



## بررسی عوامل مؤثر بر ساخت لعاب زرین فام با تکیه بر دما و ضخامت لایه مینایی

مهناز محمدزاده میانجی<sup>۱\*</sup>، حسین قصابی<sup>۲</sup>

۱- مربی، دانشکده هنر، دانشگاه الزهراء<sup>(س)</sup>، تهران، ایران، صندوق پستی: ۱۹۹۳۵-۶۵۶

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

تاریخ دریافت: ۸۹/۲/۱۳ تاریخ پذیرش: ۸۹/۶/۶ در دسترس به صورت الکترونیکی از: ۱۳۹۰/۳/۲۰

### چکیده

ساخت لعاب‌های زرین فام در ایران از قرن چهارده میلادی به بوته فراموشی سپرده شده است ولی عده کثیری از هنرمندان معاصر علاقمند به احیای این هنر می‌باشند. در این پژوهش توجه خاص به عوامل مؤثر بر ساخت لعاب زرین فام شده است. نتایج نشان می‌دهد که ترکیب، دما، شدت و گستره زمان احیاء و ضخامت لایه خام اعمالی از مؤثرترین عوامل در تشکیل پدیده زرین فام می‌باشند. سنجش دمایی تجزیه مواد اولیه به کمک DTA/TG محدوده مناسب دمایی ۵۰۰-۶۰۰ درجه سانتی‌گراد را برای پخت لایه زرین فام تأیید می‌کند. در این تحقیق از لعاب کاشی صنعتی به عنوان پایه و از چوب گردو برای ایجاد احیا هنگام پخت استفاده شد. تحقیقات نشان داد که برای رسیدن به لایه زرین فام پخته مطلوب ضخامت لایه خام نقش مهمی را ایفا می‌کند که بسته به نوع و ترکیب مینا متغیر است. تشخیص داده شد که از بین میناهای  $M_1$ ،  $M_2$  و  $M_3$  بررسی شده،  $M_1$  و  $M_2$  مناسب‌ترند و توسط آن‌ها زرین فام طلایی قزح‌سان و زرین فام طلایی یک دست حاصل می‌شود.

واژه‌های کلیدی: لعاب احیایی، مینا، زرین فام.

## Preparation of Zarrin Faam Glaze (luster Glaze) and Study of Effective Factors on Creation of Enamel Layer with Emphasize on Influence of Temperature and Thickness

M. Mohammadzadeh Mianji<sup>\*1</sup>, H. Ghassai<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Faculty of Art, Alzahra University, P.O. Box: 19935-656, Tehran, Iran.

<sup>2</sup> School of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology, P.O.Box: 16765-163, Tehran, Iran

### Abstract

Produce of Persian luster ware is doing inactive since about 14. century. Many of contemporary ceramists are interested to alive the forgotten fantastic and beautiful Iranian art. This research studies different factors, which have influence of successful processing luster enamel such as temperature, thickness of unburned layer and intensity and term of reduction. The differential thermal analyses (DTA) and thermo gravimetry (TG) diagrams of raw materials shows that the best range of reduction temperature should be 500-600°C. Industrial opaque glaze is a suitable basic glaze for luster enamel and wood of walnut can be a helpful reduction agent to produce an acceptable luster enamel. Thickness of unfired luster layer was a important factor to realize the effect and shining of luster by different enamel composition. Between three composition ( $M_1$ ,  $M_2$  and  $M_3$ ) the best results belong to  $M_1$  and  $M_2$ , which could create golden and iridescent luster. J. Color Sci. Tech. 5(2011), 35-42 © Institute for Color Science and Technology.

**Keywords:** Reduction glaze, Enamel, Zarrin faam.

## ۱- مقدمه

در بین روش‌های تزئین لعاب، پدیده زرین‌فام به واسطه درخشندگی و انعکاس رنگین کمانی تحسین همگان را برانگیخته و ذهن محققین را به تفحص در علل بروز چنین پدیده‌ای معطوف داشته است.

میناهای زرین فام که معروف به لعاب‌های زرین‌فام می‌باشند و تاریخچه تقریباً هزار ساله دارند در قرون هفتم و هشتم هجری تحت عنوان «دوآتشه» و یا «لیقه» در ایران رونق گرفتند. در دستورالعمل مکتوب ابوالقاسم کاشانی به تکنیک ساخت زرین فام در قرن هفتم هجری قمری پرداخته شده است [۱]. نویسنده که از خانواده ابوطاهر است و حداقل چهار نسل در تولید کاشی‌های پوشیده شده با لعاب زرین‌فام در کاشان فعال بودند، مشاهدات خود را در کتاب "عرایس الجواهر و نفایس الاطایب" جمع‌آوری نموده است. اخیراً تحقیقات حائز اهمیتی در زمینه ساخت لعاب‌های احیایی رو لعابی (زرین‌فام مینایی) و درون لعابی صورت گرفته است [۲-۴]. محققین امروزه پژوهش خود را معطوف به علت بروز پدیده زرین‌فام در نمونه‌های باستانی نموده‌اند که در سطح لعاب در اثر حضور فلزاتی چون نقره، بیسموت و... در اندازه نانو ظهور می‌کند [۵-۱۱].

لایه‌های مینایی زرین‌فام باستانی اکثراً روی لعاب‌های سربی پشت پوش<sup>۱</sup> شده با اکسید قلع اعمال شده‌اند. بدیهی است به دلیل عدم حضور عوامل احیاء کننده در ترکیب میناهای زرین فام باید برای ترکیبات فلزی موجود در ترکیب آتمسفر کوره هنگام پخت احیایی باشد. حضور اتصالات ضعیف در شبکه لعاب‌ها مفید است زیرا در هنگام احیاء به اتم‌ها و یون‌های فلزی حاصل از تجزیه نمک‌های فلزات اجازه ورود به شبکه را می‌دهند که پدیده زرین‌فام مینایی را تقویت می‌کند. در تضعیف شبکه عمدتاً اکسیدهای گدازآور نظیر سدیم، پتاسیم، لیتیم، سرب و به صورت محدود اکسید بور نقش دارند [۲].

در گذشته تصور می‌شد که حضور نانو ذرات فلزی و یون نقره در شبکه شیشه‌ای لعاب باعث ظهور رنگ طلایی در لایه زرین فام می‌شوند و در صورتی که نانو ذرات فلزی و یون مس در شبکه موجود باشند رنگ حاصل قرمز می‌شود. مطالعات روی زرین فام‌های متعلق به قرن ۴ و ۷ هجری قمری (۱۰ و ۱۳ میلادی) با XRF و SEM-EDS نشان داد که ظهور رنگ به حضور فلز خاصی ارتباط ندارد و در زرین فام‌های طلایی و قرمز ۱ تا ۳ درصد وزنی نقره و مس در جوار یکدیگر حضور دارند [۳].

اصولاً میناهای زرین فام در حضور نمک‌های فلزی به همراه رس‌های حاوی اکسید آهن و یا سایر ترکیبات آن (اخرا) به وجود

می‌آیند. برای تهیه این نوع میناها معمولاً نمک فلز با نسبت وزنی ۱ به ۳ با اخرا یا رس‌های غنی به اکسید آهن با مایع مناسب مخلوط شده و سپس روی لعاب اعمال می‌شوند [۱۲].

برای ظهور پدیده زرین‌فام، سولفید، نیترات و کلرید فلزات به دلیل دمای تجزیه مناسب برای احیاء آمادگی بیشتری را دارند و در اولویت قرار دارند. بر عکس اکسید و کربنات فلزات در محیط احیایی مناسب نمی‌باشند. تجربه نشان می‌دهد که سولفید فلزات بهترین نتایج را در بر دارند. احیای ترکیبات فلزی به تنهایی و بدون حضور رس‌های حاوی اکسید یا ترکیبات آهن (اخرا) به آسانی انجام نمی‌شود. حضور یک بستر رسی تأثیرات مفیدی را در بروز پدیده زرین‌فام دارد که از بین آن‌ها می‌توان به نقش رس در توزیع خوب ترکیبات فلزی اشاره کرد زیرا به این ترتیب آن‌ها نسبت به تأثیر احیاء حساس‌تر می‌شوند. بستر رسی همچنین در مراحل اولیه پخت از حل شدن ترکیبات فلزی در بخار آب موجود در اتمسفر کوره جلوگیری می‌نماید. اکسید آهن سه ظرفیتی موجود در اخرا که در اتمسفر احیایی به اکسید آهن دو ظرفیتی تبدیل می‌شود تله‌ای است برای به دام انداختن اکسیژن و از رسیدن آن به لایه مینایی زرین‌فام پخته در حین سرد شدن جلوگیری می‌نماید. حضور ترکیبات بیسموت، جیوه، آنتیموان، کلسیم و روی نقش کمک ذوب را در لایه خام اخرای ایفا نموده و باعث می‌شوند که واکنش بین لایه زرین‌فام مینایی و لعاب در دمای کمتر صورت گیرد [۱۳].

در این پژوهش هدف احیا و ساخت لعاب زرین فام که ساخت آن زمانی در ایران پر رونق بوده و تکنیک آن به حد کمال رسیده و به مرور زمان به بوتله فراموشی سپرده شده است، می‌باشد. دسترسی به فرمولاسیون مناسب هدفی است که در این تحقیق دنبال شده و همزمان به بررسی دلیل ناکامی سایر محققین در رسیدن به پدیده زرین‌فام نیز پرداخته شده است. نتیجه‌ها نشان می‌دهد که توجه به دو عامل مهم دمای پخت و ضخامت لایه زرین فام خام قبل از پخت حائز اهمیت است.

## ۲- بخش تجربی

### ۲-۱- مواد

نیترات‌های مورد استفاده در این پژوهش از نوع آزمایشگاهی و سایر مواد اولیه از نوع صنعتی بودند. لعاب انتخابی برای اعمال مینای زرین فام لعاب قلیایی بوردار پشت‌پوش شده توسط زیرکن اعمال شده و پخته روی کاشی دیواری تولید یکی از صنایع داخلی بود.

### ۲-۲- روش کار

تعیین خلوص مواد اولیه به روش XRF به کمک دستگاه فیلیپس مدل PW-1480 انجام شد.

1- Opaque

### ۳- نتایج و بحث

نتایج آزمون XRF مواد اولیه در مقایسه با مقادیر محاسبه شده (تئوری) آن‌ها خلوص بالای نیترات‌ها را تأیید می‌نماید (جدول ۲). نمودارهای XRD حضور فاز  $\text{Bi}_6\text{O}_4(\text{NO}_3)_5(\text{OH}) \cdot 0/5\text{H}_2\text{O}$  در نیترات بیسموت (شکل ۱)، فاز  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$  در نیترات مس (شکل ۲) و فازهای FeO (Wustite)،  $\text{SiO}_2$  (Quartz)،  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (Hematite) و میکا ( $\text{K}_2\text{O} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) را در اخرا (شکل ۳) تأیید کردند. لازم به یادآوری است که اخرا ماده اولیه‌ای با کاربرد گسترده در سرامیک سنتی است. حضور FeO در اخرا و  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  که در محیط احیاء به FeO تبدیل می‌شود به هنگام سرد شدن از نفوذ اکسیژن در دماهای بحرانی کاسته و از برگشت واکنش‌های انجام شده حین پخت لایه زرین فام پدیدار شده جلوگیری می‌نماید.

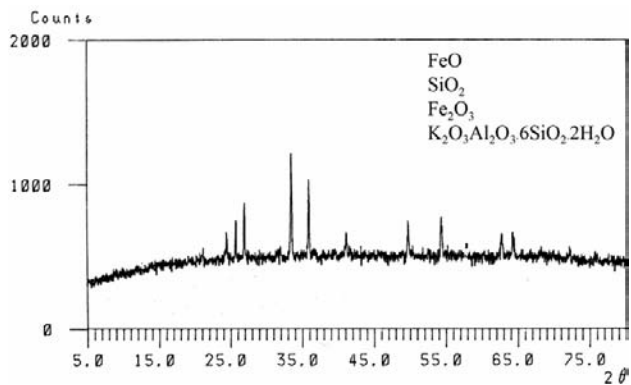
آزمون فازی برخی از مواد اولیه به روش XRD انجام شد که برای این منظور از دستگاه Jeol مدل JDX-803 بهره گرفته شد. با توجه به اهمیت و نقش دمای تجزیه مواد اولیه در ساخته شدن مینای زرین فام، انجام آزمون حرارتی (DTA/TG) برخی از مواد اولیه با استفاده از دستگاه STA 1500 صورت گرفت. سه لایه مینایی زرین فام با کد و ترکیب آورده شده در جدول ۱ انتخاب و ساخته شدند. دو غاب میناهای زرین فام خام  $M_1$  و  $M_2$  با نسبت وزنی ۲ به ۵ (مینا به سرکه خانگی) با ضخامت ۱۰۰ میکرون و  $M_3$  با نسبت وزنی ۲ به ۳ (مینا به آب شهر) و ضخامت ۲۰ میکرون روی لعاب پخته کاشی اعمال گردیدند. پخت میناها در کوره الکتریکی صورت گرفت و از چوب برای ایجاد شرایط احیایی استفاده شد.

جدول ۱: ترکیب میناهای انتخابی.

مواد اولیه	ترکیب %		
	$M_3$	$M_2$	$M_1$
نیترات نقره	۳,۸	۱۲	۲
نیترات مس	-	-	۲۸
نیترات بیسموت	-	۳	-
اخرا	-	۸۵	۷۰
ارسنیک	۴۳	-	-
پیریت	۲۸,۷	-	-
سولفات آهن	۱۳,۹	-	-
اکسید مس	۶,۹	-	-
کربنات سدیم	۳,۷	-	-

جدول ۲: ترکیب مواد اولیه مورد استفاده در میناها.

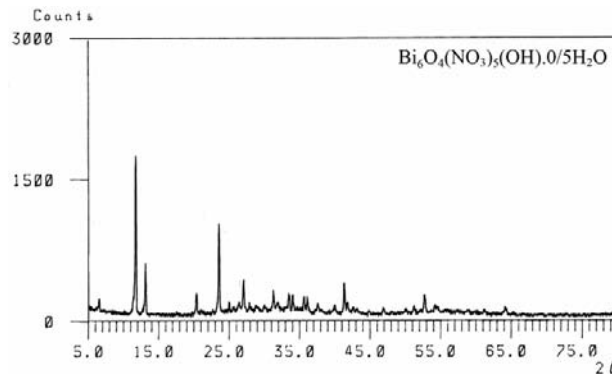
ماده اولیه	CuO	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{Ag}_2\text{O}$	$\text{Bi}_2\text{O}_3$	$\text{SO}_3$	MgO	$\text{SiO}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	CaO	L.O.I
نیترات نقره	-	-	۶۸,۲۰	-	-	-	-	-	-	۳۱,۷۹
$\text{AgNO}_3$ (تئوری)	-	-	۶۸	-	-	-	-	-	-	۳۲
نیترات مس	۲۶,۶۱	-	-	-	۰,۱۵	-	-	-	-	۷۳,۰۷
$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (تئوری)	۲۷	-	-	-	-	-	-	-	-	۷۳
نیترات بیسموت	-	-	-	۴۷,۹	-	-	-	-	-	۵۱,۹۴
$\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (تئوری)	-	-	-	۴۸	-	-	-	-	-	۵۲
اخرا	-	۴۹,۹۶	-	-	۴,۰۷	۶,۷۶	۲۳,۷۰	۴,۸۵	۴,۲۷	۴,۸۰



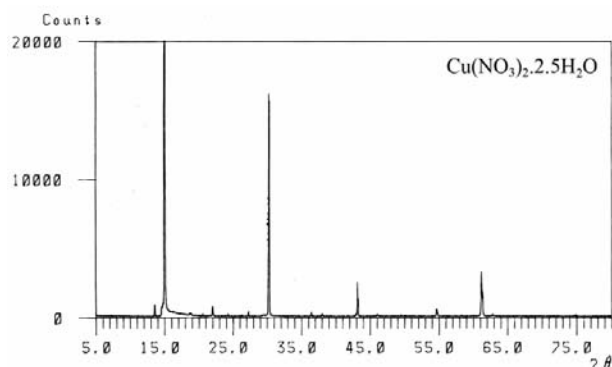
شکل ۳: نمودار XRD اخرا.

خروج احتمالی آب مربوط باشد. پیک‌های نمودار TG واکنش اصلی را در محدوده دمایی ۴۰۰ - ۵۰۰ °C نشان می‌دهد. این واکنش به تشکیل اکسید نقره در اثر تجزیه نیترات نقره با کاهش وزن حدود ۳۰٪ در این دما مربوط می‌شود. مقایسه این کاهش وزن با L.O.I تجزیه شیمیایی که تقریباً همخوانی دارد، ارتباط این کاهش وزن را با تجزیه نیترات نقره را تأیید می‌نماید.

در بررسی پیک‌های نمودار DTA نیترات بیسموت در شکل ۵ مشاهده می‌شود که واکنش اصلی در محدوده دمایی ۲۵۰ - ۵۵۰ °C به همراه یک واکنش ضعیف در دمای ۵۰۰ °C به وقوع پیوسته است. واکنش اصلی به احتمال زیاد مربوط به تجزیه نیترات است. نمودار TG در کل کاهش وزن حدود ۸٪ را تا دمای ۸۰۰ °C نشان می‌دهد.

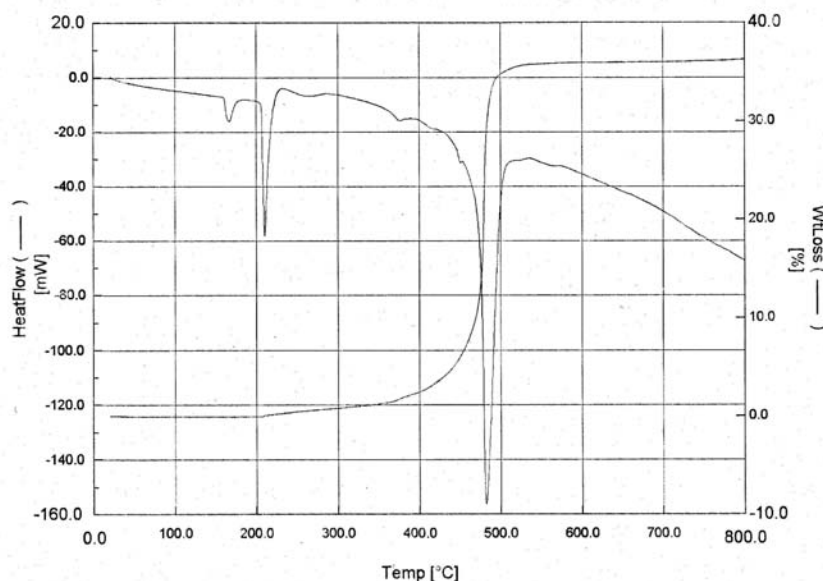


شکل ۱: نمودار XRD نیترات بیسموت.

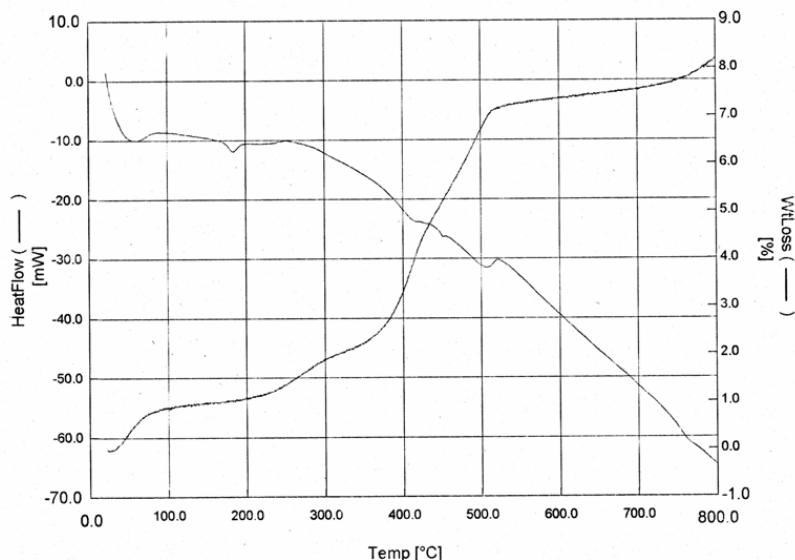


شکل ۲: نمودار XRD نیترات مس.

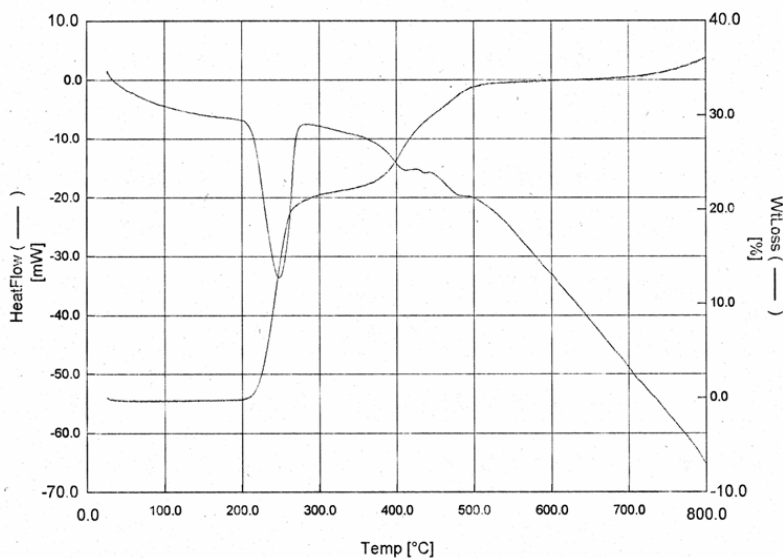
بررسی پیک‌های نمودار DTA نیترات نقره در شکل ۴ نشان می‌دهد که واکنش گرماگیر اصلی در محدوده دمایی ۳۵۰ - ۵۱۰ °C و واکنش ضعیف‌تری در حدود ۲۰۰ °C صورت گرفته است که می‌تواند به



شکل ۴: نمودار DTA/TG نیترات نقره.



شکل ۵: نمودار DTA/TG نیترات بیسموت.



شکل ۶: نمودار DTA/TG نیترات مس.

عمده این اتلاف در حدود  $450^{\circ}\text{C}$  حاصل شده است و رقمی غیر از اتلاف حرارتی حدود  $52\%$  تجزیه شیمیایی است. پس می توان نتیجه گرفت که نیترات بیسموت تا دمای  $800^{\circ}\text{C}$  کاملاً تجزیه نشده است و قسمت عمده ماده هنوز به صورت نیترات باقی مانده است که برای تجزیه به دمای بیشتری نیاز دارد. باید توجه داشت که تشکیل یوتکتیک<sup>۱</sup> نیترات بیسموت با سایر نیتراتها نظیر نقره و مس در مینا می تواند باعث تجزیه زود هنگام آن گردد.

نمودار DTA/TG نیترات مس (شکل ۶) واکنش گرماگیر مستمر عاری از پیک از دمای محیط تا  $800^{\circ}\text{C}$  را نشان می دهد. با توجه به نمودار TG حدود  $2.5\%$  کاهش وزن تا این دما رخ داده است. اگر L.O.I. تجزیه شیمیایی (اتلاف حرارتی در  $10 \pm 1050^{\circ}\text{C}$ ) و کاهش وزن آزمون TG با یکدیگر مقایسه شوند، حدود  $2.5\%$  اختلاف مشاهده می شود که

نمودار DTA/TG نیترات مس (شکل ۶) واکنش گرماگیر مستمر عاری از پیک از دمای محیط تا  $800^{\circ}\text{C}$  را نشان می دهد. با توجه به نمودار TG حدود  $2.5\%$  کاهش وزن تا این دما رخ داده است. اگر L.O.I. تجزیه شیمیایی (اتلاف حرارتی در  $10 \pm 1050^{\circ}\text{C}$ ) و کاهش وزن آزمون TG با یکدیگر مقایسه شوند، حدود  $2.5\%$  اختلاف مشاهده می شود که

در شکل ۶ نمودار DTA نیترات مس نشان می دهد که واکنش گرماگیر اصلی در محدوده دمایی  $200-300^{\circ}\text{C}$  و واکنش گرماگیر

1- Eutectic

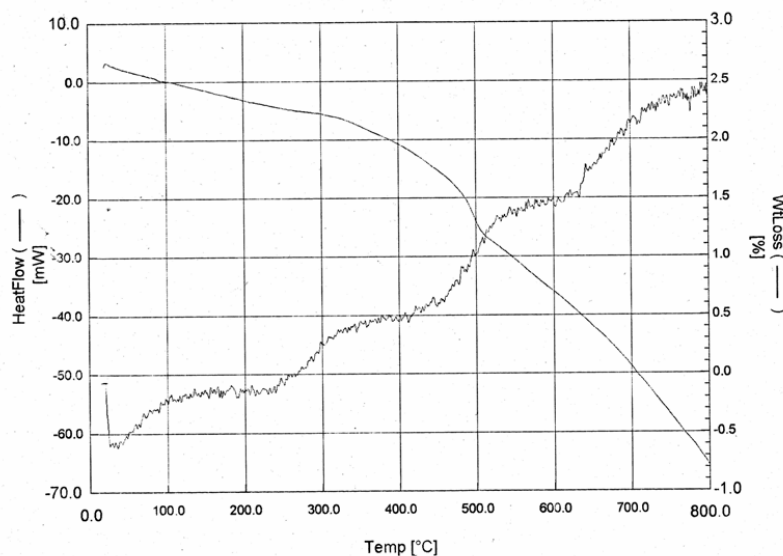
نیترات‌های نقره و بیسموت افزوده شده است و در نتیجه باید شباهت زیادی به نمودار آزمون حرارتی اخرا داشته باشد. در این نمودار واکنش گرماگیر از دمای  $300^{\circ}\text{C}$  تا  $800^{\circ}\text{C}$  به صورت مستمر بدون حضور پیکی ادامه دارد. کاهش وزن ۶ درصدی نمودار TG تا دمای  $300^{\circ}\text{C}$  عمدتاً مربوط به اسید استیک افزوده شده به مینا است و درصد ناچیزی از آن به تجزیه نیترات‌های نقره و بیسموت مربوط می‌شود. واکنش‌های حاصل از تجزیه نیترات‌های نقره، بیسموت و اخرا در محدوده دمایی  $300-800^{\circ}\text{C}$  صورت گرفته است که این کاهش وزن حدود ۸٪ در نمودار TG می‌تواند به انجام این واکنش‌ها ارتباط داشته باشد.

#### 1- Mineralizer

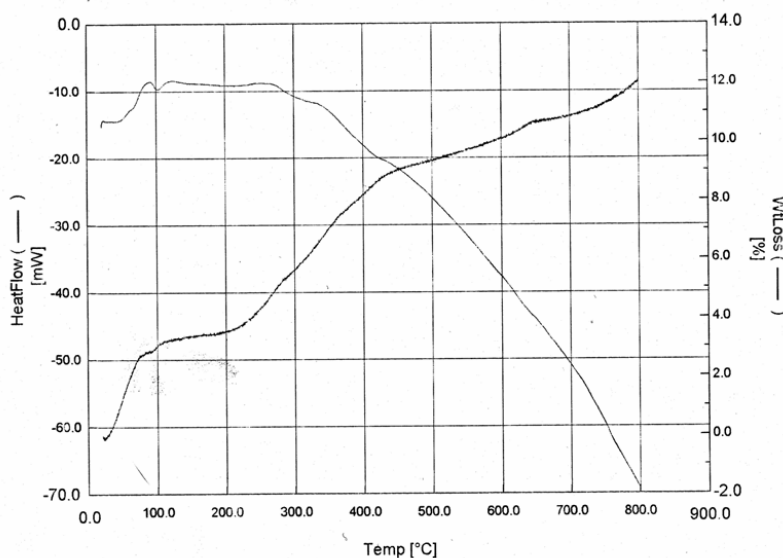
بیانگر انجام نشدن کامل واکنش‌ها است. کامل شدن واکنش‌ها یا با افزایش دما امکان‌پذیر است و یا در دمای  $800^{\circ}\text{C}$  و در حضور برخی از کانی‌سازها<sup>۱</sup> قابل دستیابی است.

در مجموع از نتایج نمودارهای DTA/TG می‌توان نتیجه‌گیری کرد که در محدوده دمایی  $500-600^{\circ}\text{C}$  اجرای شرایط احیایی به دلیل تجزیه نیترات‌های نقره، بیسموت و مس و تشکیل اکسید آن‌ها هر چند ناقص، مطلوب است و در نتیجه اکسیدها آمادگی احیاء شدن را دارند.

در شکل ۸ تجزیه حرارتی مینای زرین فام خام  $M_2$  (مواد اولیه به همراه اسید استیک) مشاهده می‌شود. نمودار DTA/TG مینای  $M_2$  در حقیقت نمودار اخرایبی (۸۵٪) است که به آن درصدی (۱۵٪)



شکل ۷: نمودار DTA/TG اخرا.



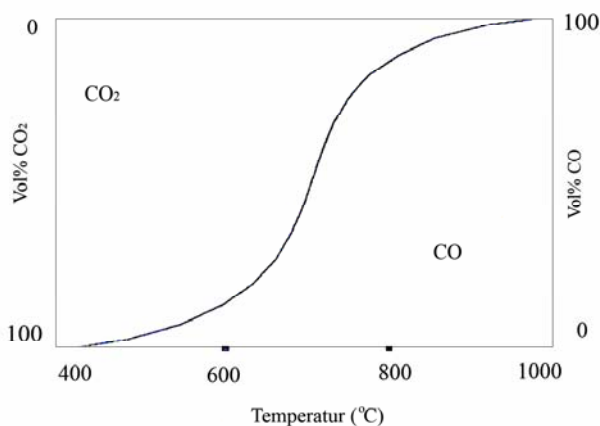
شکل ۸: نمودار DTA/TG مینای  $M_2$ .



بر عکس در پخت احیایی هنگام ترکیب کربن و اکسیژن طبق واکنش (۲)، CO تشکیل می‌شود.



در پخت احیایی همواره در محدوده دمایی ۴۰۰ - ۱۰۰۰ °C طبق واکنش (۳) در نسبت‌های حجمی متفاوت CO و CO<sub>2</sub> در تعادل می‌باشند. در شکل ۹ تعادل درصد حجمی CO و CO<sub>2</sub> بر حسب دما در فشار یک اتمسفر (معروف به قانون تعادلی بودووارد) نشان داده شده است.



شکل ۹: تغییرات نسبت حجمی CO-CO<sub>2</sub> بر حسب دما در یک اتمسفر [۱۴].

طی فرآیند احیاء ابتدا اکسیژن موجود در اتمسفر کوره و سپس اکسیژن موجود در نمک‌های فلزات مصرف می‌شود در نتیجه شبکه‌های ضعیف‌تر که حاوی اکسید نقره و اکسید مس هستند، شکسته شده و با ادامه احیاء یون‌های مس و نقره داخل شبکه لعاب شده و باعث تشکیل لایه زرین فام لعاب می‌شوند [۱۴]. چون پخت میناها در شرایط احیایی در محدوده قانون تعادلی بودووارد قرار دارد انتظار می‌رود که بعد از پخت، لایه‌ای از دوده سطح لایه زرین فام را پوشانده باشد. چون در عمل این پدیده اتفاق می‌افتاد مینای زرین فام پس از جلا دادن سطح لعاب و زودن دوده آن به کمک پارچه ظاهر می‌شد.

بعد از پخت میناها مشاهده شد که اتصال M<sub>1</sub> با لعاب پایه در مجموع ضعیف است برعکس M<sub>2</sub> و M<sub>3</sub> ضمن اتصال خوب با لعاب پایه زرین فام با جلای مطلوب ایجاد نمودند. میناهای زرین فام آمده در شکل ۱۰ از بین سه آزمون حاصل از این تحقیق انتخاب شده‌اند.

در مجموع با در نظر گرفتن اتلاف حرارتی اسید استیک و سایر مواد اولیه موجود در مینای خام کاهش وزن ۱۲ درصدی مینای M<sub>2</sub> تقریباً منطقی است. باید توجه داشت که انجام واکنش‌ها در دماهای کمتر از دمای تجزیه واقعی مواد اولیه ناشی از تشکیل یونکتیک بین نیترات‌ها، اخرا و احتمالاً اسید استیک موجود در مینای خام است.

چون در کیفیت میناهای زرین فام پخته همسان اختلاف‌هایی مشاهده شد، عامل‌های تأثیرگذار مورد توجه قرار گرفتند. یکی از این عوامل ضخامت لایه خام مینا بود. در هنگام تحقیق باید تأثیر این عامل با اندازه‌گیری ضخامت کنترل می‌شد، که اندازه‌گیری ضخامت لایه‌ها با بهره‌گیری از میکروسکوپ نوری انجام گردید. چون در هنگام اعمال میناهای خام کنترل ضخامت کاملاً امکان‌پذیر نبود میانگین ضخامت لایه‌های خام و تأثیر آن بر جلوه بعد از پخت معیار سنجش قرار گرفت. در جدول ۳ وابستگی کیفیت بعد پخت از ضخامت لایه خام میناها آمده است. جلوه بعد از پخت مینای M<sub>1</sub> در هر دو ضخامت زیاد و کم نامطلوب و M<sub>2</sub> که فاقد نمک‌های آهن محلول در آب است در ضخامت زیاد مطلوب و با کاهش ضخامت نامطلوب می‌شود. جلای M<sub>3</sub> پخته شده که حاوی سولفات آهن با حلالیت خوب در آب است با اعمال لایه خام نازک‌تر مطلوب می‌باشد. بنابراین غلظت نمک‌های محلول آهن دار موجود در دوغاب مینای خام در انتخاب ضخامت لایه خام نقش دارد و کیفیت مینای زرین فام پخته را تعیین می‌کند.

جدول ۳: مقایسه ضخامت لایه خام میناها و تأثیر آن بر کیفیت جلوه زرین فام پخته.

مینا	ضخامت لایه خام به میکرون	کیفیت بعد از پخت
M <sub>1</sub>	۱۰۰	نامطلوب
	۲۰	نا مطلوب
M <sub>2</sub>	۱۰۰	مطلوب
	۲۰	نا مطلوب
M <sub>3</sub>	۱۰۰	نا مطلوب
	۲۰	مطلوب

تشخیص محدوده دمایی ۶۰۰-۵۰۰ °C برای پخت میناها با کمک گرفتن از نتایج آزمون‌های حرارتی مواد اولیه صورت گرفت. از چوب گردوی کاملاً خشک (به ازای ۱۳۰۰ cm<sup>3</sup> حجم کوره حدود ۲۰ cm<sup>3</sup> چوب) برای احیاء میناها با زمان توقف ۳۰ دقیقه در دمای بیشینه (۵۵۵ °C) استفاده شد.

در هنگام سوختن موادی نظیر چوب، گاز و مشتقات نفتی ملکول‌های حاوی کربن موجود در آن‌ها با اکسیژن هوا ترکیب شده و طبق واکنش گرم‌زای (۱) CO<sub>2</sub> تولید می‌شود.

#### ۴- نتیجه گیری

در این پژوهش اقدام به ساخت سه مینا با استفاده از مواد اولیه مناسب با هدف رسیدن به لایه مینایی زرین فام گردید. نتایج زیر حاصل تحقیقات انجام گرفته روی مواد اولیه و میناها است:

- ۱- آزمون‌های XRF و XRD مواد اولیه نیتراتی مورد استفاده در ساخت مینای زرین فام، خلوص بالای آن‌ها را تأیید نمودند.
- ۲- تجزیه فازی XRD اخرا به عنوان یک ماده اولیه مهم در ساخت مینای زرین فام حضور  $\text{FeO}$ ،  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ،  $\text{SiO}_2$  و میکا را در این ماده اولیه نشان داد.
- ۳- نمودارهای DTA/TG مواد اولیه نشان داد که واکنش‌های اولیه آن‌ها قبل از دمای تشکیل زرین فام ولی تجزیه کامل آن‌ها بعد از این دما صورت می‌گیرد. با تکیه بر این نتایج اجرای احیاء در محدوده دمایی  $500-600^\circ\text{C}$  مناسب تشخیص داده شد.
- ۴- کیفیت و رنگ لایه زرین فام پخته به ضخامت لایه مینایی خام وابسته است و حضور سولفات آهن ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) که محلول در آب است در مینا باعث می‌شود از ضخامت لایه خام کاسته شود.
- ۵- با پخت و احیای میناهای  $M_2$  و  $M_3$  در دمای  $555^\circ\text{C}$  لایه زرین فام طلایی قزح‌سان ( $M_2$ ) و زرین فام طلایی ( $M_3$ ) حاصل شد.
- ۶- چون رنگ زرین فام طلایی ( $M_3$ ) مشابه زرین فام‌های طلایی و قرمز باستانی که با حضور همزمان تقریباً ۱ تا ۳ درصد نقره و مس حاصل می‌شود، بود می‌توان نتیجه‌گیری کرد که انتخاب این روش پژوهش صحیح بوده است.



(الف)



(ب)

شکل ۱۰: میناهای زرین فام پخته روی لعاب کاشی پشت پوش شده صنعتی (الف) زرین فام مینای  $M_2$  و (ب) زرین فام مینای  $M_3$ .

#### ۵- مراجع

1. H. Ritter, J. Ruska, R. Wunderlich, Eine persische Beschreibung der Fayencetechnik von Kaschan aus dem Jahre 700h/1301d. *Istanbuler Mitt.* 3(1935), 16-31.
2. A. Shams, Experience of producing luster glaze enamel. Bsc. Thesis, Iran University of Science and Technology, Iran, 2006 (in Persian).
3. M. Kazemi, Repairing of luster pottery (7<sup>th</sup> century). Bsc. Thesis, Tehran University, Iran, 1998 (in Persian).
4. R. Kian Nejad, The history and preparation of luster glaze. Bsc. Thesis, Alzahra University, Iran, 2003 (in Persian).
5. I. Borgia, B. Brunttti, Giulivi, A. Sgamellotti, Shokouhi, Oliayi, Rahighi, Lamchi-Rachti, M. Mellini, C. Viti, Characterization of decorations on Iranian (10<sup>th</sup>- 13<sup>th</sup> century) luster ware. *Appl. Phys.* A79(2004), 257-261.
6. J. W. Allan, L. R. Llewellyn, F. Schweizer, The history of so-called Egyptian faience in Islamic Persia, investigation in to Abul-Qasim Treatise. *Archaeometry.* 15(1973), 165-173.
7. I. Borgia, B. Brunttti, I. Mariani, A. Sgamellotti, F. Cariati, P. Fermo, M. Mellini, C. Viti, G. Padeletti, Heterogeneous distribution of metal nanocrystals in glazes of historical pottery. *Appl. Surf. Sci.* 18(2004), 206-216.
8. V. Lazic, F. Colao, R. Fantoni, A. Palucci, Characterisation of lustre and pigment composition in ancient pottery by laser induced fluorescence and breakdown spectroscopy. *J. Cultural Heritage.* 4(2003), 303-308.
9. P. Fredrickx, D. H elary, D. Schryvers, E. Darque-Ceretti, A TEM study of nanoparticles in lustre glazes. *Appl. Phys.* A. 79(2004), 283-288.
10. O. Bobin, M. Schvoerer, J. L. Miane, J. F. Fabre, Coloured metallic shine associated to lustre decoration of glazed ceramics, a theoretical analyses of the optical properties. *J. Non-Crys. Solids.* 332(2003), 28-34.
11. A. Caiger-Smith, Lustre Pottery, technique ,tradition and innovation in Islam and the Western World. Faber and Faber, London, 1985.
12. A. Rahimi, M. Matin, Technology of fine ceramics. Khake Chini Iran, Tehran, 2007 (in Persian).
13. H. Ghassai, H. R. Rezai, A. Shams, Study of temperature and atmosphere influence on enamel luster glaze to obtain the real temperature and suitable reduction condition. In Proceeding of 6<sup>th</sup> Congress of Iranian Ceramic Society, Karaj, Iran (2008), 1-7 (in Persian).
14. E. Riedel, Allgemeine und anorganische Chemie. Walter de Gruyter, Berlin, 1979, 146.