SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION STUDIES OF SOME NEW CERAMIC PIGMENTS

Ayman Awad Ali Abd El-Razik

يحتوي الفصل الأول على تصنيف شامل لأصباغ السيراميك وملخص الأبحاث السابقة المنشورة فى هذا المجال لمختلف صبغات السيراميك و تحضيرها وخواصها.الفصل الثانييحتوي هذا الفصل على إعداد وتحضيرمختلف المحاليل و المخاليط لكل من نظامى الكوبالت والنيكل قيد الدراسة. يوضح هذا الجزء مختلف أنواع الوقود المستخدمة فى طرق تحضيرصبغات السيراميك لكل من الأ نظمه : CoxMg1 - كامل شرح على يحتوى الجزء هذا .الوقود أنواع مختلف باستخدام yAl2O4 - NiyMg1 و xAl2O4 للأجهزه المختلفة المستخدمة لقياس خواص الصبغات مثل: التحليل الحراري الوزنى ((TGA ، التحليل الحراري التفاضلى((DTA و التحليل التفاضلى الحراري الوزنى (DTGA) ، حيود الأشعة السينية (XRD) ، والميكروسكوب الإلكتروني (TEM) ، وجهاز قياس أطياف الأشعة تحت الحمراء(IR-FT) , الأطياف العاكسة (DRS) ، والأشعة المرئية visible spectra.الفصل الثالثويتضمن مناقشة النتائج وتحليلها لصبغات السراميك قيد الدراسة وتشم.لأولا: الخصائص الطيفية لاصباغ السراميك لنظام CoxMg1 - xAl2O4 باستخدام أنواع الوقود المختلفة:أ. أطياف الأشعة تحت الحمراء(IR-FT):تم أستخدام الأشعة تحت الحمراء فى العضوية للمشتقات الوظيفية المجموعات وجود عن تعبر التى الوظيفية المجموعات لوصف (FT-IR) درجات الحرارة المنخفضة فى نظم الكوبالت وتختفى مع التلدين وارتفاع درجات الحرارة حتى تصل الى العينات مع الممتص الماء فى الموجود الهيدروكسيد مجموعة مثل الوظيفية المجموعات وهذه .م٥ 700 والتى تظهر عند 3400-3450 سم-1 معتمد على نوع النظام ومجموعة O=C,NOxفى كل العينات وعند درجات الحرارة المختلفة. ظهور بعض المجموعات الوظيفية تحت800 سم-1والتى تعبر عن الروابط بين الكاتيونات الموجودة (Co2+, Mg2+, Al3+)وكذلك الأكسجين فى تكوين الأكاسيد للعناصر مما تؤدى إلى ظهور كل من: MgAl2O4 و .CoAl2O4ب. الطيف الإنعاكسي :(DRS)دراسة الصبغات الحرارية السراميكية باستخدام جهاز الطيف الإنعاكسى (DRS)وتفسير النتائج لنظم الكوبالت المحضرة عن طريق أنواع الوقود المختلفة. وقد أظهرت نتائج العينات وجود مجموعات وظيفية فى منطقة اللون الأزرق. وكثافة اللون الأزرق تعتمد على زيادة درجات الحرارة ونسبة ايون الكوبالت الموجود فى العينات. وتم قياس شدة اللون الأزرق باستخدام طريقة CIE -L*a*b* . وكانت النتائج بأن قيم a* تكون عشوائية مع التلدين وارتفاع درجة الحرارة وقيم L* تنخفض مع عملية التلدين. و تزداد قيم b* فى الأتجاة السالب مما يؤدى إلى زيادة شدة اللون الأزرق والتى تختلف باختلاف الوقود المستخدم.جـ. أطياف الأشعة المرئية:تم دراسة نظم الكوبالت مع مختلف أنواع الوقود ونسبة ايون الكوبالت الموجود و دراسة الانتقال الالكترونى لنظم الكوبالت المؤدى إلى ظهور اللون الأزرق. أظهرت النتائج وجود ثلاثة مجموعات وظيفية مختلفة والتى تزداد كثافتها بارتفاع درجة الحرارة والتى تفسر الانتقال الاكترونى للكوبلت ممايؤدى الى ظهور اللون الازرق.ثانيا: الخصائص الطيفية لاصباغ السيراميك لنظام yAl2O4 - NiyMg1 باستخدام أنواع الوقود المختلفة:أ. أطياف الأشعة تحت الحمراء (IR-FT):استخدم أشعة تحت الحمراء لنظم النيكل وأدت إلى ظهور بعض بعض المجموعات الوظيفية التى تعبر عن وجود المجموعات الوظيفية للمشتقات العضوية فى درجات الحرارة المنخفضة فى نظم النيكل مثل: مجموعات الهيدروكسيد (OH-) وكذلك مجموعات O=C, مع تختفى الوظيفية المجموعات وهذه م٥700 الى 500 من الحرارة درجة فى الموجودهNOx,C-H التلدين وارتفاع درجات الحرارة حتى 800 o م. وبعد درجة 800 o م نلاحظ وجود بعض المجموعات الوظيفية تحت 800 سم-1 والتى تدل على وجود اكاسيد العناصر قيد الدراسة وتكوين كل من MgAl2O4

و NiAl2O4 عندما يصل إلى800 o م .ب. الطيف الإنعاكسي :(DRS)في هذا الجزء تم تفسير نتائج استخدام الأطياف العاكسة لنظم النيكل المحضرعن طريق أنواع الوقود المختلفة.وقد أظهرت جميع العينات وجود مجموعات وظيفية فى منطقة اللون الأزرق والأخضر وتباين ظهور اللون cyan (الأزرق والأخضر). وتباين كثافة اللونcyan (الأزرق والأخضر) تعتمد على زيادة درجات الحرارة ونسبة ايون النيكل. تم قياس اللون cyan (الأزرق والأخضر) باستخدام طريقة CIE- L*a*b* . وفسرت تلك النتائج على أن قيم كل من اللون ظهور الاتجاة في زيادة أن يعكس مما *b قيم من اكبر *a قيم ولكن السالب الاتجاه فى تزداد *a,b* الأحضر اكبرمن اللون الأزرق. بينما قيم L*تقل مع زيادة درجة الحرارة.جـ. أطياف الأشعة المرئية (visible):تم دراسة استخدام الأشعة المرئية لنظم النيكل مع مختلف أنواع الوقود ونسبة كاتيون النيكل و دراسة الانتقال الالكترونى لهذا النظم وظهر ثلاثة مجموعات وظيفية مختلفة عند درجات الحرارة المختلفة مما يؤدى الى ظهور اللون cyan (الأزرق والأخضر).ثالثا: خصائص التركيب البلورى لاصباغ السراميك لنظام التحليل دراسة تم:(TG - DTA) الحراري التحليل .أ:المختلفة الوقود أنواع باستخدام CoxMg1 - xAl2O4 الحرارى الوزنى والتفاضل الحرارى للاصباغ قيد الدراسة وقد أظهرت النتائج لنظم الكوبلت حتى درجة حرارة 1000O م أن العينات تصبح ثابته عند درجة حرارة 550- 700 Oم معتمد على نوع الوقود ويعنى أن النظام تحت الدراسة يكون ثابتا عند نفس درجة الحرارة.ويظهر التحليل الحرارى التفاضلى بعض المجموعات الوظيفية التى تعنى حدوث تفاعلات طاردة للحرارة نتيجة تكسير باقى المواد العضوية فى العينات ويظهر أيضا بعض المجموعات الوظيفية فى التحليل الحرارى التفاضلى وذلك نتيجة لتصاعد الماء ويكون النظام قيد الدراسة MgAl2O4 و .CoAl2O4ب. حيود الأشعة السينية (XRD):تم دراسة هذا النوع من الاشعة للاصباغ سواء كانت المادة تحت الدراسة (لعينات الكوبلت) متبلورة أو غير متبلورة من خلال المجموعات الوظيفية، نلاحظ فى البداية أن المادة تحت الدراسة تكون غير متبلورة ومع زيادة درجة حرارة التلدين ومع الوصول إلى درجة حرارة عالية يؤدى الى زيادة درجة التبلور للمادة تحت الدراسة. تم حساب الحجم الحبيبى للأصباغ تحت الدراسة باستخدام معادلة scherrer وباستخدام قاعدة ارشميدس فى حساب كثافة العينات والمقارنة بالنتائج العملية.جـ.الميكروسكوب الإلكتروني النافذ (TEM):تم إستخدام الميكروسكوب الإلكتروني النافذ لفحص السطح الخارجى للعينات ونجد فى عينات نظم الكوبلت أن هناك اشكال لسطح العينات مثل الرقائق كما هو موجود فى عينات نظام اليوريا وتنتظم مع زيادة نسبة كاتيون الكوبلت وتصبح دائرية. يستخدام أيضا فى حساب الحجم الحبيبى للعينات قيد الدراسة فنجد أن الحجم يقل مع زيادة نسبة أيون الكوبلت.رابعا: خصائص التركيب البلورى لاصباغ السراميك لنظام yAl2O4 - NiyMg1 باستخدام أنواع الوقود المختلفة:أ. التحليل الحراري (DTA - TG):بدراسة التحليل الحرارى الوزنى للعينات المحتوية على كاتيون النيكل حتى درجة حرارة 1000O م. وجد أن العينات تصبح ثابته عند درجة حرارة الوظيفية المجموعات بعض التفاضلى الحرارى التحليل يظهر أيضا .الوقود نوع على معتمد م700 O-650 التى تعنى أن يحدث تفاعلات طاردة للحرارة نتيجة تكسير باقى المواد العضوية فى العيناتا.ويظهر أيضا بعض المجموعات الوظيفية فى التحليل الحرارى التفاضلى وذلك نتيجة لتصاعد الماء وتكون النظام تحت الدراسة MgAl2O4 و .NiAl2O4ب. حيود الأشعة السينية (XRD):بدراسة هذا النوع من الأشعة لنظم النيكل تحت الدراسة وكذلك إذا كانت المادة متبلورة أو غير متبلورة من خلال المجموعات الوظيفية. نلاحظ فى البداية المادة تحت الدراسة غير متبلورة ومع زيادة درجة حرارة التلدين تظهر المادة قيد الدراسة فى صورتها البلورية ومع الوصول إلى درجة حرارة عالية تؤدى إلى زيادة درجة التبلور للمادة. تم حساب الحجم الحبيبى للأصباغ تحت الدراسة باستخدام معادلة scherrer وباستخدام قاعدة أرشميدس فى حساب كثافة العينات تحت الدراسة والمقارنة بالنتائج العملية.جـ. الميكروسكوب الإلكتروني النافذ أن النيكل نظم عينات فى نجد .للعينات الخارجى السطح لفحص الالكترونى الماسح وباستخدام:(TEM) هناك أشكال للسطح مثل الرقائق وكذلك الدائرية وتنتظم مع زيادة نسبة كاتيون النيكل. تم أستخدامه أيضا فى حساب حجم الجزيئات للعينات ومقارنتها بالنتائج إلى تم الحصول عليها عن طريق الأشعة السينية، وطريقة ارشميدس وأظهرت النتائج تطابقاً ملحوظاً بينهم.الفصل الرابع الجرء التطبيقى لأصباغ السيراميكأولا : إستخدام مسحوق اللون الأزرق لنظم CoxMg1 - xAl2O4 فى إعداد المواد السيراميكية الملونة.تم أعداد المواد السيراميكية الملونة باستخدام 10 ٪ (وزن / وزن) من مسحوق أصباغ السيراميك للنظم المختلفة في درجة الحرارة 1100 – 1150o م في أوقات تلدين مختلفة لكل نظام. باستخدام الطيف الإنعاكسي أمكن التميز بين المواد السيراميك الملونه والمسحوق. فإن اللون الأزرق الناتج على المواد السيرميكية أكثر كثافة بكثير عن المسحوق وكذلك المواد السيراميك الملونه والمولدنة لمدة 30

دقيقة لأكثر من 15 دقيقة فى كثافه اللون.ثانيا : إستخدام مسحوق اللون السماوي لنظم NiyMg1 - وزن) ٪ 10 باستخدام الملونة السيراميكية المواد أعداد تم.الملونة السيراميكية المواد إعداد فى yAl2O4 / وزن) من مسحوق أصباغ السيراميك للنظم المختلفة في درجة الحرارة 1100 – 1150o م في أوقات تلدين مختلفة لكل نظام. باستخدام الطيف الإنعاكسي أمكن التميز بين المواد السيراميك الملونه والمسحوق. فإن اللون الليمونى الناتج على المواد السيرميكية يختلف تماما بكثير عن المسحوق(اللون السماوى) وكذلك المواد السيراميك الملونه والمولدنة لمدة 30 دقيقة تزداد كثافته في نفس الاتجاه عن اللون لمدة 15 دقيقة.ثالثا: تأثير الأحماض والقواعد على المواد السراميكية والمسحوق الملونهالأحماض المعدنيه المركزة والمخففة مثل حمض الكبريتيك ، حمض الهيدرو كلوريك ، حمض النيتريك لا يؤثر على مسحوق الأصباغ والمواد السيراميكية الملونه. ولكن ، أثر حمض فلوريد الهيدروجين على الأصباغ بعد 14 يوما. هيدروكسيد الصوديوم والأمونيوم لا يؤثران على مسحوق الأصباغ والمواد السيراميكية الملونه .