

# Tổng hợp chất màu gốm sứ $ZnFe_2O_4$ theo phương pháp tiên chất đi từ tinh bột

Trần Dương<sup>1</sup>, Nguyễn Thị Bảo Vi<sup>1</sup>, Trần Đồng Linh Chi<sup>1</sup>, Đinh Quý Hương<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Khoa Hóa, Trường Đại học Sư Phạm, Đại học Huế, 34 Lê Lợi, Thành phố Huế.

Tác giả liên hệ\*: dinhquyhuong@dhsphue.edu.vn

## Tóm tắt:

Chất màu gốm sứ  $ZnFe_2O_4$  đơn pha đã được tổng hợp thành công bằng phương pháp tiên chất tinh bột. Các phương pháp phân tích nhiệt (TG-DSC), quang phổ hồng ngoại (IR), nhiễu xạ tia X (XRD) đã được sử dụng để khảo sát quá trình tổng hợp chất màu. Kết quả cho thấy tỷ lệ mol  $H_2O$ /tinh bột bằng 60, tỷ lệ mol tinh bột/ion kim loại bằng 0,4 là các điều kiện thích hợp để tổng hợp chất màu. Ngoài ra, kết quả XRD cho thấy cấu trúc spinel  $ZnFe_2O_4$  được nung trong 60 phút ở nhiệt độ 1100 °C có độ kết tinh tốt. Chất màu nâu thu được tạo lớp men bóng, sáng và đẹp, đáp ứng được các yêu cầu trong sản xuất gốm sứ.

**Từ khóa:** chất màu, spinel, tiên chất, tinh bột,  $ZnFe_2O_4$

## 1. Đặt vấn đề

Hiện nay, ngành sản xuất gốm sứ trên thế giới cũng như ở Việt Nam đã có những bước phát triển mạnh mẽ, đặc biệt là ngành sản xuất gạch ốp lát ceramic và granite. Các sản phẩm gốm sứ dân dụng mỹ nghệ và gạch ốp lát không những rất đa dạng về mẫu mã, chủng loại mà còn rất phong phú về màu sắc [1].

Các chất màu sử dụng phổ biến cho sản xuất gốm sứ thường có cấu trúc mạng tinh thể bền như spinel, zircon, corundum, cordierite, augite. Trong đó, chất màu có cấu trúc mạng spinel ( $AB_2O_4$ ) thuộc hệ màu hiện đại, được nhiều nhà nghiên cứu quan tâm bởi chúng có nhiều đặc tính quan trọng như: màu sắc tươi sáng, độ trong suốt, độ bền hóa học, cơ học, khả năng chịu nhiệt cao...[2-4]. Với nhiều đặc tính như vậy nên chúng có nhiều ứng dụng quan trọng trong khoa học kỹ thuật để chế tạo laser, màn hình mỏng huỳnh quang, chất xúc tác, vật liệu chịu nhiệt cao và được sử dụng rất phổ biến cho sản xuất gốm sứ.

Có nhiều phương pháp khác nhau được sử dụng để tổng hợp chất màu như phương pháp đồng kết tủa, phương pháp sol-gel, phương pháp tiên chất, phương pháp Pechini... Trong đó phương pháp tiên chất có nhiều ưu điểm như nhiệt độ tổng hợp thấp, đơn giản, tiết kiệm chi phí và đặc biệt là thân thiện với môi trường [5].

Do đó, chúng tôi đã lựa chọn nghiên cứu tổng hợp chất màu trên nền mạng spinel  $ZnFe_2O_4$  theo phương pháp tiên chất đi từ tinh bột (TB). Những tiên chất này khi nung chúng phân hủy thành các oxit kim loại rất mịn, có hoạt tính cao, tạo điều kiện để phản ứng pha rắn xảy ra dễ dàng hơn. Bên cạnh đó, các yếu tố như tỉ lệ mol nước/tinh bột, tinh bột/ion kim loại ( $M^{n+}$ ), nhiệt độ nung đều được khảo sát nhằm lựa chọn điều kiện tối ưu cho sự hình thành mạng spinel hoàn chỉnh với màu sắc đẹp, bền.

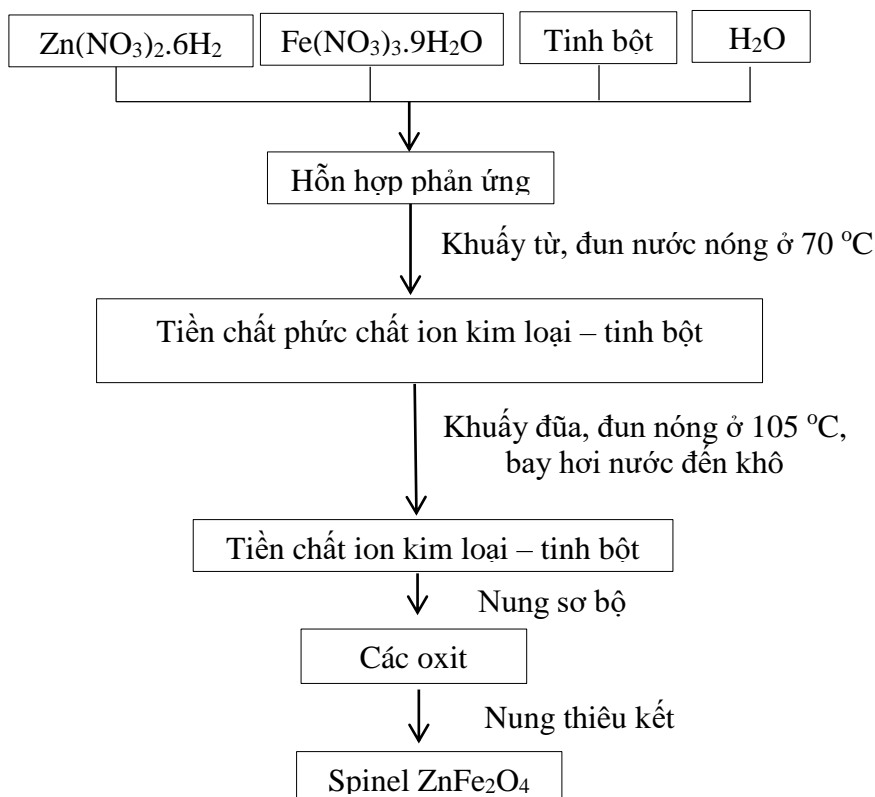
## 2. Thực nghiệm

### 2.1. Hóa chất

Các hóa chất  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , tinh bột tan được đặt mua từ hãng Energy, Trung Quốc.

### 2.2. Phương pháp

Hỗn hợp gồm các muối  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ , tinh bột và nước cất với tỷ lệ xác định được khuấy đều trong 10 phút để cho các muối tan hoàn toàn, sau đó vừa khuấy vừa đun nóng chúng ở  $70^\circ\text{C}$  trên bếp cách thủy trong thời gian 60 phút để cho quá trình thủy phân tinh bột xảy ra (quan sát sơ đồ ở Hình 1). Tiếp tục gia nhiệt hỗn hợp lên khoảng  $105^\circ\text{C}$  và khuấy đều trong thời gian 3 – 4 giờ, hỗn hợp phản ứng từ từ chuyển sang dạng gel đặc sánh màu nâu. Khi nước bay hơi từ từ đến khô, tiền chất ion kim loại – tinh bột hình thành.



**Hình 1.** Sơ đồ tổng hợp spinel  $\text{ZnFe}_2\text{O}_4$

Phối liệu được sấy khô ở  $105^\circ\text{C}$  đến khối lượng không đổi. Phổ hồng ngoại IR của tiền chất phức chất ion kim loại-tinh bột được đo bằng máy đo phổ IRPrestige-21 (Shimadzu) trong khoảng bước sóng  $400\text{--}2000\text{ cm}^{-1}$  để xác định liên kết hình thành giữa các ion kim loại và tinh bột. Tiếp theo, mẫu sẽ được phân tích nhiệt TG-DSC bằng

cách sử dụng máy Labsys TG/DSC Setaram (Pháp) ở nhiệt độ phòng với nhiệt độ tối đa 1000 °C, tốc độ gia nhiệt 15 °C/phút.

Sau đó, mẫu được tiến hành nung sơ bộ để phân hủy tiền chất tinh bột-kim loại, đốt cháy tinh bột, thu được các oxit ZnO và Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ở dạng vô định hình có hoạt tính cao. Phối liệu được nghiền mịn và ép viên hình trụ với lực nén 300 kg/cm<sup>2</sup>. Các mẫu được nung thiêu kết ở các nhiệt độ khác nhau với thời gian lưu 60 phút trong lò nung Lenton ECF 12/4 (Anh).

Thành phần pha tinh thể của sản phẩm sau khi nung được xác định bằng phương pháp nhiễu xạ X-ray (XRD) sử dụng máy đo Bruker D8 Advance (Đức) ở nhiệt độ phòng. Kích thước hạt của mẫu được tính theo phương trình Debye-Scherrer [6, 7]:

$$d = \frac{0,9 \times \lambda}{\beta \times \cos \theta} \quad (1)$$

Trong đó:  $d$  là kích thước tinh thể (nm);  $\lambda$  là bước sóng X-ray (1,54056 Å),  $\theta$  là góc nhiễu xạ Bragg (radian);  $\beta$  độ rộng nửa chiều cao pic cực đại của đỉnh nhiễu xạ (radian).

### 3. Kết quả và thảo luận

Chúng tôi tiến hành khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến sự hình thành pha spinel ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> như tỷ lệ mol H<sub>2</sub>O/tinh bột, tỷ lệ mol tinh bột/M<sup>n+</sup>, nhiệt độ nung đến quá trình tạo pha spinel.

#### 3.1. Khảo sát tỷ lệ mol H<sub>2</sub>O/tinh bột

**Bảng 1.** Thành phần phối liệu các mẫu có tỷ lệ mol H<sub>2</sub>O/tinh bột khác nhau

Ký hiệu mẫu	Tỷ lệ mol TB/M <sup>n+</sup>	Tỷ lệ mol H <sub>2</sub> O/TB	Thành phần (%) theo khối lượng			
			Zn(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> .9H <sub>2</sub> O	TB	H <sub>2</sub> O
M1	0,4	50	8,01	21,78	5,24	64,97
M2	0,4	60	7,08	19,28	4,63	69,01
M3	0,4	70	6,36	17,29	4,16	72,19
M4	0,4	80	5,76	15,67	3,77	74,80
M5	0,3	60	7,17	19,50	3,52	69,81
M6	0,5	60	7,01	19,08	5,74	68,17
M7	0,6	60	6,92	18,84	6,80	67,44

Tỷ lệ mol H<sub>2</sub>O/tinh bột là một thông số quan trọng, ảnh hưởng đến quá trình thủy phân tinh bột. Nếu tỷ lệ này quá lớn, gel thu được sau quá trình thủy phân loãng, quá trình bay hơi nước sẽ kéo dài gây hao phí năng lượng và thời gian. Ngược lại, nếu tỷ lệ này nhỏ, gel thu được đặc sánh, độ nhớt cao sẽ gây khó khăn trong quá trình khuấy trộn. Để xác định tỷ lệ mol H<sub>2</sub>O/tinh bột thích hợp, chúng tôi chuẩn bị 4 mẫu khảo sát (M1,

M2, M3, M4) có tỷ lệ mol tinh bột/ $M^{n+}$  đều bằng 0,4; tỷ lệ mol  $H_2O$ /tinh bột tăng từ 50 đến 80; mẫu được ký hiệu tương ứng từ M1 đến M4. Thành phần phối liệu các mẫu khảo sát được trình bày ở Bảng 1.

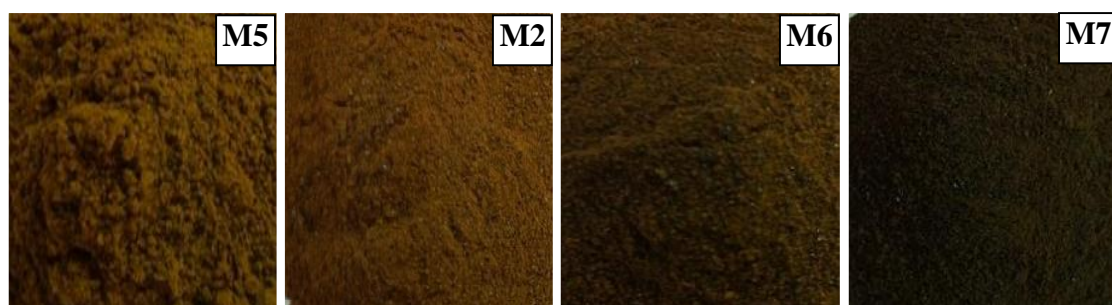
Qua quá trình khảo sát chúng tôi nhận thấy: đối với mẫu M1 hỗn hợp phản ứng khi thủy phân ở  $70\text{ }^\circ\text{C}$  có dạng gel đặc sánh, rất khó khuấy trộn. Trong khi đó, đối với các mẫu M3 và M4 sau khi thủy phân 1,0 giờ dạng gel thu được tương đối loãng nên thời gian đun cách thủy làm bay hơi nước kéo dài, tiêu tốn năng lượng và thời gian. Do vậy, chúng tôi chọn mẫu M2 với tỷ lệ mol  $H_2O$ /tinh bột thích hợp bằng 60 cho các nghiên cứu tiếp theo.

### 3.2. Khảo sát tỷ lệ mol tinh bột/ $M^{n+}$

Tỷ lệ mol tinh bột/ $M^{n+}$  (với  $M^{n+}$  là tổng số mol của các ion  $Zn^{2+}$  và  $Fe^{3+}$ ) cũng là một thông số quan trọng ảnh hưởng đến quá trình tạo tiền chất kim loại – tinh bột. Nếu tỷ lệ mol tinh bột/ $M^{n+}$  quá nhỏ, lượng tinh bột không đủ để tạo môi trường phân tán cho các cation kim loại. Ngược lại, nếu tỷ lệ mol tinh bột/ $M^{n+}$  quá lớn, cần tiêu tốn nhiều năng lượng để đốt cháy hoàn toàn tinh bột. Do vậy, nếu lượng tinh bột dư một lượng vừa phải sẽ tạo môi trường phân tán thuận lợi cho các cation kim loại.

Để xác định tỷ lệ mol tinh bột/ $M^{n+}$  thích hợp, chúng tôi chuẩn bị 4 mẫu khảo sát có tỷ lệ mol  $H_2O$ /tinh bột đều bằng 60, tỷ lệ mol tinh bột/ $M^{n+}$  của các mẫu khảo sát tăng dần từ 0,3 đến 0,6 (mẫu được ký hiệu tương ứng từ M5, M2, M6 và M7). Thành phần phối liệu các mẫu khảo sát được trình bày ở Bảng 1.

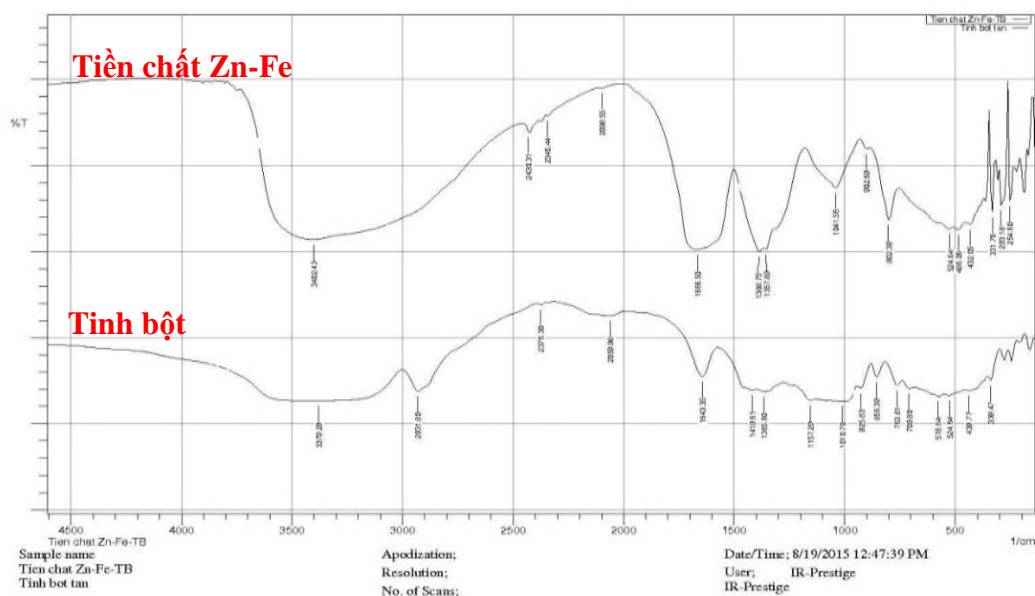
Phối liệu sau khi tổng hợp được sấy ở  $105\text{ }^\circ\text{C}$  đến khối lượng không đổi. Hình ảnh các mẫu khảo sát sau khi sấy được trình bày ở Hình 2.



**Hình 2.** Hình ảnh các mẫu M5, M2, M6 và M7

Từ kết quả thu được, chúng tôi quan sát nhận thấy hai mẫu M6 và M7 có màu nâu đen do tinh bột cháy không hoàn toàn. Mẫu M5 và M2 có màu sắc tươi sáng, tuy nhiên dạng gel sau khi thủy phân của mẫu M5 có độ nhớt kém hơn so với mẫu M2. Vì vậy, tỷ lệ mol tinh bột/ $M^{n+}$  bằng 0,4 là thích hợp nhất cho các nghiên cứu tiếp theo.

Để kiểm chứng sự hình thành tiền chất kim loại – tinh bột chúng tôi tiến hành đo phổ hồng ngoại (phổ IR) của mẫu M2.



**Hình 3.** Phổ IR của tinh bột và tiền chất Zn-Fe từ tinh bột.

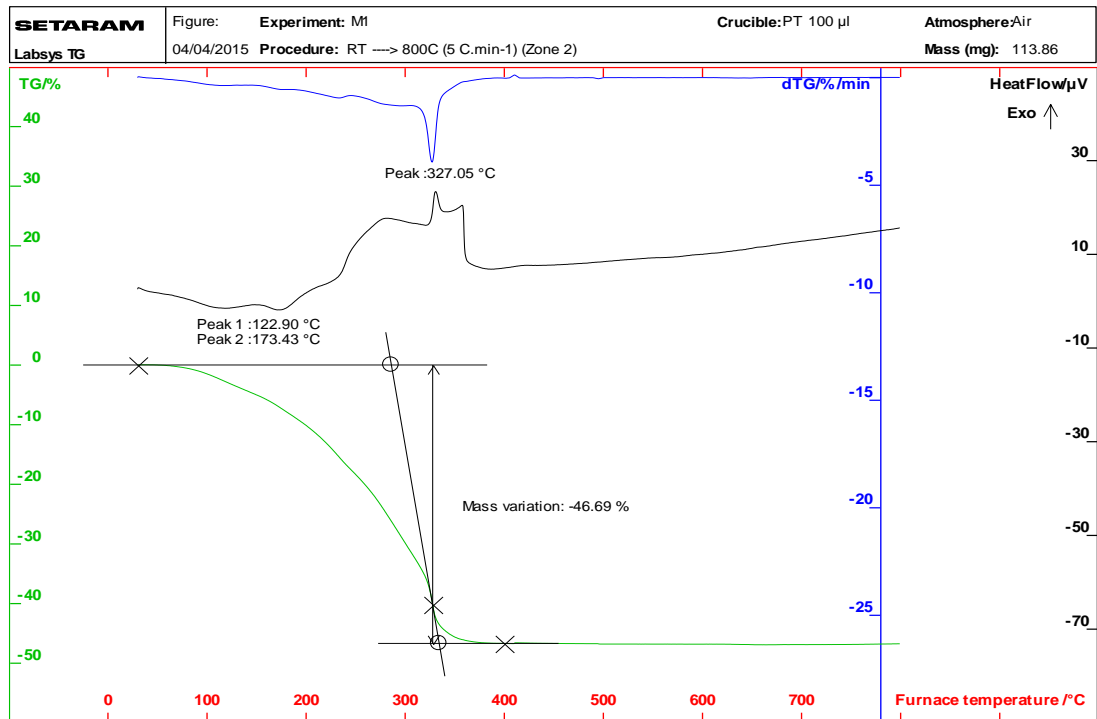
Qua phổ IR của tinh bột và tiền chất Zn-Fe từ tinh bột chúng tôi nhận thấy so với phổ tinh bột, phổ tiền chất Zn-Fe xuất hiện các pic mới ở tần số 2345,44  $\text{cm}^{-1}$ , 2430,31  $\text{cm}^{-1}$ , 3402,43  $\text{cm}^{-1}$ . Đồng thời một số pic có đỉnh hấp thụ chuyển về tần số nhỏ hơn đó là 254,6  $\text{cm}^{-1}$ , 293,18  $\text{cm}^{-1}$ , 331,76  $\text{cm}^{-1}$ , 432,05  $\text{cm}^{-1}$ , 486  $\text{cm}^{-1}$ , 524,64  $\text{cm}^{-1}$ ; một số pic có đỉnh hấp thụ chuyển dịch về phía tần số lớn hơn đó là 802,39  $\text{cm}^{-1}$ , 902,69  $\text{cm}^{-1}$ , 1041,56  $\text{cm}^{-1}$ , 1537,89  $\text{cm}^{-1}$ , 1388,75  $\text{cm}^{-1}$  và 1666,5  $\text{cm}^{-1}$ . Điều này chứng tỏ có sự xuất hiện các tương tác giữa tinh bột và ion kim loại gây nên những biến đổi đối với các liên kết trong tinh bột. Do tinh bột có cấu trúc chuỗi polime, mỗi mắt xích có ba nhóm chức  $-\text{OH}$ , khi thủy phân tinh bột, các nhóm chức  $-\text{OH}$  sẽ liên kết với các cation kim loại theo cơ chế tạo phức đã giúp cho sự phân tán của các cation kim loại đồng đều trong tiền chất. Phổ IR chứng tỏ sự tồn tại của tiền chất kim loại-tinh bột.

### 3.3. Khảo sát ảnh hưởng nhiệt độ nung đến quá trình tạo pha spinel

Từ các nguyên liệu là  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  và tinh bột, chúng tôi tiến hành tổng hợp khoảng 50 gam phối liệu có tỷ lệ mol tinh bột/  $\text{M}^{n+}$  bằng 0,4; tỷ lệ mol  $\text{H}_2\text{O}$ /tinh bột bằng 60. Để xác định các quá trình hóa lý xảy ra khi nung, chúng tôi tiến hành ghi giản đồ phân tích nhiệt TG-DSC của mẫu tiền chất kim loại – tinh bột (Hình 4).

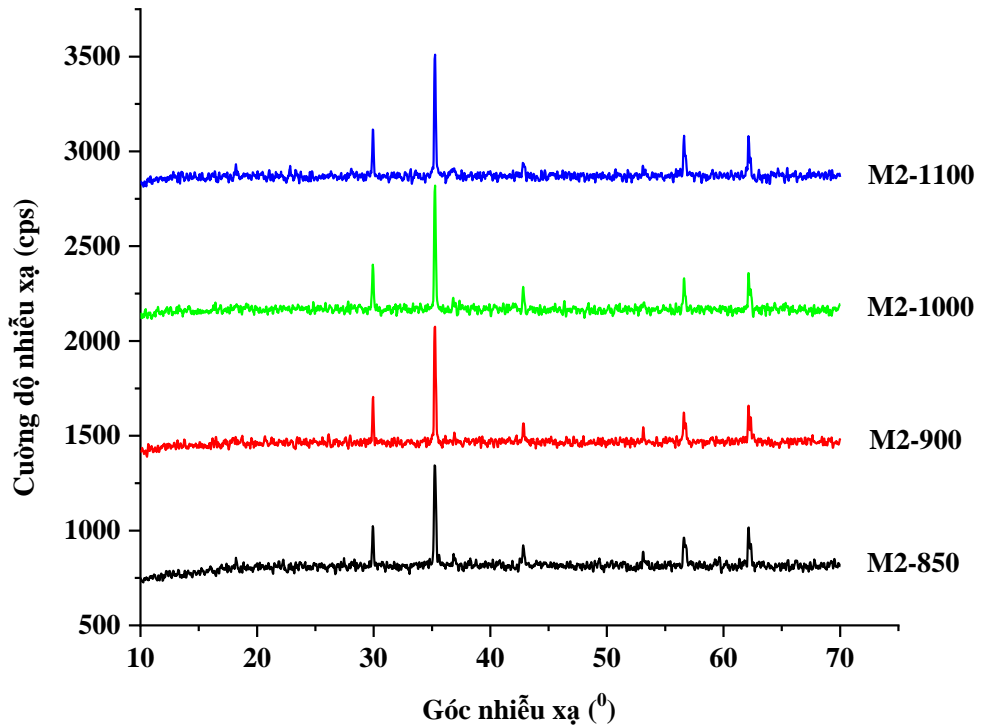
Kết quả thu được cho thấy khi nung mẫu từ nhiệt độ phòng đến 200  $^\circ\text{C}$ , trên đường DSC xuất hiện pic thu nhiệt tương ứng ở các nhiệt độ 123  $^\circ\text{C}$ , 173  $^\circ\text{C}$ . Đây có thể là do quá trình tách hơi nước hoặc các khí bám trên bề mặt tiền chất [8]. Giai đoạn thứ hai từ 200 đến 500  $^\circ\text{C}$ , pic tỏa nhiệt xuất hiện ở 327  $^\circ\text{C}$ . Tổng độ giảm khối lượng của mẫu là 46,69 %. Đây là các quá trình phân hủy các hợp chất hữu cơ thành  $\text{CO}_2$  và  $\text{H}_2\text{O}$  [9]. Khi nhiệt độ tăng từ 400  $^\circ\text{C}$  lên 800  $^\circ\text{C}$ , đường DSC và TG dường như nằm ngang,

đều này chứng tỏ các quá trình hóa lý không xảy ra trong khoảng nhiệt độ này. Từ kết quả phân tích nhiệt, chúng tôi nhận thấy nhiệt độ nung sơ bộ thích hợp là 500 °C, nhiệt độ nung thiêu kết lớn hơn 800 °C.



**Hình 4.** Giản đồ TG-DSC của tiền chất ion kim loại – tinh bột.

Để đánh giá ảnh hưởng của nhiệt độ nung đến quá trình tạo pha spinel theo phương pháp tiền chất kim loại – tinh bột, phối liệu (sau khi tổng hợp được sấy khô, nung sơ bộ ở 500 °C trong thời gian 1,0 giờ) được tiến hành nung thiêu kết ở các nhiệt độ khác nhau. Mẫu được ký hiệu M2-850, M2-900, M2-100, M2-1100 tương ứng với nhiệt độ nung thiêu kết là 850, 900, 1000 và 1100 °C. Hình 5 là giản đồ XRD của các mẫu được nung ở các nhiệt độ khác nhau. Kết quả thu được cho thấy tại nhiệt độ nung 850 °C, trên giản đồ XRD của mẫu M2-850 đã xuất hiện các pic nhiễu xạ đặc trưng của pha spinel với cường độ khá rõ rệt, chứng tỏ quá trình tinh thể hóa đã xảy ra trong giai đoạn này. Các pic nhiễu xạ đặc trưng của ZnO và Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> không xuất hiện. Điều này chứng tỏ phản ứng tạo pha spinel là đơn pha, sản phẩm tạo ra tinh khiết. Khi tăng nhiệt độ từ 850 °C đến 1100 °C, cường độ pic nhiễu xạ đặc trưng của spinel càng rõ rệt.



**Hình 5.** Giảm đồ XRD của các mẫu nung ở các nhiệt độ khác nhau

**Bảng 2.** Giá trị FWHM ( $\beta$ ), cường độ pic nhiễu xạ ( $I$ ) và kích thước hạt tinh thể ( $d$ ) của các mẫu M2-850, M2-900, M2-100, M2-1100

Mẫu	$\beta$ ( $^{\circ}$ )	$I$ (cps)	$d$ (nm)
M2-850	0,23	643,81	62
M2-900	0,19	675,08	76
M2-1000	0,17	719,68	84
M2-1100	0,15	722,32	97

Để so sánh mức độ tinh thể hóa của các mẫu M2-850, M2-900, M2-1000 và M2-1100 chúng tôi tiến hành tính độ rộng nửa chiều cao pic cực đại  $\beta$  (Full Width at Half Maximum – FWHM), kích thước hạt tinh thể ( $d$ ) và cường độ pic nhiễu xạ ( $I$ ) của chúng. Khi giá trị  $\beta$  càng nhỏ, tinh thể phát triển càng hoàn chỉnh. Để tính toán, chúng tôi chọn pic nhiễu xạ đặc trưng của spinel có cường độ mạnh nhất tại góc nhiễu xạ  $2\theta = 35,26^{\circ}$  (Bảng 2). Từ kết quả thu được, chúng tôi nhận thấy các giá trị khi nhiệt độ càng tăng, kích thước hạt tăng, cường độ pic nhiễu xạ tăng dần. Vì vậy, 1100 °C được lựa chọn là nhiệt độ nung tối ưu để tổng hợp chất màu  $ZnFe_2O_4$ .

Chất màu tổng hợp được tráng men trên xương của gạch. Các mẫu gạch tráng men được nung ở 1170 ° C trong 56 phút. Hình 6 là các mẫu ngói tráng men chứa sắc tố nâu của  $ZnFe_2O_4$ . Có thể thấy lớp men trên gạch có màu nâu, mịn, không có bọt khí cũng

như các khuyết tật như co ngót, rạn nứt men. Điều này chứng tỏ rằng chất màu thu được là bền nhiệt và thích hợp để sản xuất men.



**Hình 6.** Mẫu gạch được tráng men

#### 4. Kết luận

Qua quá trình tiến hành tổng hợp chất màu nâu  $ZnFe_2O_4$  cho gốm sứ bằng phương pháp tiên chất từ tinh bột, chúng tôi có một số kết luận như sau:

- Điều kiện thích hợp để tổng hợp chất màu: tỷ lệ mol  $Zn^{2+}/Fe^{3+}$  bằng 0,5; tỷ lệ mol  $H_2O$ /tinh bột bằng 60, tỷ lệ mol tinh bột/kim loại bằng 0,4, nhiệt độ nung là  $1100\text{ }^\circ\text{C}$ .
- Sản phẩm spinel thu được hoàn toàn đơn pha tinh thể  $ZnFe_2O_4$ , mức độ tinh thể hóa cao.
- Lớp men của gạch ốp lát với chất màu nâu  $ZnFe_2O_4$  bóng, sáng và đẹp, đáp ứng được các yêu cầu trong sản xuất gốm sứ.

**Lời cảm ơn:** Nghiên cứu này được tài trợ bởi Trường Đại học Sư phạm, Đại học Huế trong nhiệm vụ mã số T.21 – TN.NCM – 01

#### TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] S. S. Hossain and P. K. Roy, "Sustainable ceramics derived from solid wastes: a review," *Journal of Asian Ceramic Societies*, vol. 8, pp. 984-1009, 2020.
- [2] S. A. Eliziário, J. M. de Andrade, S. J. G. Lima, C. A. Paskocimas, L. E. B. Soledade, P. Hammer, *et al.*, "Black and green pigments based on chromium–cobalt spinels," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 129, pp. 619-624, 2011.
- [3] W. Zheng and J. Zou, "Synthesis and characterization of blue  $TiO_2/CoAl_2O_4$  complex pigments with good colour and enhanced near-infrared reflectance properties," *RSC Advances*, vol. 5, pp. 87932-87939, 2015.
- [4] L. Torkian, M. Daghighi, and Z. Boorboor, "Simple and Efficient Rout for Synthesis of Spinel Nanopigments," *Journal of Chemistry*, vol. 2013, pp. 1-6, 2013.
- [5] L. Gama, M. A. Ribeiro, B. S. Barros, R. H. A. Kiminami, I. T. Weber, and A. C. F. M. Costa, "Synthesis and characterization of the  $NiAl_2O_4$ ,  $CoAl_2O_4$  and



- ZnAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> spinels by the polymeric precursors method," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 483, pp. 453-455, 2009.
- [6] R. A. Candeia, M. A. F. Souza, M. I. B. Bernardi, S. C. Maestrelli, I. M. G. Santos, A. G. Souza, *et al.*, "MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> pigment obtained at low temperature," *Materials Research Bulletin*, vol. 41, pp. 183-190, 2006.
- [7] X. Duan, M. Pan, F. Yu, and D. Yuan, "Synthesis, structure and optical properties of CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> spinel nanocrystals," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 509, pp. 1079-1083, 2011.
- [8] L. Desouza, J. Zamian, G. Darochafilho, L. Soledade, I. Dossantos, A. Souza, *et al.*, "Blue pigments based on Co<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>4</sub> spinels synthesized by the polymeric precursor method," *Dyes and Pigments*, vol. 81, pp. 187-192, 2009.
- [9] Y. Tong, J. Ma, S. Zhao, H. Huo, and H. Zhang, "A Salt-Assisted Combustion Method to Prepare Well-Dispersed Octahedral MnCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Spinel Nanocrystals," *Journal of Nanomaterials*, vol. 2015, pp. 1-5, 2015.

### **Synthesis of ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ceramic pigment by starch precursor method**

Single phase ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ceramic pigment has been successfully synthesized by starch precursor method. Experimental methods including thermal analysis (TG-DSC), infrared spectroscopy (IR), X-ray diffraction (XRD) were used to investigate the synthesis process of pigment. The results show that the molar ratio of H<sub>2</sub>O/starch is 60 and the molar ratio of starch/metal is 0.4, which are suitable conditions for the synthesis of pigment. In addition, XRD results show that the ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> spinel calcined for 60 minutes at 1100 °C has good crystallinity. The obtained brown pigment creates a shiny, bright and beautiful glaze, meeting the requirements of ceramic production.

**Keywords:** pigment, spinel, precursor, starch, ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>

### **THÔNG TIN CÁC TÁC GIẢ**

1. PGS. TS. Trần Dương

Học hàm, học vị: Phó giáo sư, Tiến sĩ

Nơi công tác: Trường Đại học Sư Phạm – Đại học Huế

Địa chỉ: 34 Lê Lợi, Huế

SĐT: 0914046152. Email: [tranduong@dhsphue.edu.vn](mailto:tranduong@dhsphue.edu.vn)

2. Đinh Quý Hương (liên hệ)

Học hàm, học vị: Tiến sĩ

Nơi công tác: Trường Đại học Sư Phạm – Đại học Huế

Địa chỉ: 34 Lê Lợi, Huế

SĐT: 0905655569. Email: [dingquyhuong@dhsphue.edu.vn](mailto:dingquyhuong@dhsphue.edu.vn)