۲۰۰ نانومتر است. همچنین ضخامت تشکیل‌شده بر روی پایه مشاهده می‌شود که در تمامی مقاطع دارای یکنواختی است. این امر سبب می‌شود تا بازتاب‌های رنگی در طیف مشخصی از نور مرئی به‌صورت یکنواخت منعکس شود.



شکل ۶: تصاویر میکروسکوپ الکترونی رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی ساخته‌شده بر پایه عامل فعال سطحی پوشش داده‌شده با اکسید تیتانیم

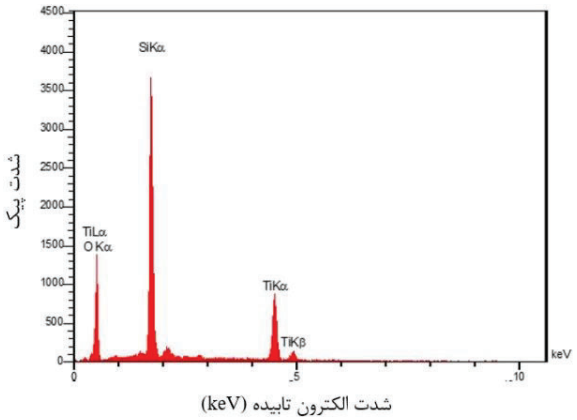


شکل ۷: تصاویر میکروسکوپ الکترونی از ذرات سیلیس پوشش داده‌شده با اکسید تیتانیم

در پژوهش حاضر به ریخت پولکی از دی‌اکسید تیتانیم به‌عنوان پوشش پایه سیلیس دست‌یافته شد. همان‌طور که در تصاویر به دست آمده نیز مشاهده می‌شود، پوشش پولکی‌شکل به‌صورت یکنواخت با ضخامت نانومتری و قابل کنترل بر روی سطح سیلیس وجود دارد. از جمله تاثیراتی که این ریخت بر خواص نوری دارد، بازتاب نوری بالا با توجه به ضخامت کم و همچنین رنگ سفیدی آن است که در پژوهش‌های پیشین به آن پرداخته نشده است. نتایج حاصل از رنگ‌سنجی در ادامه تحقیق بررسی شده است.

۳-۴- بررسی ترکیب شیمیایی و آنالیز عنصری توسط طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس (EDS)

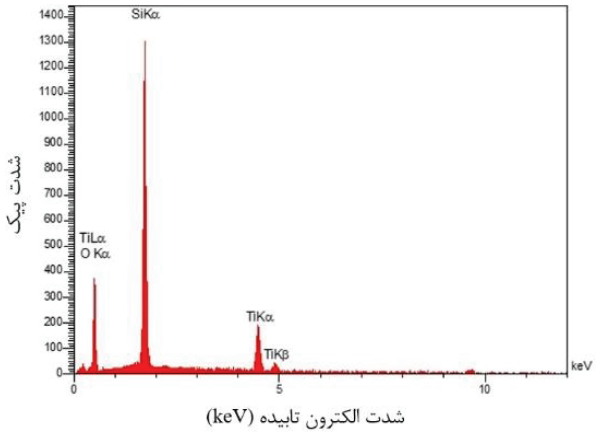
تصویر ۸، پیک‌های دو عنصر O و Si با شدت‌های مشخص، در ترکیب سیلیس است، که علاوه‌بر آن پیک پوشش اکسید تیتانیم نیز حضور دارد [۲۰، ۲۱].



شکل ۸: الگوی EDS رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی ساخته‌شده به روش واکنش رسوبی

شدت پیک عنصر اکسیژن با حضور فاز روتایل از اکسید تیتانیم به دلیل حضور اکسیژن مضاعف از پیوند TiO_2 بیش‌تر شده است. این افزایش ناشی از ترکیب اکسید تیتانیم سبب افزایش غلظت در عنصر O است. همچنین پیک عنصر Ti نیز در الگوی پراش بعد از پیک‌های مشخص ذکرشده، وجود دارد [۲۲، ۲۳].

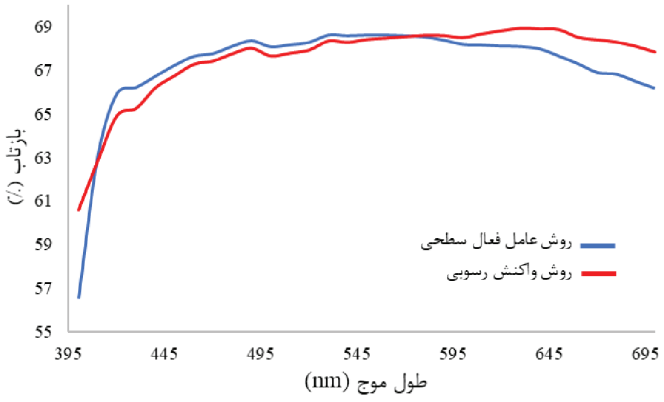
تصویر ۹، پیک‌های دو عنصر O و Si با شدت‌های مشخص، در ترکیب سیلیس است، که علاوه‌بر آن پیک پوشش اکسید تیتانیم نیز حضور دارد [۲۰، ۲۱]. شدت پیک عنصر اکسیژن با حضور فاز روتایل از اکسید تیتانیم به دلیل حضور اکسیژن مضاعف از پیوند TiO_2 بیش‌تر شده است. این افزایش ناشی از ترکیب اکسید تیتانیم سبب افزایش غلظت در عنصر O است. همچنین پیک عنصر Ti نیز در الگوی پراش بعد از پیک‌های مشخص ذکرشده، وجود دارد [۲۲، ۲۳].



شکل ۹: الگوی EDS رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی ساخته‌شده بر پایه عامل فعال سطحی

۳-۵- بررسی خواص نوری توسط دستگاه شناسایی کمّی رنگ‌سنجی (CIELab)

برای بررسی پارامترهای رنگی نمونه‌ها، از آزمون CIELab استفاده شد. در این روش با توجه به نمودارهای بازتابی مواد می‌توان مقدار دقیق رنگ حاصل را مشاهده کرد. با توجه به شکل ۱۰، می‌توان مقدار درصد نور بازتاب‌شده از رنگدانه‌های لوستری که بر پایه پولک‌های سیلیس به دوروش ساخته‌شده را مشاهده کرد. در تصویر بالا رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی ساخته‌شده بر پایه عامل فعال سطحی رفتار تقریبا مشابهی را با رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی ساخته‌شده به روش واکنش رسوبی دارد [۲۴]. رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی ساخته‌شده به روش واکنش رسوبی بازتاب رنگی بیش‌تری در محدوده بیش از حدودا ۵۸۰ نانومتر از خود نشان می‌دهد. این بازتاب در طول موج مشخص رنگ‌های زرد، نارنجی و قرمز است. این انحراف و بازتاب متفاوت رنگی سبب اختلاف در رنگ مشخص کلی نمونه‌ها است.



شکل ۱۰: الگوی بازتابی رنگ‌سنجی رنگدانه‌های لوستری بر پایه سیلیس پولکی

بازتاب نوری تا ۶۷٪ مقداری است که نسبت به دستاوردهای محققین دیگر در ساخت رنگدانه‌های لوستری، نتیجه‌ی قابل قبولی است. الگوی بازتابی رنگدانه‌های لوستری توسط ماهوویچ و همکارانش [۲۵] نتیجه‌ی مشابهی را نسبت به این پژوهش نشان می‌دهد، با این تفاوت که در ساخت رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس با پوشش اکسید تیتانیم، از افزودنی‌هایی برای افزایش بازتاب نوری و همچنین بهبود خواص نورتابی استفاده کردند.

میزان نور بازتابی آن‌ها از طول موج ۵۸۰ نانومتر تا ۷۰۰ نانومتر تغییر یافته است. افزایش میزان بازتاب نور در رنگدانه لوستری به روش واکنش رسوبی، به دلیل پایه سیلیس با فاز تریدیمیت است که علاوه‌بر آن پوشش ضخیم‌تر اکسید تیتانیم نسبت به رنگدانه دیگر بر روی آن نیز از دیگر علت این موضوع است [۲۶]. با توجه به پوشش اکسید تیتانیم که در هر دو نوع رنگدانه با فاز روتایل دیده شد، نتایج بالا نشان می‌دهد که رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی بر پایه عامل فعال سطحی، به دلیل حضور فاز کریستوبالیت سازگاری بیش‌تری با فاز روتایل از اکسید تیتانیم دارد.

مطابق جدول ۲، از دیگر شواهد این موضوع که مولفه‌های رنگ‌سنجی CIELab آن را بیان می‌کنند، مقدار انحراف ته‌رنگی است که رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی بر پایه عامل فعال سطحی از سفیدی دارد [۷]. با توجه به روابط ۲ و ۳، رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی ساخته‌شده به روش واکنش رسوبی (CSL)، هیچ انحراف رنگی و ته‌رنگ مجزایی جز سفیدی ندارد. برخلاف آن، رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی ساخته‌شده بر پایه عامل فعال سطحی (CSH) دارای ردی از ته‌رنگ آبی–سبز است. تمایل رنگی CSL، با منفی بودن پارامتر a، به سمت سبز بیش‌تر و همچنین مقدار بیش‌تر آن نسبت به پارامتر a در رنگدانه CSH، می‌تواند ته‌رنگ سبز داشته باشد، اما تمایل رنگی بیش‌تر پارامتر b آن سبب شده است تا مقدار ته‌رنگ (Tint) آن منفی و در بازه ۰/۴۹ >T >۰/۵– قرار گیرد. دلیل عدم تمایل به ته‌رنگی خاص و سفیدی مطلق در این رنگدانه نیز همین موضوع است. برخلاف آن رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی ساخته‌شده بر پایه عامل فعال سطحی دارای ته‌رنگ در بازه ۱/۴۹ >T >۰/۵ است که سبب ته‌رنگ آبی–سبز می‌شود.

جدول ۲: مولفه‌های CIELab رنگدانه‌های لوستری بر پایه سیلیس پولکی

Pigment	L*	a*	b*	C*	h	X	Y	Z	x	y	WI CIE [D65/10]	Tint CIE [D65/10]
CSH	۸۶/۱۶	-۰/۶۷	۱/۱۲	۱/۳۱	۱۲۰/۶۹	۶۴/۴۶	۶۸/۳	۷۱/۹	۰/۳۱۵	۰/۳۳۳۷	۶۲/۷۴	۰/۷۴
CSL	۸۶/۱۲	-۰/۲۶	۱/۴۹	۱/۵۲	۹۹/۹۵	۶۴/۵۸	۶۸/۲۳	۷۱/۳۷	۰/۳۱۶۳	۰/۳۳۴۲	۶۰/۸۶	-۰/۱۴

برای نمونه‌های استاندارد CIE، دستگاه رنگ‌سنجی پارامتر دیگری به نام سفیدی[۱] (W_{CIE}) تعریف می‌کند [۷]. روابط سفیدی با توجه به اهمیت سفیدی اجسام در صنعت و عدم اکتفا به تنها پارامتر ته‌رنگ، به شرح زیر است:

$$W_{CIE}= Y + ۸۰۰(x_0-x) + ۱۷۰۰(y_0-y) \quad (۲)$$

x_0 و y_0 پارامترهای مربوط به نمونه مرجع و x و y مربوط به نمونه‌های قابل اندازه‌گیری هستند. به همین ترتیب برای ته‌رنگ نیز رابطه جدید زیر قابل تعریف است:

$$T_{CIE}= Y + ۹۰۰ (x_0-x) + ۶۵۰ (y_0-y) \quad (۳)$$

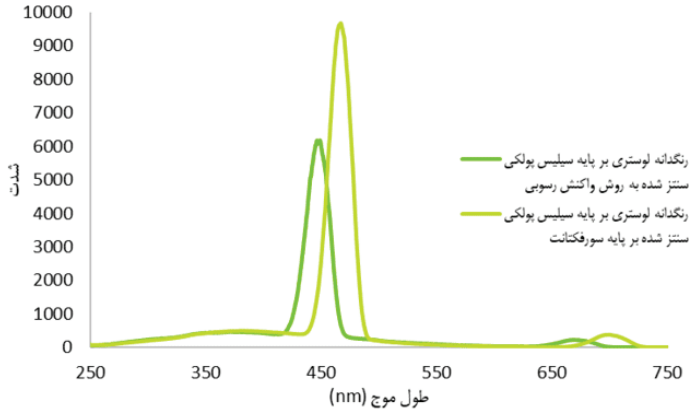
۳–۶– بررسی خواص نورتابی توسط دستگاه طیف‌سنج فلورسنس (PL)

برای بررسی خواص فتولومینوسنس نمونه‌های ساخته‌شده از دستگاه اسکتروفتومتر فلورسنس (PL) استفاده شد. در این دستگاه نور تابیده‌شده به نمونه سبب برانگیختگی الکترون‌های ماده شده که بعد از قطع نور، می‌توان خاصیت فلئورسنس یا فسفرسنس را در آن در صورت قابلیت مواد یه این خاصیت، مشاهده کرد.

باتوجه به شکل ۱۱، مشاهده می‌شود که خاصیت فلورسنس رنگدانه‌های حاصل با نور تابانده‌شده در طول موج حدودا ۲۵۰ نانومتر فعال می‌شوند. با قطع این جریان تابیده‌شده، مشاهده می‌شود که در طول موج ۴۴۵ نانومتر، رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی

[۱] Whiteness

ساخته‌شده به روش واکنش رسوبی از خود خاصیت فلورسنس نشان داده است [۲۸، ۲۹]. دلیل این امر این است که ذرات اکسید تیتانیوم در دمای نهایی عملیات حرارتی انجام‌شده برای دستیابی به رنگدانه لوستری به‌عنوان یک پوشش، با فاز روتایل بر روی سطح ذرات سیلیس تشکیل فاز داده و باعث می‌شود تا شعاع یون‌های تیتانیم به ۰/۶۸ آنگستروم برسد، درحالی که شعاع یون Si^{4+} نیز به ۰/۴۱ آنگستروم می‌رسد.



شکل ۱۱: الگوی نتایج آزمون طیف‌سنج فلورسنس

اندازه بزرگ‌تر یون تیتانیم سبب بی‌نظمی اندکی در شبکه SiO_2-TiO_2 و همچنین سطح پیوندهای آن می‌شود. به همین علت ممکن است سطوح انرژی در زیر ۳ eV در شبکه نامنظم SiO_2-TiO_2 شود. (پهنای باند در TiO_2، ۳/۰۳ eV و در SiO_2، ۱۰/۵ eV است.) به همین ترتیب باتوجه به شکل و سطوح انرژی مواد، رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی ساخته‌شده بر پایه عامل فعال سطحی نیز در طول موج ۴۶۸ نانومتر، دارای ترکیب الکترون و حفره و در نتیجه خاصیت نورتابی است. همچنین محدوده اثر در طول موج رنگ آبی قرار دارد که این امر ناشی از انتقال بار بین اتم‌های سیلیس و اکسیژن است [۳۱]. شدت این خاصیت همان‌گونه که از شکل بالا نیز واضح است، در رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی ساخته‌شده بر پایه عامل فعال سطحی بیش‌تر است. علت این موضوع می‌تواند پوشش نازک‌تر و یکنواخت‌تر اکسید تیتانیم بر روی سیلیس بوده و همچنین نشان می‌دهد که سازگاری فاز روتایل از پوشش اکسید تیتانیم با فاز کریستوبالیت از سیلیس نسبتا بیش‌تر از رنگدانه‌ی دیگری با فاز متفاوت از سیلیس است [۲۶].

۴- خلاصه و نتیجه‌گیری

نتایج نشان می‌دهد که:

- رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی ساخته‌شده به روش واکنش رسوبی، اندازه ذرات پایه سیلیس تشکیل‌شده ۱۵۰ تا ۲۰۰ میکرومتر با اندازه ضخامت ۷۲ میکرومتر است. ضخامت پوشش اکسید تیتانیم تشکیل‌شده بر روی پایه سیلیس ۴۳۶ نانومتر است. علت این امر انتخاب pH مناسب برای ساخت اکسید تیتانیم و همچنین زمان هم‌خوردن این مواد در محلول حاوی پایه‌های پولکی سیلیس است، که سبب لایه‌نشانی نازک از اکسید تیتانیم بر روی پایه رنگدانه شده است.
- رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی ساخته‌شده بر پایه عامل فعال سطحی، اندازه ذرات پایه سیلیس تشکیل‌شده ۱۵۰ تا ۲۰۰ میکرومتر و اندازه ضخامت این ذرات نیز ۸۰ تا ۱۰۰ میکرومتر است. همچنین اندازه ضخامت پوشش اکسید تیتانیم تشکیل‌شده بر روی پایه سیلیس نیز ۲۰۰ نانومتر است. پوشش نازک‌تر این نوع نسبت به نوع قبلی به دلیل فاز متفاوت پایه سیلیس (کریستوبالیت) است که با توجه به زمان و pH یکسان در روش قبل، سبب تشکیل پیوند سیلیس با اکسید تیتانیم شده است.
- انحراف رنگی در رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی ساخته‌شده بر پایه عامل فعال سطحی وجود دارد. این انحراف نسبی ته‌رنگ سبب کمی رنگ سبز-آبی در آن شده است که نسبت به رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی ساخته‌شده به روش واکنش رسوبی، از سفیدی مطلق فاصله دارد. در حالی که رنگدانه مقابل از سفیدی مطلق فاصله‌ی چندانی ندارد. علت این امر

پوشش نازک‌تر اکسید تیتانیم بر روی پایه سیلیس دارای فاز کریستوبالیت با توجه به نتایج حاصل از آزمون EDS و در نتیجه غلظت پایین‌تر آن است.

- رنگدانه‌های ساخته‌شده با هر دو روش متفاوت در ساخت پایه سیلیس آن‌ها، دارای خاصیت فتولومینسنس هستند. شدت این اثر در رنگدانه لوستری بر پایه سیلیس پولکی ساخته‌شده بر پایه عامل فعال سطحی، نسبت به رنگدانه دیگر بیش‌تر است. علت این امر باتوجه به پایه و ضخامت و همچنین روش متفاوت در ساخت پایه این نوع رنگدانه است. شدت خاصیت نورتابی با افزایش دمای عملیات حرارتی نهایی ساخت رنگدانه، در بازه ۵۵۰ تا ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد، افزایش می‌یابد. علت این امر تشکیل دانه‌های اکسید تیتانیم در فاز روتایل و همچنین تشکیل ذرات ریزدانه در دمای مناسب است. عملیات حرارتی در دمای بیش‌تر سبب افزایش اندازه ذرات شده و در نتیجه سبب کاهش خاصیت نورتابی می‌شود.

مراجع

[1]. Pfaff G., Special effect pigments, Physical Sciences Reviews, 2021.
[2]. Buxbaum G., Industrial inorganic pigments, 2008: John Wiley & Sons.
[3]. Pfaff G., Special effect pigments, High performance pigments, 2009: p. 75-101.
[4]. Joni I., L. Nulhakim, M. Vanitha, C. Panatarani, Characteristics of crystalline silica (SiO_2) particles prepared by simple solution method using sodium silicate (Na_2SiO_3) precursor, in Journal of Physics: Conference Series, 2018, IOP Publishing.
[5]. Sadeghi M., M. Dorodian and M. Rezaei, Synthesis and characteristic of precipitated nano-silica, Journal of Advances in Chemistry, 2013, 6(1): p. 917-922.
[6]. Abou Rida M. and F. Harb, Synthesis and characterization of amorphous silica nanoparitcles from aqueous silicates uisng cationic surfactants, Journal of Metals, Materials and Minerals, 2014. 24(1).
[7]. Vik M., Colorimetry in textile industry, 2017: VÚTS Publshing.
[8]. Teaney S., G. Pfaff, and K. Nitta, New effect pigments using innovative substrates, European coatings journal, 1999, (4): p. 90-96.
[9]. Pfaff G., 8. Effect pigments in Inorganic Pigments, 2017, De Gruyter: p. 205-245.
[10]. Flörke O., and K. Langer, Hydrothermal recrystallization and transformation of tridymite, Contributions to mineralogy and petrology, 1972. 36(3): p. 221-230.
[11]. Nabil M., KR. Mahmoud, A. El-Shaer, HA. Nayber, Preparation of crystalline silica (quartz, cristobalite, and tridymite) and amorphous silica powder (one step), Journal of Physics and Chemistry of Solids, 2018, 121: p. 22-26.
[12]. Flörke O.W., HA. Graetsch, F. Brunk, L. Benda, S. Paschen, HE. Bergna, W.O. Roberts, W.A. Welsh, Silica, Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 2000.
[13]. Corobea M., M. Stoenescu, M. Miculescu, V. Raditoiu, R.C. Fierascu, I. Sirbu, Z. Vuluga, Titanium functionalizing and derivatizing for implantable materials osseointegration properties enhancing, Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures, 2014, 9(4): p. 1339-1347.
[14]. Al-Amin, M., S.C. Dey, T.U. Rashid, M. Ashaduzzaman, S.M. Shamsuddin, Solar assisted photocatalytic degradation of reactive azo dyes in presence of anatase titanium dioxide, Int. J. Latest Res, Eng. Technol, 2016, 2(3): p. 14-21.
[15]. Tsekhovol'skaia D., T.A. Zavaritskaia, G.S. Denisov, The application of infra-red spectroscopy to the analysis of titanium tetrachloride, Spectrochimica Acta, 1960, 16(5): p. 547-550.
[16]. Lim D., S.D. Kim, H. Kong, D. Nam, S.E. Shim, S.H. Baeck, Facile Analytical Methods to Determine the Purity of Titanium Tetrachloride, International Journal of Analytical Chemistry, 2018.
[17]. Collins T.J., ImageJ for microscopy, Biotechniques, 2007, 43(S1): p. S25-S30.
[18]. Abràmoff M.D., P.J. Magalhães, and S.J. Ram, Image processing with ImageJ, Biophotonics international, 2004, 11(7): p. 36-42.
[19]. Gershenkop A.S., L.G. Gerasimova, M.S. Khokhulya, N.M. Zhdanova, R.F. Okhrimenko, Preparation of flaky pearly pigments, Inorganic materials, 2001, 37(5): p. 531-534.
[20]. Hilonga A., J.K. Kim, P.B. Sarawade, D.V. Quang, G.N. Shao, G. Elineema, H.T. Kim, Two-step rapid synthesis of mesoporous silica for green tire, Korean Journal of Chemical Engineering, 2012, 29(11): p. 1643-1646.
[21]. Liu F., W. Yang, Y. Wang, X. Xue, H. Yang, Photochemical synthesis of silica nanoparticles, Chemistry Letters, 2014, 43(5): p. 720-722.
[22]. Rokosz K., T. Hryniewicz, A. Schütz, J. Heeg, M. Wienecke, Energy-dispersive X-ray spectroscopy mapping of porous coatings obtained on titanium by plasma electrolytic oxidation in a solution containing concentrated phosphoric acid with copper nitrate, Advances in Materials Science, 2016, 16(3): p. 15.
[23]. Hu Y.-C., C.-L. Dai, and C.-C. Hsu, Titanium dioxide nanoparticle humidity microsensors integrated with circuitry on-a-chip, Sensors, 2014, 14(3): p. 4177-4188.
[24]. Nayak A., K. Parui, S. Sharma, S. Ratha, Study and Analysis of Atomic Spectra, 2020.
[25]. Mahović Poljaček S., T. Tomašegović, M. Leskovšek, U. Stanković Elesini, Effect of SiO_2 and TiO_2

Nanoparticles on the Performance of UV Visible Fluorescent Coatings, Coatings, 2021, 11(8): p. 928.
[26]. Christidis G., O.B. Fabrichnaya, S.M. Koepfli, E. Poloni, J. Winiger, Y.M. Fedoryshyn, A.V. Gusarov, Photonic response and temperature evolution of SiO_2/TiO_2 multilayers, Journal of Materials Science, 2021, 56(33): p. 18440-18452.
[27]. Schanda J., Colorimetry: understanding the CIE system, 2007, John Wiley & Sons.
[28]. van Driel B., A. Artesani, K.J. van den Berg, J. Dik, S. Mosca, B. Rossenaar, J. Hoekstra, A. Davies, New insights into the complex photoluminescence behaviour of titanium white pigments, Dyes and Pigments, 2018, 155: p. 14-22.
[29]. Gonzalez V., D. Gourier and T. Calligaro, Revealing the origin and history of lead-white pigments by their photoluminescence properties, Analytical Chemistry, 2017, 89(5): p. 2909-2918.
[30]. Song C.F., M.K. Lü, P. Yang, D. Xu and D.R. Yuan, Structure and photoluminescence properties of sol–gel TiO_2–SiO_2 films, Thin Solid Films, 2002, 413(1-2): p. 155-159.
[31]. RJ M.G., V. Vidyadharan, S.M. Simon and A.C. Saritha, Investigations on the blue luminescence enhancement of organically modified SiO_2-TiO_2-PDMS glass matrix, Nano-Structures & Nano-Objects, 2019, 20: p. 100377.

Synthesis of Titania Luster Pigments based on Tridymite and Crystobalite Flakes

Mohammadmehdi Kord[1], Saeid Baghshahi[2]*, Arman Sedghi[3]

[1] Master of Ceramic Materials Engineering, Imam Khomeini International University, Qazvin, Iran
[2] Professor of Materials Engineering, Imam Khomeini International University, Qazvin, Iran
[3] Associate Professor of Materials Engineering, Imam Khomeini International University, Qazvin, Iran

* baghshahi@eng.ikiu.ac.ir

Abstract: Luster pigments are a kind of special pigments, a group of which consists of a base and a shell. To make flaky silica from two cost-effective methods; Precipitation method and surfactant method were used. The resulting silica was crystallized in the form of tridymite in the precipitation method and in the form of cristobalite in the surfactant method. To apply the coating on the silica bases, titanium oxide was used. Also to silica particles; It was obtained with a size of 150 to 200 micrometers and a thickness of 80 to 100 micrometers. According to the obtained colorimetric values (L*= 86.23, a*= 0.58 and b*= 1.32), the pigment based on cristobalite phase has a blue-green undertone, in contrast to the pigment based on tridymite phase (L*= 86/12, a*= 0.28 and b*= 1.6) is white. Also, the luster pigment based on silica with cristobalite phase has photoluminescence properties with an intensity of 9618 units at a wavelength of 468 nm, and a luster pigment based on tridymite has a photoluminescence property with an intensity of 6175 units at a wavelength of 449 nm.

Keywords: Luster Pigments, Silica, Flake, Titanium Dioxide, Tridymite, Cristobalite.