

## بررسی پارامترهای موثر بر سنتز رنگدانه لیتوپون به روش هم رسوبی شیمیایی

محمد رضوانی      استادیار گروه مهندسی مواد، دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه تبریز

### چکیده

رنگدانه لیتوپون مخلوطی از سولفید روی و سولفات باریم است که نسبت به رنگدانه‌های سفید برپایه سرب و اکسید روی از قدرت پوشانندگی بالاتری برخوردار است. به منظور تهیه این رنگدانه ابتدا مخلوطی از سولفات باریم و کربن اکتیو با نسبت‌های مختلف بصورت قرص پرس شدند. در نهایت سولفات باریم پرس شده در بستر کربنی در محدوده  $1300^{\circ}\text{C}$  -  $1150^{\circ}\text{C}$  به مدت ۲ ساعت احیا شد. براساس نسبت‌های استوکیومتری واکنش تشکیل لیتوپون، پس از تهیه محلول‌های سولفات روی و سولفید باریم، دمای واکنش در محدوده  $90^{\circ}\text{C}$  -  $70^{\circ}\text{C}$  و زمان‌های نگهداری ۱۰-۳۰۰ دقیقه کنترل شد. بررسی فازی لیتوپون توسط دستگاه پراشگر پرتو ایکس (XRD) انجام شد همچنین آنالیز عنصری به روش XRF و آنالیز شیمیایی‌تر نیز انجام شدند. همچنین اندازه‌گیری خواص فیزیکی رنگدانه شامل تعیین توزیع اندازه ذرات، سطح ویژه و دانسیته پودر نیز به ترتیب با روش‌های تشعشع لیزری، جذب گاز نیتروژن و پیکنومتر گازی اندازه‌گیری شد. در نهایت شرایط بهینه سنتز در مورد مواد اولیه صنعتی نیز مورد بررسی قرار گرفت.

کلمات کلیدی: رنگدانه، لیتوپون، رسوب‌گیری.

## Investigaion of Effective Parameters in Synthesis of Lithopon Pigment by Chemical Coprecipitation Method

M.Rezvani      Departement of Materials Engineering Faculty of  
Mechanical Engineering University of Tabriz

### Abstract

Lithopon Pigment is mixture of zinc sulphide and barium sulphate that covering power is higher than white pigments such as zinc oxide and lead oxide. In order to synthesis of lithopon, first various portions of barium sulphate and active carbon were pressed in pellets forms and in final stage barium sulphate was pressed and reduced at  $1150\text{-}1300^{\circ}\text{C}$  in carbon bed for 2h. According to reaction formula of lithopon formation, solutions of zinc sulphate and barium sulphide were prepared. Reactor temperature was controlled in range of  $70\text{-}90^{\circ}\text{C}$  and soaked for 10-300 min. Investigation of phases were used by X-Ray deffractometry, element analysis by XRF and wet chemical analysis. Also the physical properties of pigment such as partical size distribution, specific surface area and powder density were measured by laser particle sizer, nitrogen gas absorption (BET method) and gas picnometry. In the final stage, optimized parameters of synthesis were investigated by technical raw materials.

**Key words:** Pigment, Lithopon, White pigment, Coprecipitation method.

## ۱- مقدمه

رنگدانه‌ها ذرات جامدی هستند که برای به وجود آوردن خواص معینی در رنگ پراکنده می‌شوند. این خواص شامل رنگ ظاهری، پوشاندگی، دوام و استحکام مکانیکی، محافظت سطوح فلزی در مقابل خوردگی می‌باشند. در گروه رنگدانه‌های معدنی بخش رنگدانه‌های سفید، سولفید روی مورد توجه بسیاری قرار گرفته و دارای قدرت انعکاس خوب، مقاومت به سایش کم، پایداری شیمیایی و ... می‌باشد [۲].

لیتوپون مخلوطی از سولفید روی و سولفات باریم می‌باشد  $(xZnS + yBaSO_4)$  که Lithos به معنای رنگ و Ponos به معنای پوشش تشکیل شده می‌باشد. این رنگدانه نسبت به دی‌اکسید تیتانیم و سولفید روی از قدرت پوشاندگی کمتری برخوردار است و از رنگدانه‌های سفید سربی و اکسید روی قدرت پوشش‌دهی بالاتری دارد. لیتوپون از لحاظ شیمیایی خنثی است و در مقابل نور خورشید حساسیت دارد و سیاه می‌گردد که با افزایش ۰/۲-۰/۵ درصد وزنی نمک کبالت این مشکل رفع می‌گردد [۳ و ۴].

عبارهای مختلفی از لیتوپون در دسترس می‌باشد که سه گروه اصلی آن به صورت زیر است:

red seal بیانگر لیتوپون حاوی ۳۰ درصد وزنی سولفید روی است. در حالیکه green seal مربوط به لیتوپون حاوی ۴۰ درصد سولفید روی و در نوع silver seal میزان سولفید روی تا ۶۰ درصد وزنی افزایش می‌یابد. لیتوپون با عبارهای مختلفش در صنایع پلاستیک‌سازی، رنگسازی، کاغذ، جوهرهای چاپ، چسب‌ها و ترکیبات درزگیر استفاده می‌شود [۲].

روش‌های مختلفی برای تهیه رنگدانه لیتوپون گزارش شده است [۷-۱۳]:

۱- سنتز معمولی با استفاده از محلول‌های سولفید باریم و سولفات روی

۲- سنتز با استفاده از محلول  $ZnCl_2$

۳- سنتز با استفاده از  $Na_2S$

۴- استفاده از محلول  $ZnCl_2$  و  $Na_2SO_4$ . در این تحقیق از روش‌های اول و دوم برای تهیه لیتوپون استفاده شد.

## ۲- روش کار

مواد اولیه مورد استفاده در این تحقیق عبارتند از:

$(Merck No.8882) ZnSO_4 \cdot H_2O$

$(Merck No.1750) BaSO_4$

$(Merck No.2556) CoSO_4 \cdot 7H_2O$

کربن اکتیو  $(Merck No.2186)$

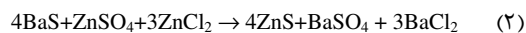
$(Merck No.8816) ZnCl_2$

همه مواد اولیه از درجه خلوص بالای ۹۹/۹ درصد برخوردار بودند. پس از دستیابی به شرایط بهینه سنتز از مواد اولیه صنعتی نیز استفاده شد که عبارت بودند از: باریت (شرکت فلات ایران)،  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$  و محلول  $ZnCl_2$  با غلظت  $580 \frac{g}{lit}$  (شرکت پرشن شیمی).

## ۲-۱- تهیه محلول سولفید باریم

به منظور تهیه سولفید باریم ابتدا مخلوطی از سولفات باریم و کربن اکتیو به شکل قرص‌هایی به قطر ۳۰ و ضخامت ۳ میلی‌متر آماده شدند. قرص‌های تهیه شده در بوته زیرکلی حاوی کربن قرار گرفته و در بوته‌ها توسط یک صفحه نسوز زیرکلی بسته شدند تا محیط نسبتاً احیایی گردد. سپس با استفاده از کوره الکتریکی در محدوده دمایی  $1150-1300^\circ C$  و زمان نگهداری ۲ ساعت عملیات حرارتی انجام گرفت. سولفید باریم حاصله در دمای  $600^\circ C$  و زمان نگهداری ۱ ساعت در اتمسفر هوا کربن‌زدایی شد.

پودر BaS کربن‌زدایی شده با استفاده از هاون عقیق تا اندازه ذرات کمتر از  $63 \mu m$  ریز شد. براساس استوکیومتری واکنش‌های (۱) و (۲)



به منظور تهیه محلول‌های سولفید باریم  $16/10$  و  $26/16$  گرم سولفید باریم به  $120 \text{ cm}^3$  آب  $80^\circ C$  اضافه شد و مجموعه توسط همزن مغناطیسی همزده شد (برای جلوگیری از نوسانات دمائی مجموعه درون حمام روغن قرار گرفت).

## ۲-۲- تهیه محلول سولفات روی

با توجه به استوکیومتری واکنش برای تهیه محلول سولفات روی حدود  $74/4$  و  $77/10$  گرم سولفات روی به  $120 \text{ cm}^3$  آب  $90^\circ C$  اضافه شد. پس از انحلال، محموله به دکانتور پیرکس

در شرایط بهینه توسط دستگاه ICP مدل ARL-340 و دستگاه XRF مدل 8410 انجام شد. اندازه‌گیری توزیع اندازه ذرات به روش پراکندگی پرتو لیزر با استفاده از دستگاه Analysette 22 شرکت Fritsch انجام شد. برای اندازه‌گیری سطح ویژه رنگدانه لیتوپون از دستگاه Gemini 2360 شرکت Micromeritics براساس جذب فیزیکی گاز نیتروژن بر روی سطح ذرات با استفاده از روش BET در فشارهای مختلف انجام گرفت. چگالی پودر نیز با استفاده از دستگاه پیکنومتر گازی مدل Accupyc 1330 شرکت Micromeritics اندازه‌گیری شد. با توجه به اهمیت عبار لیتوپونسنتزی تعیین کمی مقدار ZnS با استفاده از روش آنالیز شیمیایی تر نیز مورد بررسی قرار گرفت.

جدول ۱ مشخصات مربوط به قرص‌های سولفات باریم جهت تهیه سولفید باریم در شرایط مختلف را نشان می‌دهد. جدول ۲ شرایط سنتز رنگدانه لیتوپون خام با استفاده از واکنش‌های استوکیومتری (۱) و (۲) (بخش روش کار) با نسبت‌های مختلف مواد اولیه را نمایش می‌دهد. در کلیه موارد زمان افزودن محلول سولفات روی به سولفید باریم ۵ دقیقه، pH واکنش ۶-۶/۵، زمان نگهداری واکنش ۱ تا ۵ ساعت با فاصله زمانی یک ساعت و دمای واکنش ۹۰°C ثابت نگاهداشته شد.

منتقل شد و همچنین حدود ۰/۵ درصد وزنی سولفات کبالت هیدراته نیز به مجموعه اضافه شد.

### ۳-۲- تهیه لیتوپون

محلول نمک سولفات روی موجود در دکانتور پیرکس در مدت زمان ۵ دقیقه به ظرف حاوی محلول سولفید باریم اضافه شد. دمای واکنش از ۷۰ تا ۹۰°C و زمان فرآیند هم‌رسوبی از ۱ تا ۵ ساعت تغییر یافت. pH واکنش با استفاده از محلول NaOH در محدوده ۶-۶/۵ ثابت نگهداشته شد. همچنین به منظور تهیه عیارهای مختلف لیتوپون از نسبت‌های مختلف محلول  $ZnCl_2$  (یک تا سه برابر استوکیومتری) نیز استفاده شد. پس از پایان فرآیند هم‌رسوبی سوسپانسیون حاصله توسط کاغذ صافی، صاف شده و لیتوپون خام پس از خشک شدن توسط مخلوط‌کن آزمایشگاهی و گلوله‌های آلومینایی آسیاب شدند. پودر لیتوپون خام با استفاده از بوته زیر کونی در دمای ۶۵۰°C به مدت ۲ ساعت در اتمسفر معمولی حرارت داده شد. به منظور بررسی فازی و پیگیری روند واکنش از لیتوپون خام و کلسینه شده از دستگاه پراشگر پرتو ایکس مدل PW 3710 شرکت Philips استفاده شد. آنالیز شیمیایی رنگدانه سنتز شده

جدول ۱- مشخصات مربوط به احیای سولفات باریم و تهیه سولفید باریم

نمونه	نسبت سولفات باریم به کربن اکتیو (gr/gr)	نوع بستر	دما (°C)	زمان فرآیند (min)
BS1	۳,۲۲/۲,۷۳	-	۱۱۵۰، ۱۲۰۰، ۱۲۵۰ و ۱۲۵۰	۱۲۰
BS2	۴,۰۹/۲,۷۳	-	۱۱۵۰، ۱۲۰۰، ۱۲۵۰ و ۱۲۵۰	۱۲۰
BS3	۴,۲۵/۱,۷۰	-	۱۱۵۰، ۱۲۰۰، ۱۲۵۰ و ۱۲۵۰	۱۲۰
BS4	۵/۱	-	۱۱۵۰، ۱۲۰۰، ۱۲۵۰ و ۱۲۵۰	۱۲۰
BS5	۳,۲۲/۲,۷۳	کربن	۱۱۵۰	۱۲۰
BS6	۳,۲۲/۰	کربن	۱۱۵۰	۱۲۰

جدول ۲- ترکیبات مختلف مورد استفاده در سنتز لیتوپون خام

نمونه	نوع واکنش	BaS (gr)	ZnSO <sub>4</sub> (gr)	ZnCl <sub>2</sub> (gr)	CoSO <sub>4</sub> (gr)
LC1	۱	۱۶/۱۰	۷۷/۱۰	-	-
LC2	۲	۲۶/۱۶	۷۴/۴	۸۶/۱۶	۰,۲/۰
LC3	۲	۲۶/۱۶	۷۴/۴	۷۲/۳۳	۰,۲/۰
LC4	۲	۲۶/۱۶	۷۴/۴	۵۸/۵۰	۰,۲/۰

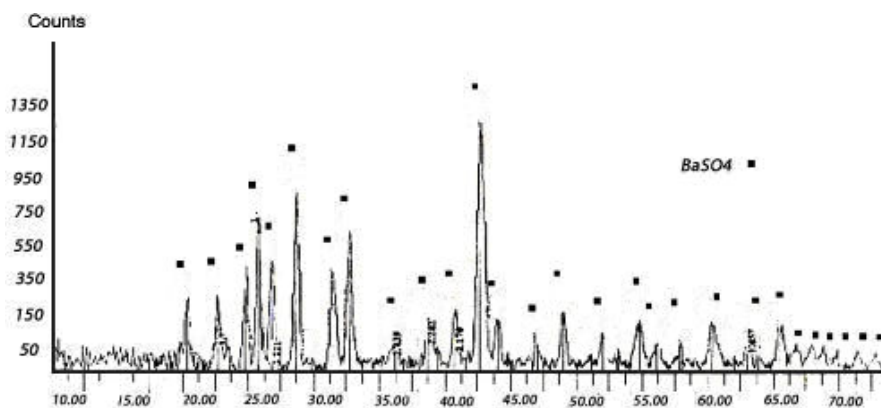
## ۳- نتایج و بحث

مدت ۲ ساعت کربنزدایی شد. در این حالت بر شدت پیک‌های اصلی سولفید باریم نیز افزوده شده است. در سنتز رنگدانه لیتوپون خام به دلیل حضور سولفید باریم و سولفات روی در واکنش که اولی حاوی آنیون  $S^{2-}$  و دومی حاوی کاتیون بازی ضعیف  $Zn^{2+}$  می‌باشد، می‌توان انتظار داشت که pH محیط در سنتز مؤثر است. با کاهش pH، سولفید کافی جهت واکنش با  $Zn^{2+}$  در دسترس نمی‌باشد، به نظر می‌رسد که با افزایش غلظت  $H^+$  در محلول، سولفید  $S^{2-}$  به جای واکنش با  $Zn^{2+}$  تبدیل به یون  $HS^-$  یا حتی  $H_2S$  شده و ماسکه می‌شود. بنابراین در تحقیق حاضر از محدوده pH ۶ الی ۶/۵ استفاده شد [۱۴].

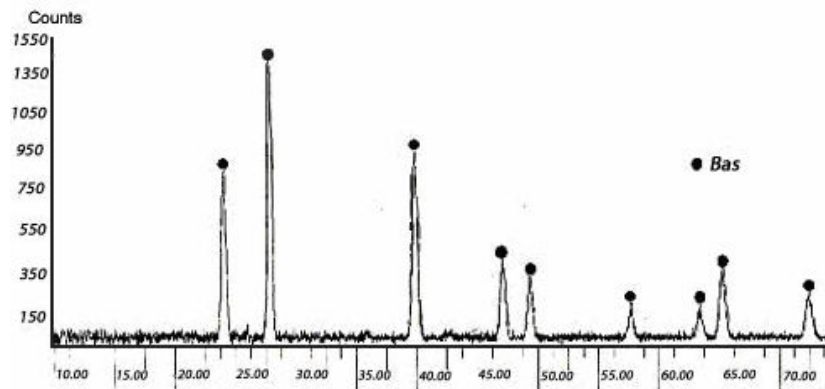
بررسی الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه‌های BS1 تا BS4 نشان می‌دهد که به دلیل عدم شرایط احیایی مناسب، سولفید باریم تشکیل نشده است. شکل ۱ الگوی پراش پرتو ایکس نمونه BS1 را نمایش می‌دهد.

همچنین افزایش دما در احیاء سولفات باریم تحت شرایط فوق بی‌تأثیر است، به نظر می‌رسد که کربن مورد استفاده در قرص‌ها قبل از انجام واکنش توسط اکسیژن موجود اکسیده شده است و به دلیل عدم استفاده از بستر کربن واکنش احیاء انجام نمی‌گیرد. در مورد نمونه BS5 صرفاً با استفاده از بستر کربن احیای سولفات باریم انجام گرفت که شکل ۲ الگوی پراش پرتو ایکس نمونه مذکور را نمایش می‌دهد.

پیک‌های مربوط به شکل ۲ فقط حضور فاز سولفید باریم را نشان داد. پس از آسیاب کردن سولفید باریم برای اطمینان از عدم حضور کربن باقی مانده، سولفید باریم در دمای  $600^\circ C$  به



شکل ۱- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه BS1



شکل ۲- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه BS5

یکی دیگر از پارامترهای مهم در سنتز لیتوپون دماست که می‌تواند نقش تعیین کننده در پیشرفت فرآیند هم رسوبی داشته باشد. با توجه به اینکه برای انجام واکنش از دمای  $90^{\circ}\text{C}$  استفاده شد در ادامه دماهای  $70^{\circ}\text{C}$  تا  $90^{\circ}\text{C}$  با فاصله دمایی  $5^{\circ}\text{C}$  درجه نیز مورد بررسی قرار گرفت. جدول ۳ آنالیز شیمیایی به روش تر در مورد نمونه‌های سنتز شده در دماهای مختلف را نمایش می‌دهد.

جدول ۳- مشخصات نمونه LC2 سنتز شده در دماهای

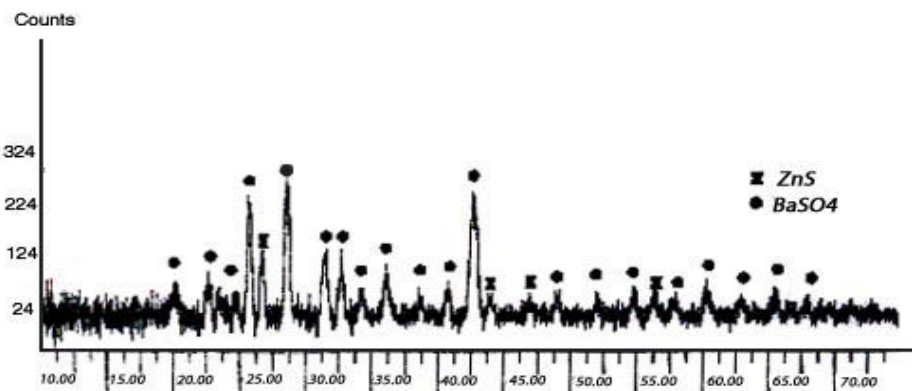
مختلف

میزان ZnS (%Wt)	دمای محیط واکنش ( $^{\circ}\text{C}$ )
۳۰/۸۶	۷۰
۳۱/۹۰	۷۵
۳۷/۵	۸۰
۳۶/۷۹	۸۵
۳۴/۴۳	۹۰

قابل ذکر است که سایر پارامترها (زمان نگهداری، نسبت مواد اولیه و pH) ثابت در نظر گرفته شد. همانطور که ملاحظه می‌گردد اثر دما در میزان ZnS موجود در درجه حرارت‌های بالاتر از  $80^{\circ}\text{C}$  اثر چندانی نداشته و حتی می‌تواند به اندکی کاهش منجر شود. به نظر می‌رسد که در محدوده آزمایش‌های انجام شده در این تحقیق دمای  $80^{\circ}\text{C}$  مناسبترین دما برای تشکیل لیتوپون باشد.

نمونه‌های حاصل از هم رسوبی پس از صاف شدن در دمای  $105^{\circ}\text{C}$  به مدت یک روز خشک شدند. براساس کارت JCPDS شماره ۳۶-۱۴۵۰ پیک ۱۰۰ فاز ZnS در  $2\theta$  حدود  $27^{\circ}$  درجه می‌باشد. براساس الگوهای پراش پرتو ایکس شکل ۳ که مربوط به نمونه‌های LC1 با زمان نگهداری ۱ ساعت می‌باشد علاوه بر فاز ZnS، سولفات باریوم نیز حضور دارد این مسئله بیانگر تشکیل لیتوپون می‌باشد. شدت کم پیک‌های سولفید روی در نمونه LC1 می‌تواند به دلیل عدم شرایط مناسب برای واکنش باشد.

در ادامه با توجه به شدت نسبی بیشتر پیک‌های سولفید روی در نمونه LC2 به منظور بررسی اثر زمان نگهداری واکنش در سنتز لیتوپون زمان از ۱ تا ۵ ساعت افزایش یافت. شدت پیک‌های مربوط به ZnS با افزایش زمان ماندگاری بیشتر شد. بنابراین مناسبترین زمان نگهداری واکنش تحت شرایط ذکر شده ۵ ساعت است که براساس نتایج آنالیز شیمیایی ترو آنالیز XRF، درصد ZnS تحت این شرایط  $34/43$  درصد می‌باشد. با افزایش  $\text{ZnCl}_2$  به میزان ۲ و ۳ برابر مقدار استوکیومتری در نمونه‌های LC3 و LC4 درصد ZnS به ترتیب  $46/50$  و  $65/50$  حاصل شدند. قابل ذکر است که pH و دمای واکنش در کلیه موارد ثابت در نظر گرفته شده است. براساس معادلات سینتیکی سرعت انجام واکنش‌های شیمیایی در ابتدا زیاد بوده و با گذشت زمان کاهش می‌یابد به نحوی که در اغلب واکنش‌ها پس از گذشت مدت زمانی مشخص سینتیک واکنش به حالت پایا (Steady State) می‌رسد که براساس نتایج حاصل شده زمان رسیدن به حالت ذکر شده در این واکنش ۵ ساعت می‌باشد.

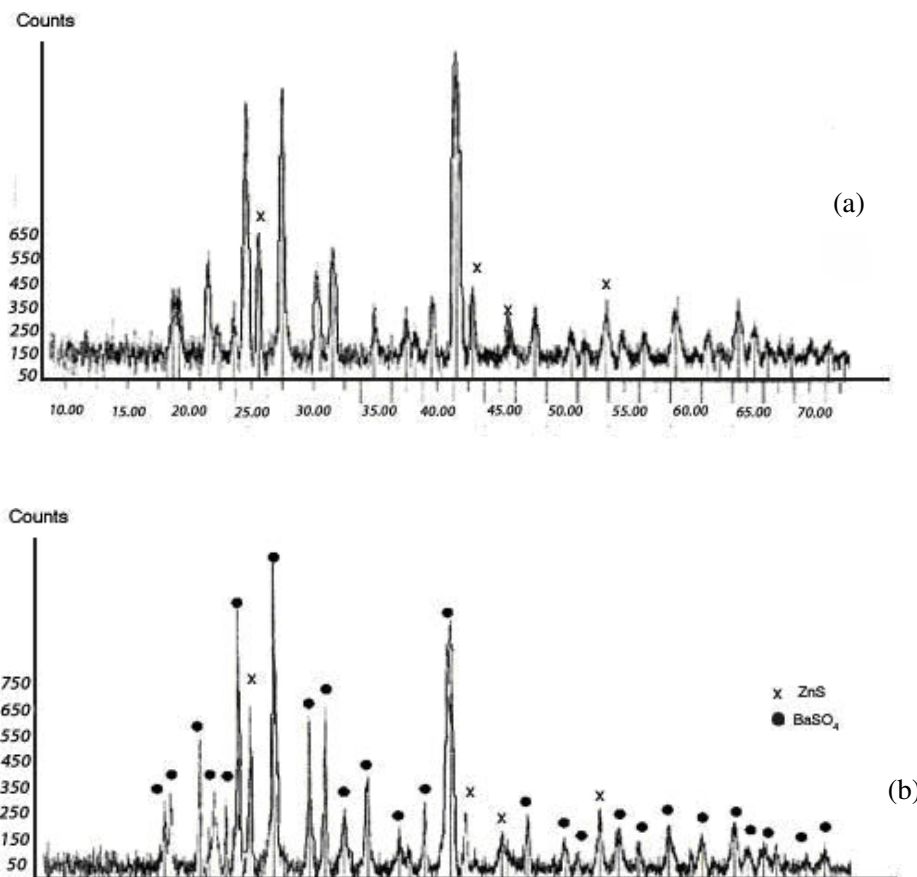


شکل ۳- الگوی پراش پرتو ایکس لیتوپون خام سنتز شده LC1

اندازه‌گیری برخی از خواص فیزیکی لیتوپون به دست آمده از مواد اولیه صنعتی مانند توزیع اندازه ذرات، سطح ویژه و چگالی پودر در مورد نمونه‌های LC3-M، LC4-M انجام گرفت. میانگین اندازه ذرات نمونه LC3-M،  $d_{50} = 1/9 \mu\text{m}$  است که اندازه ذرات محصول در محدوده نسبتاً وسیعی از اندازه‌های درشت و ریز قرار گرفته است در حالی که برای نمونه LC4-M  $d_{50} = 1/16 \mu\text{m}$  می‌باشد. به نظر می‌رسد با افزایش میزان  $\text{ZnCl}_2$  بر سرعت جوانه‌زنی  $\text{ZnS}$  افزوده شده در حالی که در نمونه LC3-M سرعت رشد ذرات بیشتر شده است.

در ادامه تحقیق از مواد اولیه صنعتی و واکنش شماره (۲) استفاده شد. سایر شرایط سنتز به شرح زیر ثابت در نظر گرفته شد: دمای واکنش گاه  $80^\circ\text{C}$ ، زمان نگهداری ۵ ساعت،  $\text{pH} = 6 - 6/5$ ، نسبت‌های  $\text{ZnCl}_2$  مورد مصرف ۱، ۲ و ۳ برابر میزان استوکیومتری. جدول ۴ مشخصات لیتوپون سنتز شده از مواد صنعتی با شرایط بهینه سنتز و نسبت‌های مختلف  $\text{ZnCl}_2$  را نمایش می‌دهد.

لیتوپون خام به دلیل نداشتن خواص رنگدانه‌ای و توزیع اندازه ذرات مناسب در دمای  $65^\circ\text{C}$  و زمان ۲ ساعت کلسینه شد. مقایسه الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه‌ها قبل و بعد از کلسیناسیون مطابق شکل ۴ افزایش شدت نسبی پیک‌های  $\text{ZnS}$  را بعد از کلسیناسیون نمایش می‌دهد.



شکل ۴- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه LC2-M قبل (a) و بعد از کلسیناسیون (b)

جدول ۴- مشخصات نمونه‌های سنتز شده با استفاده از مواد صنعتی

نمونه	در صد ZnS	نسبت ZnCl <sub>2</sub> در واکنش استوکیومتری
LC2 - M	۳۵/۷۶	۱
LC3 - M	۴۶/۵۸	۲
LC4 - M	۵۲/۳۶	۳

نازل باریت، این امر به طور بالقوه میتواند به کاهش هزینه تولید رنگدانه نهایی منجر شود.

#### مراجع

- [1] Morgans, W. M., *Outlines of paint Technology*, Edward Arnold, London, 1990.
- [2] Peter, A. L., *Pigment Handbook*, Vol. 1, John Wiley and Sons, New York, 1988.
- [3] Buchner, W., Schliebs, R., Winter, G. and Buchel, K. H., *Industrial Inorganic Chemistry*, VCH, New York, 1989.
- [4] Gunter, B., *Industrial Inorganic Pigment*, John Wiley and Sons, New York, 1998.
- [5] Ephrain, J., *Process of Manufacturing Lithopone*, British Patent, 16516 (1906).
- [6] Issel, M., *Modernized Lithopone Finds Uses in the paint Industry*, Sino American Metals and Minerals Inc, Emeryvill, California, 1991.
- [7] Brunet, L., *Method of Formation of a Lithopone Having a Sulfite of Baryta Base*, U.S. Patent, 838769 (1906).
- [8] Brever, I.A., *Manufacture of Lithopons*, U.S. Patent, 1414793 (1922).
- [9] Mitchell, J. L., *Apparature for Calcining Lithopone*, U.S. Patent, 1478347 (1923).
- [10] Schanche, H.G., *Process of Muffering Lithopone and Apparatus Therefor*, U.S. Patent, 1489790 (1924).
- [11] Clayton, W.F., *Manufacture of Lithopone*, U.S. Patent, 1817183 (1931).
- [12] Othmer, K., *Encyclopedia of Chemical Technology*, Vol.4, 1978.
- [13] Gunter, K, Matthias, S. and Heinz, S., *Recycling of Residues from Manufacture*, Ger. Patent, 4121108 (1992).
- [14] Celikaya and M. Akic, *Morphology of Zinc Sulfide Particles Produced from Various Zinc Salts by Homogenous Precipitation*, J. Am. Ceram. Soc., Vol. 73, no. 2, pp. 245-50, 1990.
- [15] Vacassy, Retal, *Synthesis of Controlled Spherical Zinc Sulfide Particles by Precipitation from Homogenous Solutions*, J. Am. Ceram. Soc., Vol. 81, no.10, pp. 2699-2705, 1998.

بنابراین توزیع اندازه ذرات در نمونه LC4-M به سمت ذرات ریزتر میل می‌کند. ولی در نمونه LC3-M ذرات غالباً درشت‌تر شده و بیشتر رشد می‌کنند [۱۵]. میانگین سطح ویژه نمونه LC3-M برابر  $17/9272 \text{ m}^2/\text{gr}$  است در حالیکه این ویژگی برای نمونه LC4-M برابر  $24/1153 \text{ m}^2/\text{gr}$  حاصل شده است. به نظر می‌رسد در نمونه LC3-M تمایل به آگلومره شدن ذرات بیشتر است زیرا به نقطه ایزوالکتریک سولفید روی نزدیکتر شده است [۱۴ و ۱۵].

میانگین چگالی پودری نمونه  $3/7665 \text{ gr/cm}^3$  LC3-M و برای نمونه LC4-M برابر  $3/7420 \text{ gr/cm}^3$  است. با توجه به اینکه درصد ZnS در حالت دوم افزایش یافته لذا انتظار می‌رود که چگالی پودر این نمونه نسبت به نمونه LC3-M کاهش یابد که نتایج به دست آمده از دستگاه پیکنومترگازی نیز این مسئله را تأیید می‌کند.

#### ۴- نتیجه‌گیری

نتایج حاصل از این پژوهش به طور خلاصه به شرح زیر می‌باشد:

۱- یکی از گام‌های مهم و تعیین کننده در سنتز لیتوپون ایجاد شرایط مناسب برای تهیه سولفید باریم از طریق احیای کنترل شده سولفات باریم است. درجه حرارت  $1150^\circ \text{C}$  در زمان نگهداری ۲ ساعت برای احیای سولفات باریم که به شکل قرص پرس شده است مناسب ترین حالت برای تهیه سولفید باریم گزارش می‌شود.

۲- برای تهیه لیتوپون با عیارهای بالا اغلب لازم است که نسبت واکنش کننده‌ها به ویژه  $\text{ZnCl}_2$  از نسبت استوکیومتری بالاتر انتخاب شود.

۳- زمان نگهداری ۵ ساعت برای واکنش هم رسوبی،  $6/5 - 6$  pH در دمای  $80^\circ \text{C}$  در محدوده آزمایش‌های به عمل آمده مناسبترین حالات گزارش می‌شوند.

۴- به نظر می‌رسد که استفاده از مواد اولیه معدنی نظیر باریت برای تهیه لیتوپون کاملاً امکانپذیر باشد. با توجه به قیمت نسبتاً





