

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

مهنزا محمدزاده میانجی^{۱*}، حسین قصاعی^۲

۱- مری، دانشکده هنر، دانشگاه الزهراء^(س)، تهران، ایران، صندوق پستی: ۱۹۹۳۵-۶۵۶

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

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

چکیده

ساخت لعاب‌های زرین فام در ایران از قرن چهارده میلادی به بوده 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 دمای 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 فرح‌سان 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^{1*}, H. Ghassai²

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

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

Abstract

Production 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 an 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.

*Corresponding author: m.mohammadzadeh@alzahra.ac.ir

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 لعب اعمال می‌شوند [۱۲].

برای ظهور پدیده زرین فام، 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 تنها ی و بدون حضور رس‌های حاوی اکسید یا ترکیبات آهن (آخر) به آسانی انجام نمی‌شود. حضور یک بستر رسی تأثیرات مفیدی را در بروز پدیده زرین فام 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 زرین فام پخته در حین سرد شدن جلوگیری می‌نماید. حضور ترکیبات بیسموت، جیوه، آنتیموان، کلسیم و روی نقش کمک ذوب را در لایه خام اخیرایی ایفا نموده و باعث می‌شوند که واکنش بین لایه زرین فام مینایی و لعب در دمای کمتر صورت گیرد [۱۳].

در این پژوهش هدف احیا و ساخت لعب زرین فام که ساخت آن زمانی در ایران پر رونق بوده و تکنیک آن به حد کمال رسیده و به مرور زمان به بوته 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 زرین فام 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. لعب انتخابی برای اعمال مینایی زرین فام لعب 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 فلیپس مدل PW-1480 انجام شد.

۱- مقدمه

در بین روش‌های تزیین لعب، پدیده زرین فام به واسطه درخشندگی و انعکاس رنگین کمانی تحسین همگان را بر انگیخته و ذهن محققین را به تفحص در علل بروز چنین پدیده‌ای معطوف داشته است. میناها زرین فام که معروف به لعب‌های زرین فام می‌باشند و تاریخچه تقریباً هزار ساله دارند در قرون هفت و هشتم هجری تحت عنوان «دواتشه» و یا «لیقه» در ایران رونق گرفتند. در دستورالعمل مکتوب ابوالقاسم کاشانی به تکنیک ساخت زرین فام در قرن هفت هجری قمری پرداخته شده است [۱۱]. نویسنده که از خانواده ابوطاهر است و حداقل چهار نسل در تولید کاشی‌های پوشیده شده با لعب زرین فام در کاشان فعال بودند، مشاهدات خود را در کتاب «عرايس الجواهر و نفایس الاطایب» جمع‌آوری نموده است. اخیراً تحقیقات حائز اهمیتی در زمینه ساخت لعب‌های احیایی روی لایه (زرین فام مینایی) و درون لایه صورت گرفته است [۲-۴]. محققین امروزه پژوهش خود را معطوف به علت بروز پدیده زرین فام در نمونه‌های باستانی نموده‌اند که در سطح لعب در اثر حضور فلزاتی چون نقره، بیسموت و... در اندازه نانو ظهور می‌کند [۵-۱۱].

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

در گذشته تصویر می‌شد که حضور نانو ذرات فلزی و یون نقره در شبکه شیشه‌ای لعب 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 SEM-EDS و XRF 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].

اصلًاً میناها زرین فام در حضور نمک‌های فلزی به همراه رس‌های حاوی اکسید آهن و یا سایر ترکیبات آن (آخر) به وجود

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 $\text{Bi}_6\text{O}_4(\text{NO}_3)_5(\text{OH})_0.5\text{H}_2\text{O}$ در $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2.2.5\text{H}_2\text{O}$ در نیترات بیسوموت (شکل ۱)، فاز FeO در نیترات مس (شکل ۲) و فازهای FeO , SiO_2 , (Wustite), Fe_2O_3 , (Quartz) و میکا (Hematite) 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 میناهای در کوره الکتریکی صورت گرفت و از چوب برای ایجاد شرایط احیایی استفاده شد. پخت لایه زرین فام پدیدار شده جلوگیری می‌نماید.

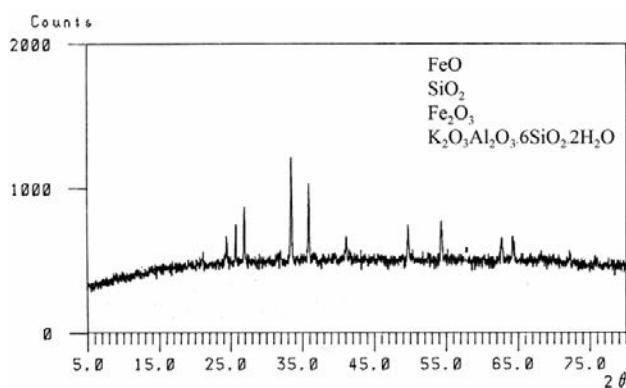
آزمون فازی برخی از مواد اولیه به روش XRD انجام شد که برای این منظور از دستگاه Jeol مدل JDX- 803 بهره گرفته شد. با توجه به اهمیت و نقش دمای تجزیه مواد اولیه در ساخته شدن مینایی زرین فام، انجام آزمون حرارتی (DTA/TG) برخی از مواد اولیه با استفاده از دستگاه STA 1500 صورت گرفت. سه لایه مینایی زرین فام با کد و ترکیب آورده شده در جدول ۱ انتخاب و ساخته شدند. دو غاب میناهای زرین فام خام M_1 و M_2 و M_3 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 میناهای در کوره الکتریکی صورت گرفت و از چوب برای ایجاد شرایط احیایی استفاده شد.

جدول ۱: ترکیب میناهای انتخابی.

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

جدول ۲: ترکیب مواد اولیه مورد استفاده در میناهای.

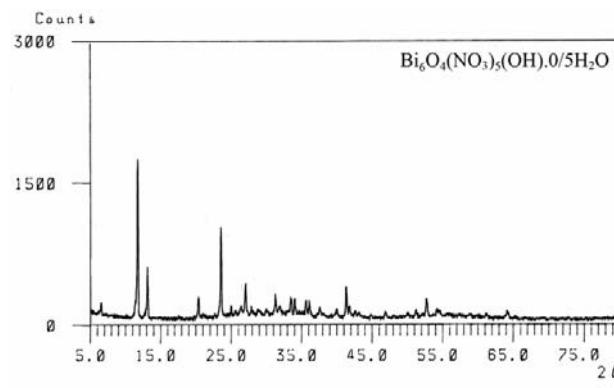
L.O.I	CaO	Al_2O_3	SiO_2	MgO	SO_3	Bi_2O_3	Ag_2O	Fe_2O_3	CuO	ماده اولیه
۳۱,۷۹	-	-	-	-	-	-	۶۸,۲۰	-	-	نیترات نقره
۳۲	-	-	-	-	-	-	۶۸	-	-	AgNO_3 (تئوری)
۷۳,۰۷	-	-	-	-	۰,۱۵	-	-	-	۲۶,۶۱	نیترات مس
۷۳	-	-	-	-	-	-	-	-	۲۷	$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2.6\text{H}_2\text{O}$ (تئوری)
۵۱,۹۴	-	-	-	-	-	۴۷,۹	-	-	-	نیترات بیسوموت
۵۲	-	-	-	-	-	۴۸	-	-	-	$\text{Bi}(\text{NO}_3)_3.5\text{H}_2\text{O}$ (تئوری)
۴,۸۰	۴,۲۷	۴,۸۵	۲۳,۷۰	۶,۷۶	۴,۰۷	-	-	۴۹,۹۶	-	اخرا



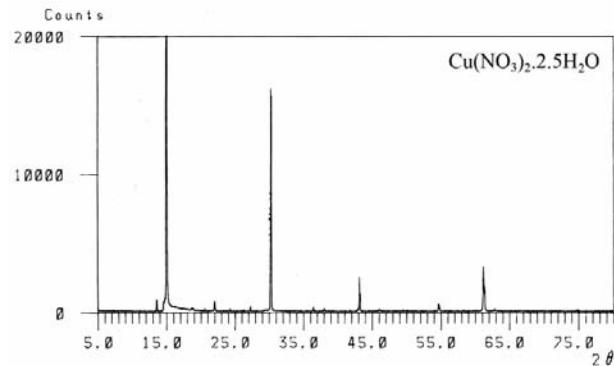
شکل ۳: نمودار XRD اخرا.

خروج احتمالی آب مربوط باشد. پیک‌های نمودار TG واکنش اصلی را در محدوده دمایی ۰ - ۴۰۰ °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 شیمیابی 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.

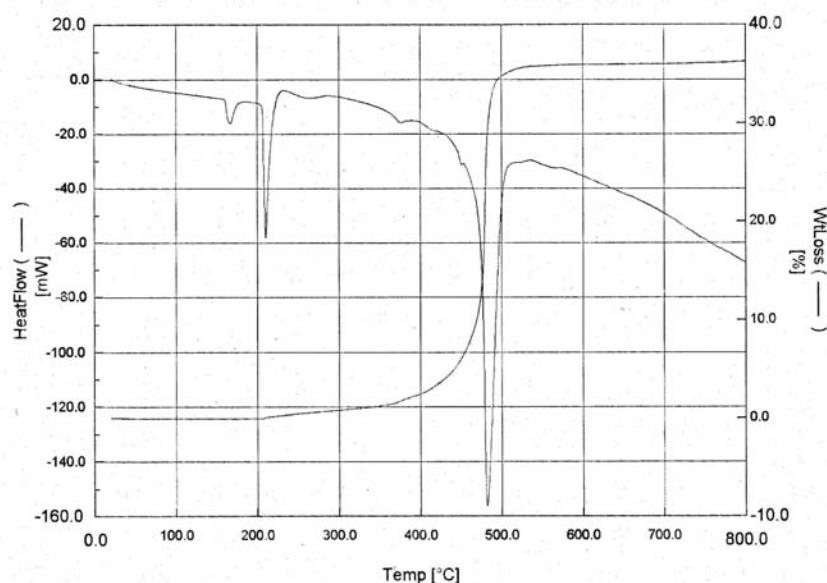


شکل ۱: نمودار XRD نیترات بیسموت.

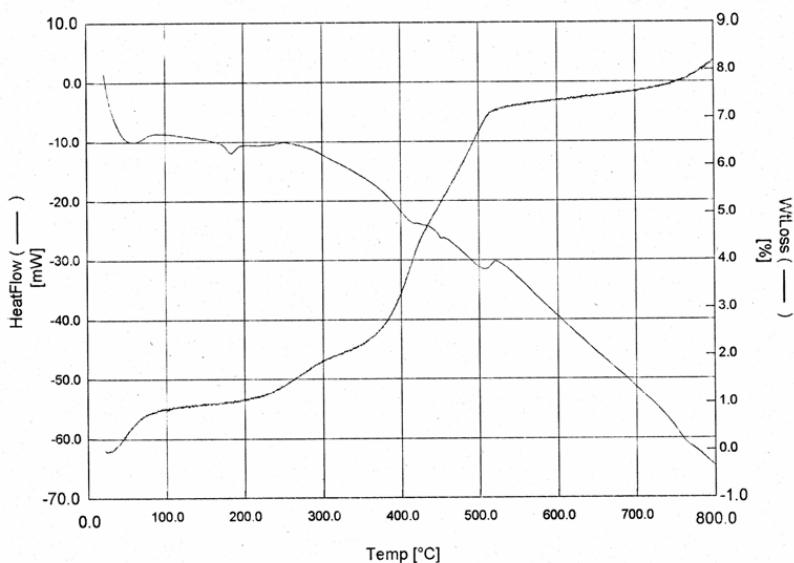


شکل ۲: نمودار XRD نیترات مس.

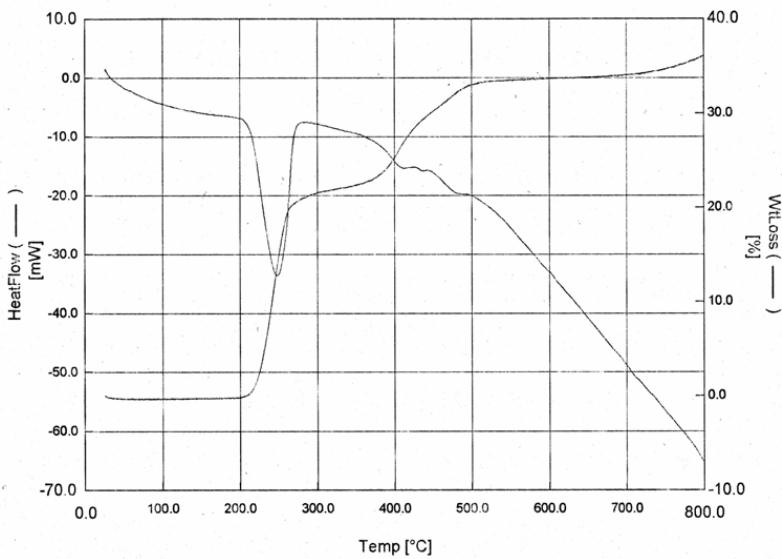
بررسی پیک‌های نمودار DTA نیترات نقره در شکل ۴ نشان می‌دهد که واکنش گرمائیر اصلی در محدوده دمایی ۳۵۰ - ۵۱۰ °C و واکنش ضعیف‌تری در حدود ۲۰۰ °C صورت گرفته است که می‌تواند به



شکل ۴: نمودار DTA/TG نیترات نقره.



شکل ۵: نمودار DTA/TG نیترات بیسموت.



شکل ۶: نمودار DTA/TG نیترات مس.

ضعیفتری در حدود 400°C صورت گرفته است. نمودار TG کاهش اصلی وزن را در محدوده دمایی $200^{\circ}\text{C}-500^{\circ}\text{C}$ و در دو مرحله نشان می‌دهد. کاهش کل وزن تا دمای 800°C حدود 35% برای این ماده است که نصف L.O.I. تجزیه شیمیایی است. وجود اختلاف تأیید می‌کند که دمای به کار گرفته شده برای انجام واکنش‌ها کافی نبوده است.

نمودار DTA اخرا (شکل ۷) واکنش گرمائیگر مستمر عاری از پیک از دمای محیط تا 800°C را نشان می‌دهد. با توجه به نمودار TG حدود $2,5\%$ کاهش وزن تا این دما رخ داده است. اگر L.O.I. تجزیه شیمیایی (اختلاف حرارتی در $100^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$) و کاهش وزن آزمون TG با یکدیگر مقایسه شوند، حدود $2,5\%$ اختلاف مشاهده می‌شود که

عمده این اتفاق در حدود 450°C حاصل شده است و رقمی غیر از اتفاق حرارتی حدود 52% تجزیه شیمیایی است. پس می‌توان نتیجه گرفت که نیترات بیسموت تا دمای 800°C کاملاً تجزیه نشده است و قسمت عمده ماده هنوز به صورت نیترات باقی‌مانده است که برای تجزیه به دمای بیشتری نیاز دارد. باید توجه داشت که تشکیل یوتکتیک^۱ نیترات بیسموت با سایر نیترات‌ها نظریه نقره و مس در مینا می‌تواند باعث تجزیه زود هنگام آن گردد.

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

1- Eutectic

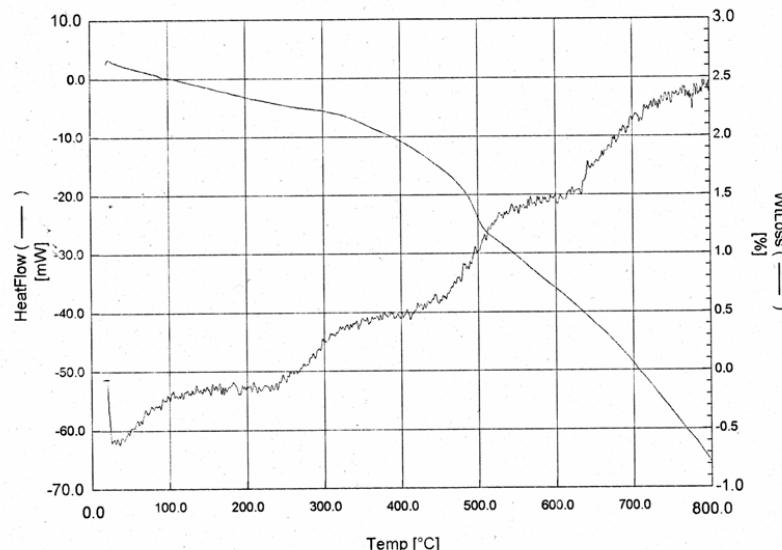
نیترات‌های نقره و بیسموت افزوده شده است و در نتیجه باید شباهت زیادی به نمودار آزمون حرارتی اخرا داشته باشد. در این نمودار واکنش گرمگیر از دمای 300°C تا 800°C به صورت مستمر بدون حضور 300°C پیکی ادامه دارد. کاهش وزن 6% درصدی نمودار TG تا دمای 300°C عمدتاً مربوط به اسید استیک افزوده شده به مینا است و درصد ناچیزی از آن به تجزیه نیترات‌های نقره، بیسموت و مربوط می‌شود. واکنش‌های حاصل از تجزیه نیترات‌های نقره، بیسموت و اخرا در محدوده دمایی $300^{\circ}\text{C} - 800^{\circ}\text{C}$ صورت گرفته است که این کاهش وزن حدود 8% در نمودار TG می‌تواند به انجام این واکنش‌ها ارتباط داشته باشد.

1- Mineralizer

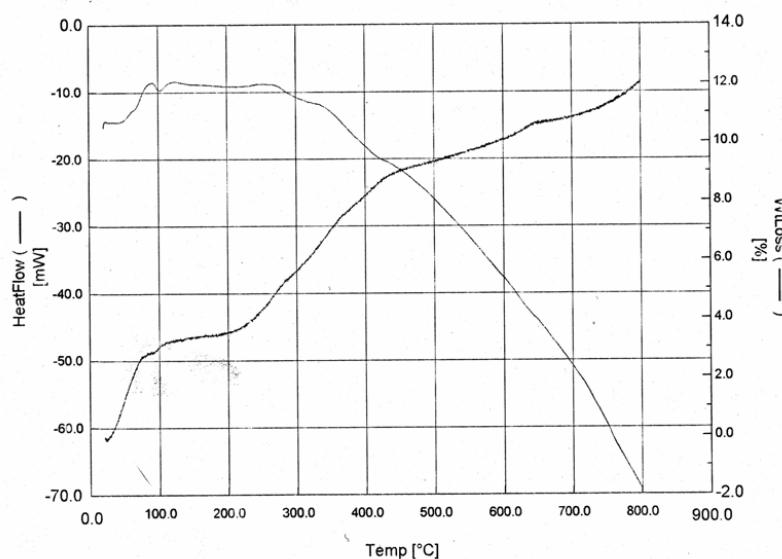
بيانگر انجام نشدن کامل واکنش‌ها است. کامل شدن واکنش‌ها یا با افزایش دما امکان‌پذیر است و یا در دمای 800°C و در حضور برخی از کانی‌سازها^۱ قابل دستیابی است.

در مجموع از نتایج نمودارهای DTA/TG می‌توان نتیجه‌گیری کرد که در محدوده دمایی $500^{\circ}\text{C} - 600^{\circ}\text{C}$ 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.

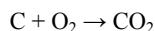
در شکل ۸ تجزیه حرارتی مینای زرین فام خام M_2 (مواد اولیه به همراه اسید استیک) مشاهده می‌شود. نمودار DTA/TG مینای M_2 در حقیقت نمودار اخراجی ($15\% / 85\%$) است که به آن درصدی (15%)



شکل ۷: نمودار DTA/TG اخراجی.



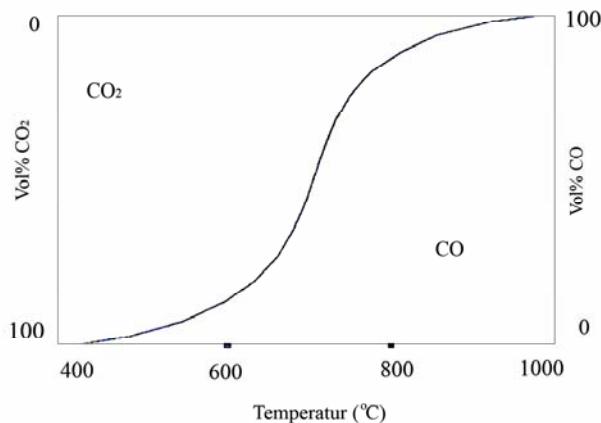
شکل ۸: نمودار DTA/TG مینای M_2



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



در پخت احیایی همواره در محدوده دمایی $400 - 1000^{\circ}C$ طبق واکنش (۳) در نسبت‌های حجمی متفاوت CO و CO_2 در تعادل می‌باشند. در شکل ۹ تعادل درصد حجمی CO و CO_2 بر حسب دما در فشار یک اتمسفر (معروف به قانون تعادلی بودووارد) نشان داده شده است.



شکل ۹: تغییرات نسبت حجمی CO - CO_2 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 مینایها 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 می‌افتد مینای زرین فام پس از جلا دادن سطح لعاب و زودن دوده آن به کمک پارچه ظاهر می‌شد.

بعد از پخت مینایها مشاهده شد که اتصال M_1 با لعاب پایه در مجموع ضعیف است بر عکس M_2 و M_3 ضمن اتصال خوب با لعاب پایه زرین فام با جلای مطلوب ایجاد نمودند. مینای 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_2 تقریباً منطقی است. باید توجه داشت که انجام واکنش‌ها در دماهای کمتر از دمای تجزیه واقعی مواد اولیه ناشی از تشکیل یوتکتیک بین نیترات‌ها، اخراً و احتمالاً اسید استیک موجود در مینای خام است.

چون در کیفیت مینای زرین فام پخته همسان اختلاف‌های 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 مینای 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 مینای M_1 در هر دو ضخامت خام مینایها آمده است. جلوه بعد از پخت مینای M_1 در آب محلول در آب زیاد و کم نامطلوب و M_2 که فاقد نمک‌های آهن محلول در آب است در ضخامت زیاد مطلوب و با کاهش ضخامت نامطلوب می‌شود. جلای M_3 پخته شده که حاوی سولفات آهن با حلایت 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 مینایها و تأثیر آن بر کیفیت جلوه زرین فام پخته.

مینای	ضخامت لایه خام به میکرون	کیفیت بعد از پخت
M_1	نامطلوب	۱۰۰
	نا مطلوب	۲۰
M_2	مطلوب	۱۰۰
	نا مطلوب	۲۰
M_3	مطلوب	۱۰۰
	نامطلوب	۲۰

تشخیص محدوده دمایی $600 - 600^{\circ}C$ برای پخت مینایها با کمک گرفتن از نتایج آزمون‌های حرارتی مواد اولیه صورت گرفت. از چوب گردی کاملاً خشک (به ازای 1300 cm^3 حجم کوره حدود 20 cm^3 چوب) برای احیاء مینایها با زمان توقف ۳۰ دقیقه در دمای بیشینه ($555^{\circ}C$) استفاده شد.

در هنگام سوختن موادی نظیر چوب، گاز و مشتقان نفتی ملکول‌های حاوی کربن موجود در آن‌ها با اکسیژن هوا ترکیب شده و طبق واکنش گرمایی $(1) CO_2$ تولید می‌شود.

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش اقدام به ساخت سه مینا با استفاده از مواد اولیه مناسب با هدف رسیدن به لایه مینایی زرین‌فام 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 زرین‌فام، خلوص بالای آن‌ها را تأیید نمودند.
- ۲- تجزیه فازی XRD اخرا به عنوان یک ماده اولیه مهم در ساخت مینای زرین‌فام حضور FeO , Fe_2O_3 , 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 زرین‌فام ولی تجزیه کامل آن‌ها بعد از این دما صورت می‌گیرد. با تکیه بر این نتایج اجرای احیاء در محدوده دمایی 555°C - 600°C مناسب تشخیص داده شد.

۴- کیفیت و رنگ لایه زرین‌فام 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°C لایه زرین‌فام طلایی قرح‌سان (M_2) و زرین‌فام طلایی (M_3) حاصل شد.

۶- چون رنگ زرین‌فام طلایی (M_3) مشابه زرین‌فام‌های 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 زرین‌فام پخته روی لعب کاشی پشت پوش شده صنعتی

(الف) زرین‌فام مینای M_2 و (ب) زرین‌فام 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 (7th 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. Bruntti, Giulivi, A. Sgamellotti, Shokouhi, Oliai, Rahighi, Lamehi-Rachti, M. Mellini, C. Viti, Characterization of decorations on Iranian (10th- 13th. 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. Bruntti, I. Mariani, A. Sgamellotti, F.Cariati, P. Fermo, M. Mellini, C. Viti, G. Paddeletti, 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. Hélary, 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 6th 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.