



## اثر $TiO_2$ و دما بر تشکیل فاز لوسایت در پرسیان دندانی

حمیدرضا احمدی<sup>۱</sup>، مژگان همایی<sup>۲</sup>

<sup>۱</sup> استادیار، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه آزاد

اسلامی واحد ساوه، ساوه، ایران

<sup>۲</sup> کارشناسی ارشد، دانش آموخته گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده فنی و

مهندسی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد ساوه، ساوه، ایران



نویسنده اول و مسئول:

دکتر حمیدرضا احمدی

گروه مهندسی مواد و متالورژی

دانشگاه آزاد اسلامی واحد ساوه

نوع مقاله: پژوهشی

صفحه‌های: ۸ تا ۱۷

شاپا چاپی: ۳۳۵۱-۱۷۳۵

شاپا الکترونیکی: ۳۰۹۷-۲۷۸۳

زبان نشریه: فارسی

دسترس پذیر در نشانی:

www.JICERS.ir

تاریخ دریافت:

۱۴۰۳/۰۸/۱۱

تاریخ پذیرش:

۱۴۰۳/۱۱/۱۴

DOR: 20.1001.1.17353351.1403.20.2.4.8

**چکیده:** در این پژوهش اثر درصدهای مختلفی از  $TiO_2$  در دماهای مختلفی بر ریزساختار و تشکیل فاز لوسایت در پرسیان دندانی PFM بررسی شد. افزودنی  $TiO_2$  با مقادیر ۱، ۳ و ۵ درصد به پرسیان دندانی افزوده شد و به صورت یکنواخت مخلوط و به صورت قرص‌هایی با ابعاد  $18 \times 5$  میلی‌متری با فشار ۵۰۰ نیوتن پرس و در دماهای ۹۰۰، ۹۳۰، ۹۸۰ و ۹۸۰ درجه سانتی‌گراد به مدت یک ساعت زینتر شدند. دانسیته بالک، دانسیته ظاهری، تخلخل ظاهری، جذب آب و انقباض پخت اندازه‌گیری شد. آنالیز فازی XRD و تصویربرداری میکروسکوپی SEM نیز برای بررسی فازی ریزساختاری نمونه‌ها استفاده شد. نتایج نشان داد ۵ درصد  $TiO_2$  موجب افزایش دانسیته‌های بالک و ظاهری به میزان ۳/۲۲ درصد در دمای  $980^\circ C$  می‌شود. همچنین نتایج نشان داد در دمای  $900^\circ C$  بیش‌ترین میزان فاز لوسایت تشکیل شده است به طوری که بیش‌ترین شدت نسبی پیک فاز لوسایت مربوط به نمونه ۹۰۰ PT5 با ۵ درصد  $TiO_2$  در دمای  $900^\circ C$  به ۸۲/۵۶ درصد می‌رسد.

**کلمات کلیدی:** تیتانیوم دی‌اکسید، دما، فاز لوسایت، پرسیان دندانی.

### ۱- مقدمه

پرسیان‌های فلدسپاری دارای ضریب انبساط حرارتی بسیار کم‌تری نسبت به فریم آلیاژی Co-Cr است. به‌منظور پرهیز از تشکیل ترک ناشی از تنش پسماند اختلاف ضریب انبساط حرارتی بین پرسیان و آلیاژ فلزی، از فاز لوسایت ( $KAlSi_2O_6$ ) بهره می‌برند. لوسایت برای اولین بار در چینی دندان برای کنترل ضریب انبساط حرارتی آن معرفی شد و آن را از نظر حرارتی با فلزات سازگار کرد. استفاده از شیشه سرامیک لوسایت در این پرسیان‌ها باعث نزدیک‌شدن ضریب انبساط حرارتی پرسیان فلدسپاری و فریم آلیاژ به یکدیگر می‌شود. علاوه‌بر این منجر به افزایش استحکام، رنگ جذاب، ضریب شکست مناسب و زیست‌سازگاری عالی می‌شود. در طول سرمایش و در دمای ۶۰۰-۵۰۰ درجه سانتی‌گراد استحاله مارتنزیتی لوسایت مکعبی به تتراگونال رخ می‌دهد که با انبساط حجمی همراه است. از لحاظ تطابق ضریب انبساط حرارتی، پلی‌مورف تتراگونال مناسب‌تر است [۱-۴]. بنابراین در این پرسیان‌ها نه‌تنها وجود فاز لوسایت ضروریست بلکه نوع پلی‌مورف آن نیز می‌تواند روی خواص پرسیان اثر بگذارد. از طرف دیگر تشکیل فاز

لوسایت مستلزم محدوده دمای خاصی است. کومار<sup>۱</sup> و همکارانش [۵] در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد به روش مکانوشیمی<sup>۲</sup> با ۲ درصد  $CaF_2$  سنتز کردند و از آن به‌عنوان ماده اولیه در ساخت پرسیلان دندانی PFM استفاده کردند. اثر استحاله لوسایت بر انبساط پرسیلان دندانی توسط مارکت<sup>۳</sup> و همکارانش بررسی شد و مشخص کردند که ضریب انبساط حرارتی در محدوده ۴۰۰~۱۷۶ با تغییر حجم ناپیوسته ۱,۲٪ در طول تبدیل فاز تتراگونال به مکعبی لوسایت رخ می‌دهد [۳]. خاطر<sup>۴</sup> و همکارش در پژوهشی مدعی شدند که فاز انستاتیت<sup>۵</sup> در کنار لوسایت موجب افزایش سختی و استحکام خمشی می‌گردد [۶]. زیازوان لی<sup>۶</sup> و همکارانش با بررسی ترکیب سنتز شده پرسیلان دندانی مدعی شدند که در دمای بیش از ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد فاز لوسایت به دلیل انحلال در فاز مذاب تشکیل نمی‌شود [۷]. فردریچی<sup>۷</sup> و همکارانش با بررسی اثر سرعت گرمایش (از ۱۰°C/min الی ۵۵°C/min)، بر تراکم و دانسیته چهار پرسیلان دندانی تجاری زینتر پایین (۸۰۰ و ۸۷۵°C) و زینتر بالا (۱۰۰۰°C) مدعی شدند که سرعت گرمایش تأثیر محسوسی بر تراکم بدنه ندارد و علت آن را به کاهش تمایل تبلور فاز شیشه پرسیلان‌ها مربوط دانستند [۸]. سچی بان<sup>۸</sup> نشان دادند که شرایط خنک‌کننده تأثیر کمی بر تغییرات ریزساختاری کریستال‌های مکعبی و تتراگونال لوسایت دارد [۹]. عبدالحمید و همکارانش اثر برخی ترکیبات مثل  $Cr_2O_3$ ،  $MnO_2$  و  $CaF_2$  به‌عنوان جوانه‌زا در سنتز لوسایت بررسی کردند. نتایج نشان داد مقدار فاز لوسایت با افزایش این جوانه‌زاها زیاد می‌شود [۱۰].

اونگ<sup>۹</sup> و همکارانش روشی را برای محاسبه فاز لوسایت و ویژگی‌های بلوری آن توسط پراش اشعه ایکس بیان کردند [۱۱]. کومار<sup>۱۰</sup> و همکارانش نشان دادند که افزودن آلومینا می‌تواند خواص مکانیکی و بیولوژیکی را افزایش دهد [۱۲]. از  $TiO_2$  به منظور افزایش خواص مکانیکی مثل استحکام خمشی، استحکام ضربه و سختی سطح مواد دندانی مثل سیمان گلاس آینومر استفاده شده است [۱۳]. با توجه به اهمیت وجود فاز لوسایت بر خواص پرسیلان دندانی و عدم وجود اطلاعات لازم از مقدار بهینه  $TiO_2$  به همراه اثر دما بر تشکیل فاز لوسایت، به نظر می‌آید تحقیق بر روی آن ضروری باشد. در این پژوهش سعی بر این است که اثر درصدهای مختلفی از  $TiO_2$  در دماهای مختلفی بر تشکیل فاز لوسایت در پرسیلان دندانی بررسی شود.

## ۲- فعالیت‌های تجربی

در این پژوهش از پودر پرسیلان دندانی با نام تجاری لومینس<sup>۱۱</sup> و پودر  $TiO_2$  از شرکت سیگما آلدریج<sup>۱۲</sup> استفاده شد. براساس جدول ۱ پودرها به همراه یک درصد چسب CMC (با غلظت ۴٪) به‌صورت یکنواخت مخلوط و به‌صورت قرص‌های با ابعاد ۱۸×۵ میلی‌متری با فشار ۵۰۰ نیوتن پرس و در دماهای ۸۵۰، ۹۰۰، ۹۳۰ و ۹۸۰ درجه سانتی‌گراد به مدت یک ساعت زینتر شدند، (شکل ۱).



شکل ۱: تصویر برخی نمونه‌های پخت‌شده

<sup>1</sup> Kumar

<sup>2</sup> Mechanochemical

<sup>3</sup> Mackert JR Jr

<sup>4</sup> G.A. Khater

<sup>5</sup> Enstatite

<sup>6</sup> Xiaoxuan Li

<sup>7</sup> C. Fredericci

<sup>8</sup> Seiji BAN

<sup>9</sup> J.L. Ong

<sup>10</sup> Pattem Hemanth Kumar

<sup>11</sup> Luminesse

<sup>12</sup> Sigma-Aldrich



جدول ۱: ترکیب و دمای پخت نمونه‌ها

کد نمونه	دمای پخت (°C)	TiO <sub>2</sub> (%)	درصد پودر پرسلان
P850	۸۵۰	۰	۱۰۰
PT1 850	۸۵۰	۱	۱۰۰
PT3 850	۸۵۰	۳	۱۰۰
PT5 850	۸۵۰	۵	۱۰۰
P900	۹۰۰	۰	۱۰۰
PT1 900	۹۰۰	۱	۱۰۰
PT3 900	۹۰۰	۳	۱۰۰
PT5 900	۹۰۰	۵	۱۰۰
P930	۹۳۰	۰	۱۰۰
PT1 930	۹۳۰	۱	۱۰۰
PT3 930	۹۳۰	۳	۱۰۰
PT5 930	۹۳۰	۵	۱۰۰
P980	۹۸۰	۰	۱۰۰
PT1 980	۹۸۰	۱	۱۰۰
PT3 980	۹۸۰	۳	۱۰۰
PT5 980	۹۸۰	۵	۱۰۰

تعیین درصد جذب آب و دانسیته‌ها و تخلخل نمونه‌های پخته‌شده، مطابق استاندارد ASTM G20-00 انجام شد. به منظور بررسی فازی نمونه‌ها از دستگاه پراش اشعه ایکس<sup>۱</sup> مدل PHILIPS-PW با تابش اشعه Cu-K $\alpha$  استفاده شد. بررسی ریزساختاری نمونه‌ها به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی میدانی<sup>۲</sup> مدل Hitachi 4160 انجام شده است.

### ۳- نتایج و بحث

جدول ۲ نشان دهنده نتایج آزمون‌های دانسیته بالک، دانسیته ظاهری، تخلخل ظاهری، جذب آب و انقباض پخت و تغییرات دانسیته بالک، دانسیته ظاهری و انقباض پخت نمونه‌ها در دماهای مختلف است. همان‌طور که ملاحظه می‌شود درصد تخلخل ظاهری و جذب آب نمونه‌ها حدود صفر می‌باشد که بیانگر ناپیچبودن تخلخل‌های باز در نمونه‌ها می‌باشد که موجب نزدیک شدن نتایج دانسیته بالک و ظاهری نیز شده است.

با توجه به نتایج دانسیته‌ها و انقباض پخت (شکل‌های ۲ الی ۴)، با افزایش دما، تراکم نمونه مرجع (نمونه بدون افزودنی) زیاد شده است بطوریکه در دمای ۹۳۰ درجه سانتی‌گراد بیش‌ترین تراکم دارا می‌باشد. با ورود TiO<sub>2</sub> رفتار مشابهی را در نمودارهای دانسیته بالک و ظاهری و انقباض پخت شاهد هستیم. مشاهده می‌شود که تا دما ۹۳۰ درجه سانتی‌گراد، پس از افزایش نسبی، دانسیته‌های بالک و ظاهری کاهش می‌یابد و با افزایش دما روند افزایشی می‌شود که با تغییرات انقباض پخت نیز مطابقت دارد. علاوه بر این، افزایش دانسیته بالای ۹۳۰ درجه سانتی‌گراد ممکن است به دلیل فرآیند متراکم شدن یا تفجوشی باشد. با این حال، از آنجایی که واکنش حرارتی بین کائولن تجزیه‌شده و فلدسپات شروع می‌شود [۱۴، ۱۵]، چگالش نیز در بالای ۹۳۰ درجه سانتی‌گراد انجام می‌شود. ملاحظه می‌شود که در دمای ثابت، افزودن ۳ درصد TiO<sub>2</sub> باعث کاهش دانسیته‌های بالک و ظاهری شده است. کاهش دانسیته‌ها بیانگر افزایش حجم کلی (مجموع حجم ماده جامد و حجم تخلخل‌های باز و بسته) و کاهش دانسیته ظاهری بیانگر افزایش حجم ظاهری (مجموع حجم ماده جامد و حجم تخلخل‌های بسته) نمونه‌ها است. مریم اسماعیلی، عبدالحمید هاری<sup>۳</sup>

<sup>1</sup> X-Ray Diffraction (XRD)

<sup>2</sup> Field-emission Scanning Electron Microscope (FESEM)

<sup>3</sup> Abdelhamid Harabi



و همکاریانش بیان می‌کنند که کاهش چگالی ظاهری بدنه‌های پرسلانی حاوی  $TiO_2$  را می‌تواند مربوط به افزایش تعداد و یا اندازه منافذ و تخلخل‌های بسته در بدنه‌های پرسلانی ناشی از افزایش فاز شیشه و تبدیل کوارتز کریستالی به فاز شیشه‌ای باشد [۱۴، ۱۵]. بنابراین با توجه به صفر بودن میزان تخلخل باز، می‌توان نتیجه گرفت که کاهش دانسیته‌های بالک و ظاهری ناشی از افزایش اندازه یا مقدار تخلخل بسته به دلیل افزایش فاز شیشه می‌باشد. برخلاف نمونه مرجع (نمونه بدون  $TiO_2$ )، دانسیته‌ها و انقباض پخت نمونه‌های حاوی  $TiO_2$  در دمای بیش از ۹۳۰ درجه سانتی‌گراد افزایش می‌یابد به طوری که بیش‌ترین تراکم در دمای ۹۸۰ درجه سانتی‌گراد با افزودن ۵ درصد  $TiO_2$  به دست آمده است؛ به طوری که دانسیته‌های بالک و ظاهری، ۳/۲۲ درصد افزایش داشته است. این افزایش دانسیته نمونه‌های حاوی  $TiO_2$  می‌تواند به علت کاهش ویسکوزیته ناشی حضور  $TiO_2$  در بین ذرات و واکنش بین ذرات فلدسپار و کائولن و تسهیل شدن نفوذ و مهاجرت اتم‌ها باشد که در نهایت تراکم و انقباض پخت بیش‌تر را نتیجه می‌دهد و این امر مطابق با پژوهش‌های دیگر محققین است به طوری که عبدالحمید هاربی و مونتویا<sup>۱</sup> و همکاریانش به آن اشاره کرده است [۱۴، ۱۵، ۲۲].

شکل‌های ۳-۴ تا ۳-۶ الگوی پراش پرتو X نمونه‌ها در دماهای مختلف را نشان می‌دهد. پیک ۱۰۰ لوسایت در همه نمونه‌ها در زاویه  $2\theta = 27/229$  قابل مشاهده است. پیک ایجاد شده در زاویه حدود  $2\theta = 38$  مربوط به جانمونه‌ای آلومینیومی است. جدول ۳ شدت پیک ۱۰۰ فاز لوسایت نمونه‌ها در دماهای مختلف و شکل ۸ تغییرات شدت نسبی پیک ۱۰۰ فاز لوسایت نسبت به نمونه مرجع را نشان می‌دهد. بالاترین شدت پیک ۱۰۰ فاز لوسایت مربوط به نمونه مرجع در دمای محیط است که هنوز پخته نشده است. با توجه به جدول ۳ و شکل‌های ۵ تا ۷ مشاهده می‌شود که فاز لوسایت با شبکه کریستالی تتراگونال در کنار فاز کوارتز در تمام نمونه‌ها وجود دارد.

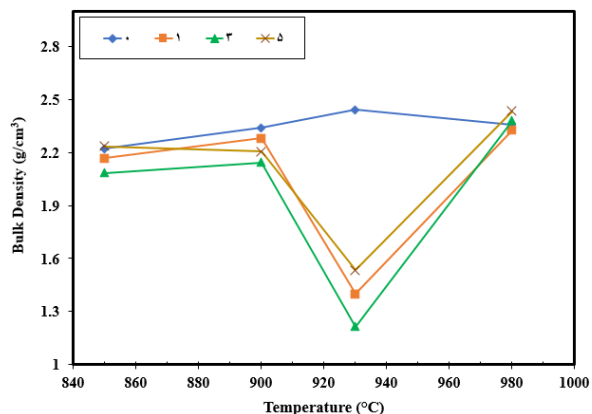
همان‌طور که در شکل ۸ ملاحظه می‌شود رفتار تغییرات شدت نسبی پیک ۱۰۰ فاز لوسایت نمونه‌ها با افزایش دما مشابه یکدیگرند. در دمای  $900^\circ C$  بیش‌ترین میزان فاز لوسایت در هر سه نمونه تشکیل شده است و با افزایش دما تا  $930^\circ C$  به حداقل می‌رسد.

جدول ۲: نتایج دانسیته بالک، دانسیته ظاهری، تخلخل ظاهری و جذب آب نمونه‌ها در دماهای مختلف

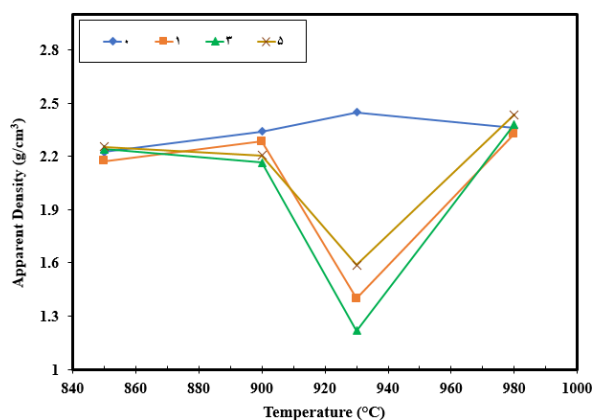
کد نمونه	$TiO_2$ (%)	دمای پخت (سانتی‌گراد)	جذب آب (%)	تخلخل ظاهری (%)	دانسیته ظاهری ( $gr/cm^3$ )	دانسیته بالک ( $gr/cm^3$ )
P850	۰	۸۵۰	۰/۰۰۰	۰/۰۰۱	۲/۲۲۴	۲/۲۲۱
PT1 850	۱	۸۵۰	۰/۰۰۲	۰/۰۰۲	۲/۱۷۲	۲/۱۶۷
PT3 850	۳	۸۵۰	۰/۰۳۳	۰/۰۶۸	۲/۲۳۹	۲/۰۸۲
PT5 850	۵	۸۵۰	۰/۰۰۳	۰/۰۰۷	۲/۲۵۲	۲/۲۳۵
P900	۰	۹۰۰	۰/۰۰۰	۰/۰۰۰	۲/۳۴۰	۲/۳۴۰
PT1 900	۱	۹۰۰	۰/۰۰۰	۰/۰۰۰	۲/۲۸۲	۲/۲۸۲
PT3 900	۳	۹۰۰	۰/۰۰۳	۰/۰۰۸	۲/۱۶۳	۲/۱۴۵
PT5 900	۵	۹۰۰	۰/۰۰۰	۰/۰۰۰	۲/۲۰۶	۲/۲۰۶
P930	۰	۹۳۰	۰/۰۰۱	۰/۰۰۲	۲/۴۴۸	۲/۴۴۲
PT1 930	۱	۹۳۰	۰/۰۰۰	۰/۰۰۰	۱/۳۹۹	۱/۳۹۹
PT3 930	۳	۹۳۰	۰/۰۰۲	۰/۰۰۵	۱/۲۱۸	۱/۲۱۴
PT5 930	۵	۹۳۰	۰/۰۰۹	۰/۰۴۶	۱/۵۸۸	۱/۵۳۳
P980	۰	۹۸۰	۰/۰۰۰	۰/۰۰۰	۲/۳۵۹	۲/۳۵۹
PT1 980	۱	۹۸۰	۰/۰۰۰	۰/۰۰۰	۲/۳۲۶	۲/۳۲۶
PT3 980	۳	۹۸۰	۰/۰۰۰	۰/۰۰۰	۲/۳۸۰	۲/۳۸۰
PT5 980	۵	۹۸۰	۰/۰۰۰	۰/۰۰۰	۲/۴۳۵	۲/۴۳۵

<sup>1</sup> Noemí Montoya

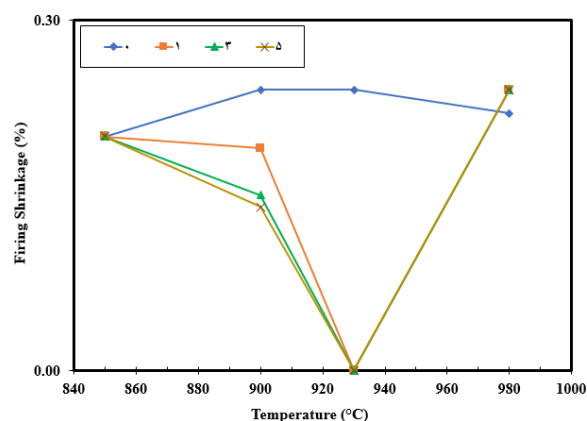
سپس میزان فاز لوسایت در دمای  $980^{\circ}\text{C}$  مجدد افزایش می‌یابد. در دمای بالای  $1000$  درجه لوسایت ناپایدار شده و یا کلا از بین می‌رود [۸، ۱۵]. مشخص است که ۵ درصد  $\text{TiO}_2$  تأثیر بیش‌تری نسبت به ۳ درصد  $\text{TiO}_2$  در تشکیل فاز لوسایت داشته است به طوری که شدت نسبی پیک فاز لوسایت با ۵ درصد  $\text{TiO}_2$  در دمای  $900^{\circ}\text{C}$ ، به  $82/56$  درصد می‌رسد در حالی که با ۳ درصد  $\text{TiO}_2$  در همان دما، به  $73/58$  درصد می‌رسد.



شکل ۲: تغییرات دانسیته بالک نسبت به دما برای درصدهای مختلف  $\text{TiO}_2$

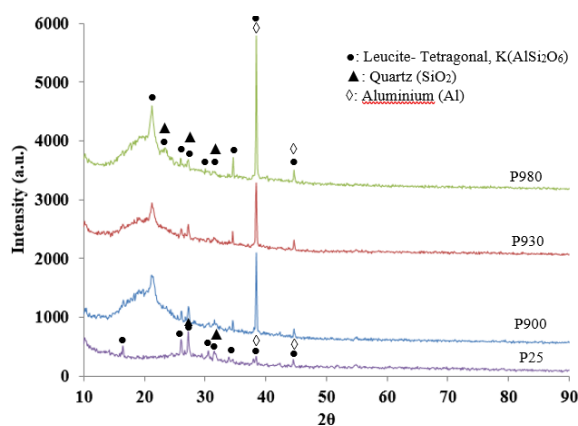


شکل ۳: تغییرات دانسیته ظاهری نسبت به دما برای درصدهای مختلف  $\text{TiO}_2$

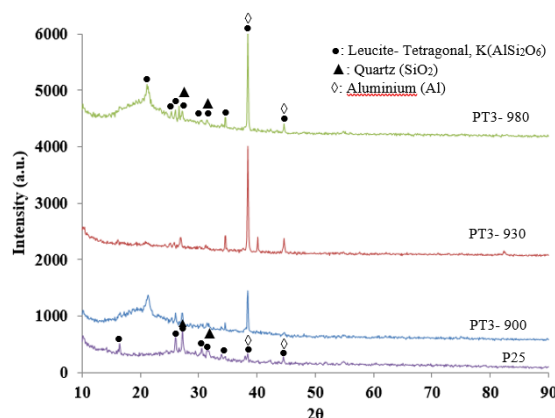


شکل ۴: تغییرات انقباض پخت نسبت به دما برای درصدهای مختلف  $\text{TiO}_2$

از آنجاکه  $\text{TiO}_2$  به‌عنوان جوانه‌زا شناخته شده است [۱۶، ۲۲] به نظر می‌آید اثر آن با افزایش به ۵ درصد در مقایسه با ۳ درصد، محسوس‌تر و با افزایش دما از  $930$  به  $980^{\circ}\text{C}$  نیز مشهودتر است. محمدی و همکارانش [۱۷] بیان می‌کنند که  $\text{TiO}_2$  به‌عنوان جوانه‌زا می‌تواند نقش مؤثری در تبلور فازهایی مانند لوسایت داشته باشند.



شکل ۵: الگوی پراش پرتو X (XRD) نمونه مرجع در دماهای مختلف


 شکل ۶: الگوی پراش پرتو X (XRD) نمونه‌های ۳ درصد افزودنی TiO<sub>2</sub> در دماهای مختلف

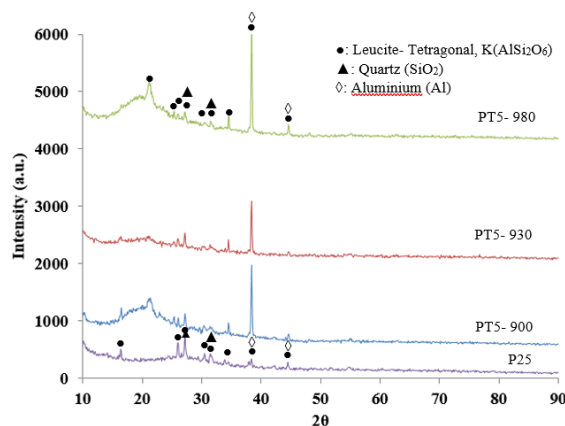
مونتای و فتی [۱۶، ۲۲] و همکارانش مدعی شده‌اند که افزایش TiO<sub>2</sub> می‌تواند منجر به کاهش ویسکوزیته و حلالیت شیمیایی شود. این کاهش ویسکوزیته در بین دانه‌های ذوب‌شده فلدسپار و باقی‌مانده رس و TiO<sub>2</sub> اتفاق می‌افتد که نتیجه آن تسهیل تحرک بهتر یون‌ها و افزایش سرعت جوانه‌زایی و تبلور فاز مطلوب در طول متبلور شدن، (که در اینجا فاز لوسایت است) می‌باشد. به نظر می‌آید در دمای ۹۸۰°C و افزایش TiO<sub>2</sub> به ۵ درصد نسبت به دمای ۹۳۰°C، TiO<sub>2</sub> بیش‌تری در فاز شیشه حاصل از ذوب فلدسپار، حل می‌شود و موجب کاهش بیش‌تر ویسکوزیته می‌شود که حاصل آن تسهیل جوانه‌زنی و رشد فاز لوسایت است. به همین دلیل شاهد افزایش این فاز در نمونه PT5 980 می‌باشیم.

جدول ۳: شدت پیک ۱۰۰ فاز لوسایت نمونه‌ها در دماهای مختلف

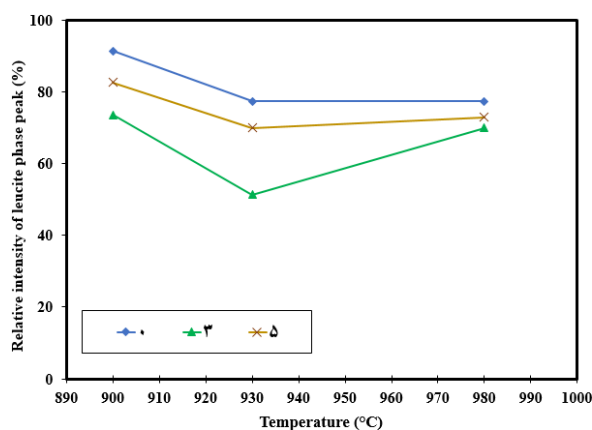
دما (درجه سانتی‌گراد)	% TiO <sub>2</sub>		
	۰	۳	۵
	شدت پیک ۱۰۰ فاز لوسایت نمونه‌ها		
۲۵	۷۵۷	۷۵۷	۷۵۷
۹۰۰	۶۹۱/۶۹	۵۵۶/۹۶	۶۲۵
۹۳۰	۵۸۵/۶۴	۳۸۸/۰۹	۵۲۹
۹۸۰	۵۸۵/۶۴	۵۲۹	۵۵۲/۲۵

با توجه به اینکه نمونه‌هایی که در ۹۰۰ درجه پخت شده‌اند دارای شدت پیک ۱۰۰ مطلوب‌تری از فاز لوسایت مورد نظر هستند؛ پس برای آنالیز ریزساختاری SEM از نمونه‌های P900، PT3 900، PT5 900 استفاده شد. شکل ۹ تصاویر ریزساختار نمونه‌ها را در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد نشان می‌دهند. در تصاویر میکروسکوپ الکترونی نمونه‌ها، توزیع یکنواخت و مناسب فاز لوسایت در

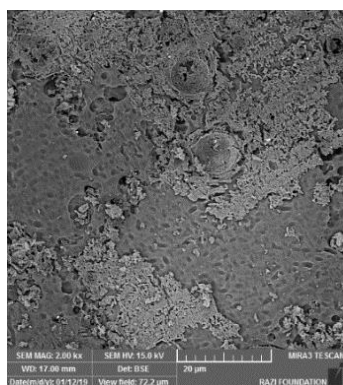
زمینه فاز شیشه مشاهده می‌شود که مطابق با دیگر پژوهش‌ها است [۱۸-۲۱]. همان‌طور که مشاهده می‌شود نمونه مرجع حاوی تخلخل‌های بسته ریز و ناچیز است؛ اما با افزایش  $TiO_2$  به نظر می‌آید که میزان تخلخل‌های بسته افزایش می‌یابد که مطابق با کاهش دانسیته بالک و ظاهری نمونه‌های PT5 900 و PT3 900 می‌باشد.



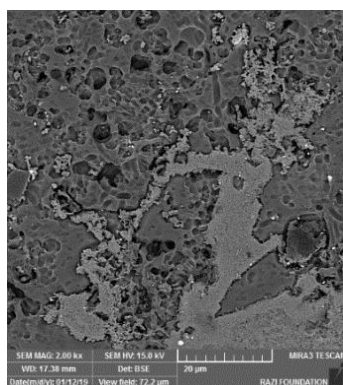
شکل ۷: الگوی پراش پرتو X (XRD) نمونه‌های ۵ درصد افزودنی  $TiO_2$  در دماهای مختلف



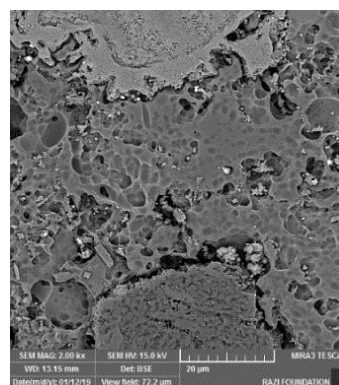
شکل ۸: تغییرات شدت نسبی پیک ۱۰۰ فاز لوسایت نسبت به نمونه مرجع در دماهای مختلف



نمونه مرجع



نمونه PT3 900



نمونه PT5 900

شکل ۹: تصاویر SEM نمونه‌های مرجع، PT3 900 و PT5 900

#### ۴- نتیجه‌گیری

(۱) نتایج نشان داد افزایش  $TiO_2$  موجب کاهش ویسکوزیته در بین ذرات و واکنش بین ذرات فلدسپار و کائولن و تسهیل شدن نفوذ و مهاجرت اتم‌ها و در نهایت افزایش دانسیته بالک و ظاهری می‌شود.



- (۲) نتایج نشان داد ۵ درصد  $TiO_2$  موجب افزایش دانسیته‌های بالک و ظاهری به میزان ۳/۲۲ درصد در دمای  $980^\circ C$  می‌شود.
- (۳) نتایج نشان داد در دمای  $900^\circ C$  بیش‌ترین میزان فاز لوسایت تشکیل شده است.
- (۴) نتایج نشان داد بیش‌ترین شدت نسبی پیک فاز لوسایت مربوط به نمونه PT5 900، با ۵ درصد  $TiO_2$  در دمای  $900^\circ C$ ، به ۸۲/۵۶ درصد می‌رسد.
- (۵) نتایج نشان داد افزایش  $TiO_2$  به ۵ درصد نسبت به دمای  $930^\circ C$   $TiO_2$  بیش‌تری در فاز شیشه حاصل از ذوب فلدسپار، حل شده و موجب کاهش بیش‌تر ویسکوزیته شده که حاصل آن تسهیل جوانه‌زنی و رشد فاز لوسایت است.
- (۶) تصاویر میکروسکوپ الکترونی نشان داد که ریزساختار دارای توزیع یکنواخت و مناسب فاز لوسایت در زمینه فاز شیشه در نمونه‌ها می‌باشد.

## مراجع

- [1]. Vladimír Šatava, Alexandra Kloužková\*, Dimitrij Ležal, Martina Novotná "Leucite Porcelain" *Ceramics-Silikáty* 46 (1) 37-40 (2002).
- [2]. Martina Mrázová, Alexandra Kloužková "Leucite Porcelain Fused to Metals for Dental Restoration" *Ceramics-Silikáty* 53 (3) 225-230 (2009).
- [3]. Mackert JR Jr, Butts MB, Fairhurst CW. The Effect of the Leucite Transformation on Dental Porcelain Expansion. *Dent Mater* 1986; 2: 32-36.
- [4]. Almuhamadi, J., Almusali, M., Chen, X., Theocharopoulos, A., Alostath, H., Karpukhina, N., Cattell, M. "Effect of  $TiO_2$  and CaO Addition on the Crystallization and Flexural Strength of Novel Leucite Glass-Ceramics" *Materials* 2024, 17(14), 3422.
- [5]. P. H. Kumar, A. Srivastava, V. Kumar, H. Singh, S. Sharma, P. Kumar and V. K. Singh "Role of  $CaF_2$  on Mechanochemically Synthesized Leucite as Dental Veneering Glass Ceramics" *Journal Advances in Applied Ceramics*, Volume 114, 2015-Issue 2, Pages 107-113.
- [6]. G.A. Khater, E.M. Safwat "Preparation and Characterization of Enstatite-Leucite Glass-Ceramics for Dental Restoration" *Journal of Non-Crystalline Solids* 563 (2021) 120810.
- [7]. Xiaoxuan Li, Leon L. Shaw "Formation of Leucite-Free Zone in Laser Densified Dental Porcelains" *Materials Letters* 61 (2007) 3946-3950.
- [8]. C. Fredericci a, H.N. Yoshimura b, A.L. Molisani a, M.M. Pinto c, P.F. Cesar "Effect of Temperature and Heating Rate on the Sintering of Leucite-Based Dental Porcelains" *Ceramics International* 37 (2011) 1073-1078.
- [9]. Seiji BAN, Kenji MATSUO, Norihiko MIZUTANI "Effect of Cooling Condition on Leucite Crystals in Dental Porcelains" *Dental Materials Journal* 18 (2): 137-143, 1999.
- [10]. S.A.M. Abdel-hameed, S.A. EL Defrawy, H.E.H. Sadek, E.R. Souaya "Effect of Different Nucleating Agents on the Crystallization of Leucite" *International Ceramic Review* January 2012.
- [11]. J.L. Ong, D.W. Farley, B.K. Norling "Quantification of leucite Concentration Using X-ray Diffraction" *Dental Materials* 16 (2000) 20-25.
- [12]. Patten Hemanth Kumar, Vinay Kumar Singh, Pradeep Kumar, Gaurav Yadav, R.K. Chaturvedi, "Effect of  $Al_2O_3$  on Leucite Based Bioactive Glass Ceramic Composite for Dental Veneering", *Ceramics International*, Volume 42, Issue 2, Part B, 2016, Pages 3591-3597.
- [13]. Naguib, G., Maghrabi, A.A., Mira, A.I. et al. Influence of inorganic Nanoparticles on Dental Materials' Mechanical Properties. A narrative review. *BMC Oral Health* 23, 897 (2023).
- [14]. Maryam Esmaili, Mohammad Reza Nilforoushan, Morteza Tayebi, Ermia Aghaie, "Effect of Micro/Nano  $TiO_2$  Addition on the Densification Behavior and Mechanical Properties of Multifunctional Resistant Porcelains", *Ceramics International*, Volume 47, Issue 12, 2021, Pages 17435-17444.
- [15]. Abedelhamid Harabi, Souad Kasrani, Lazhar Foughali, Ismahan Serradj, Mohamed Tayeb Benhassine, Saida Kitouni, "Effect of  $TiO_2$  Additions on Densification and Mechanical Properties of New Multifunction Resistant Porcelains Using Economic Raw Materials", *Ceramics International*, Volume 43, Issue 7, 2017, Pages 5547-5556.
- [16]. Hawa M. Fathi, Anthony Johnson, "The effect of  $TiO_2$  Concentration on Properties of Apatite-Mullite Glass-Ceramics for Dental Use", *Dental Materials*, Volume 32, Issue 2, 2016, Pages 311-322.
- [17]. Almuhamadi, J.; Almusali, M.H.; Chen, X.; Theocharopoulos, A.L.; Alostath, H.F.; Karpukhina, N.; Cattell, M.J. "Effect of  $TiO_2$  and CaO Addition on the Crystallization and Flexural Strength of Novel Leucite Glass-Ceramics. *Materials* 2024, 17, 3422.
- [18]. J. R. Mackert, Jr., M. B. Butts, C. W. Fairhurst "The Effect of the Leucite Transformation on  $TiO_2$  in the Dental Porcelain Expansion" *Dental Materials*, Volume 3, Issue 4, February 1996, Pages 32-36.
- [19]. Isabelle Denry, Julie A. Holloway "Ceramics for Dental Applications: A Review" *Materials* 2010, 3, 351-368.
- [20]. Paulo F. Cesar, Fabiana N. Sokia, Humberto N. Yoshimurab, Carla C. Gonzagaa, Victor Styopkin "Influence of Leucite Content on Slow Crack Growth of Dental Porcelains" *Dental Materials* 24 (2008)



- 1114–1122.
- [21]. P.D. Meirelles, Y.O. Spigolon, M. Borba, P. Benetti "Leucite and Cooling Rate Effect on Porcelain–Zirconia Mechanical Behavior" dental materials 32 (2016) e382–e388.
- [22]. Noemí Montoya, Francisco Javier Serrano, María Mercedes Reventós, José María Amigo, Javier Alarcón, "Effect of TiO<sub>2</sub> on the Mullite Formation and Mechanical Properties of Alumina Porcelain", Journal of the European Ceramic Society, Volume 30, Issue 4, 2010, Pages 839-846.



# Effect of TiO<sub>2</sub> and Temperature on Formation of Leucite Phase in Dental Porcelain

Hamid Raza Ahmadi<sup>1,\*</sup>, Mojgan Homaei<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Assistant professor, Department of Materials Engineering, college of Technology and Engineering, Saveh Branch, Islamic Azad University, saveh, Iran

<sup>2</sup> Graduate Student of Department of Materials Engineering, college of Technology and Engineering, Saveh Branch, Islamic Azad University, saveh, Iran

\* ahmadi.hamidreza@gmail.com, ahmadi@iau-saveh.ac.ir

**Abstract:** In this study, the effect of different percentages of TiO<sub>2</sub> at different temperatures on the microstructure and formation of the leucite phase in PFM dental porcelain was investigated. TiO<sub>2</sub> additive was added to the dental porcelain with amounts of 1, 3 and 5% and uniformly mixed in the form of tablets with dimensions of 5 x 18 mm with a pressure of 500 newtons and at temperatures of 850, 900, 930 and 980 degrees Celsius for a period of time. They were sintered for an hour. The physical properties of bulk density, apparent density, apparent porosity, water absorption and firing shrinkage were measured. XRD phase analysis and SEM microscopic imaging were also used to investigate the phase microstructure of the samples. The results showed that 5% TiO<sub>2</sub> increases the bulk and apparent densities by 22.3% at 980°C. The results also showed that the highest amount of leucite phase was formed at 900°C, so that the highest relative intensity of the leucite phase peak for the PT5 900 sample, with 5% TiO<sub>2</sub> at 900°C, reached 82.56%.

**Keywords:** Titanium dioxide, Temperature, Leucite phase, Dental porcelain.