

Investigation of the effect of temperature of hot-pressing operation on the structural properties of lithium silicate blocks for dentistry applications

Hossein Naghdi Varnosfaderani¹, Kamran Amini^{2*}, Mohammad Khodaei^{3*}

1- Department of Mechanical Engineering, Kho.C., Islamic Azad University, Khomeinishahr, Iran

2- Associate Professor, Department of Mechanical Engineering, Kho.C., Islamic Azad University, Khomeinishahr, Iran

3- Associate Professor, Materials Engineering Group, Golpayegan College of Engineering, Isfahan University of Technology, Golpayegan, Iran

Article Info

Article type:
Research Article

Article History:
Received: 4 Apr 2026
Accepted: 23 Jul 2026
Published: 26 Jul 2026

Corresponding Author:
Kamran Amini, Mohammad Khodaei
Department of Mechanical Engineering,
Kho.C., Islamic Azad University,
Khomeinishahr, Iran
Materials Engineering Group,
Golpayegan College of Engineering,
Isfahan University of Technology,
Golpayegan, Iran

(Email: amini@gmail.com,
m.khodaei@iut.ac.ir)

Abstract

Background and Aims: It is very important and practical to make machinable blocks with the ability to maintain the edge and at the same time have sufficient hardness for chewing. One of the most important groups of materials for making dental crowns and veneers for dentistry by CAD-CAM is lithium disilicate ceramics such that extensive research is being conducted in the field of modifying their structure and properties. All-ceramic restorations enhance the beauty of teeth due to their closeness to the tooth color and transparency. At the same time, these materials also have high biocompatibility. The main goal of this study was to evaluate the effect of hot-pressing temperature on the microstructure and mechanical properties of the lithium disilicate block fabrication.

Materials and Methods: The present laboratory study was conducted on the lithium disilicate blocks produced by powder metallurgy at Islamic Azad University, Khomeini Shahr Branch. In this regard, initially, the raw materials (including: Tetraethyl orthosilicate, Lithium nitrate, Triethyl phosphate, potassium nitrate) were processed by sol-gel method and the resulting frit (the glassy state of a ceramic) was crushed by a ceramic mortar. Then, the 3 groups of samples (n=3) were subjected to the hot-pressing at different temperatures of 750 and 900 °C for 60 minutes at a constant pressure of 200 kPa. Subsequently, the microstructure and elemental phases of lithium silicate samples were examined using scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffraction (XRD). Statistical analysis of the results was performed using one-way analysis of variance (ANOVA). A *p*-value of less than 0.05 was considered significant.

Results: X-ray diffraction results on the resulting powder before hot pressing showed the formation of a glass phase with lithium metasilicate and after hot pressing, the formation of a lithium disilicate phase. The results also showed that in all samples, the lithium disilicate phase was formed and had some porosity. In addition, with increasing the pressing temperature, the size of lithium disilicate particles increased. However, with increasing the hot-pressing temperature from 750 to 900°C, the amount of porosity decreased from about 23% to 20%.

Conclusion: The hot-pressing temperature had a significant effect on the microstructure and phases present in the produced ferrite sample. It was concluded that by changing the hot-pressing temperature, the microstructure and consequently the properties of the lithium disilicate blocks can be modified to achieve improved properties for dentistry applications.

Keywords: Lithium disilicate, Dental crown, Microstructure, Hot-pressing

Cite this article as: Naghdi Varnosfaderani H, Amini K, Khodaei M. Investigation of the effect of temperature of hot-pressing operation on the structural properties of lithium silicate blocks for dentistry applications. J Dent Med-TUMS. 2026;39:28. (Persian)



بررسی تأثیر دمای عملیات پرس داغ بر خواص ساختاری بلوک لیتیوم سیلیکات برای کاربردهای دندانپزشکی

حسین نقدی ورنوسفادرائی^۱، کامران امینی^{۲*}، محمد خدائی^۳

۱- گروه مهندسی مکانیک، واحد خمینی شهر، دانشگاه آزاد اسلامی، خمینی شهر، ایران

۲- دانشیار گروه مهندسی مکانیک، واحد خمینی شهر، دانشگاه آزاد اسلامی، خمینی شهر، ایران

۳- دانشیار گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی مهندسی گلپایگان، دانشگاه صنعتی اصفهان، گلپایگان، ایران

اطلاعات مقاله	چکیده
نوع مقاله: مقاله پژوهشی دریافت: ۱۴۰۵/۰۱/۱۵ پذیرش: ۱۴۰۵/۰۵/۰۱ انتشار: ۱۴۰۵/۰۵/۰۴ نویسنده مسؤول: کامران امینی، محمد خدائی گروه مهندسی مکانیک، واحد خمینی شهر، دانشگاه آزاد اسلامی، خمینی شهر، ایران گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی مهندسی گلپایگان، دانشگاه صنعتی اصفهان، اصفهان، ایران (Email: amini@gmail.com, m.khoddaeii@iut.ac.ir)	زمینه و هدف: ساخت بلوک‌های سرامیکی قابل ماشینکاری با قابلیت حفظ لبه و در عین حال استحکام کافی برای جویدن در دندانپزشکی بسیار مهم و کاربردی می‌باشد. یکی از مهم‌ترین دسته مواد جهت بازسازی تاج دندان با استفاده از تکنولوژی CAD-CAM سرامیک‌های لیتیوم دیسیلیکات می‌باشد و تحقیقات گسترده‌ای در زمینه اصلاح ساختار و خواص آن‌ها انجام شده است. ترمیم‌های تمام سرامیکی به دلیل نزدیکی به رنگ دندان و شفافیت باعث زیبایی دندان می‌گردد. در عین حال این مواد دارای زیست سازگاری بالا نیز هستند. هدف این تحقیق، یافتن دمای مناسب پرس داغ، برای تولید بلوک‌های لیتیوم دیسیلیکات بود. روش بررسی: مطالعه آزمایشگاهی حاضر در سال ۱۴۰۴، با هدف بررسی تجربی ریز ساختار بلوک‌های لیتیوم دیسیلیکات تولید شده به روش متالورژی پودر در دانشگاه آزاد اسلامی واحد خمینی شهر انجام شد. در این راستا در ابتدا، مواد اولیه تشکیل دهنده لیتیوم دیسیلیکات (شامل پتاسیم نیترات، تری اتیل فسفات، لیتیوم نیترات و تترا اتیل ارتو سیلیکات) با روش سل-ژل فراوری شده و فریت (حالت شیشه‌ای یک ماده سرامیکی) حاصل توسط هاون سرامیکی خورده شد. سپس دو گروه در دماهای مختلف ۷۵۰ و ۹۰۰ درجه سانتی گراد و در زمان ۶۰ دقیقه در فشار ثابت ۲۰۰ کیلو پاسکال تحت عملیات پرس داغ قرار گرفتند (هر گروه ۳ نمونه). در ادامه ریز ساختار و فازهای عنصری نمونه‌های لیتیوم سیلیکات به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و پراش اشعه ایکس (XRD) بررسی گردید. تجزیه و تحلیل آماری نتایج به دست آمده با استفاده از واریانس یک طرفه (ANOVA) انجام شد. یافته‌ها: نتایج پراش پرتو ایکس قبل از پرس داغ بر روی پودر حاصله تشکیل فاز شیشه‌ای به همراه لیتیوم متاسیلیکات و بعد از پرس داغ تشکیل فاز لیتیوم دیسیلیکات را نشان داد. همچنین نتایج نشان داد که در همه نمونه‌ها فاز لیتیوم دیسیلیکات تشکیل شده و دارای مقداری تخلخل بودند و با افزایش دمای پرس، مقدار تخلخل در زمینه کاهش یافت، به گونه‌ای که با افزایش دمای پرس داغ از دمای ۷۵۰ به ۹۰۰ درجه سانتی گراد، میزان تخلخل از حدود ۲۳ درصد به حدود ۲۰ درصد کاهش یافته است. در ارزیابی‌های آماری مقدار p-value کمتر از ۰.۰۵ با اهمیت نشان داده شده است. نتیجه گیری: دمای پرس داغ تأثیر قابل توجهی بر ریز ساختار و فازهای موجود در نمونه فریت تولید شده دارد و می‌توان با تغییر دمای پرس داغ، ریز ساختار و در نتیجه خواص بلوک لیتیوم دیسیلیکات را اصلاح نموده و به خواص بهتری برای کاربردهای دندانپزشکی دست یافت. کلید واژه‌ها: لیتیوم دیسیلیکات، تاج دندان، ریز ساختار، پرس داغ

مقدمه

این مواد حاوی تقریباً ۷۰-۶۵ درصد حجمی دیسیلیکات لیتیوم، ۳۴ درصد کسر حجمی شیشه باقیمانده و ۱ درصد کسر حجمی تخلخل پس از عملیات حرارتی هستند (۱۲).

بر خلاف سیستم لیتیوم دیسیلیکات باینری که توسط Stookey (۱۳) در سال ۱۹۵۹ توسعه یافت، ۲ IPS Empress® از یک سیستم چند جزئی مشتق شده است که از ترکیبی شامل $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O-K}_2\text{O}$ و $\text{ZnO-Al}_2\text{O}_3\text{-La}_2\text{O}_3\text{-P}_2\text{O}_5$ فرموله شده است (۶) و دارای کریستال‌های کشیده با طول دانه و قطر متوسط ۵/۲ میکرومتر و ۰/۸ میکرومتر است.

سیستم ۲ IPS Empress® در سال ۲۰۰۵ به شمش‌های press IPS e.max® تبدیل شد. این شمش‌ها بر اساس شیشه سرامیک لیتیوم دیسیلیکات و فرموله شده از سیستم $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O-K}_2\text{O-P}_2\text{O}_5\text{-}$ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-ZnO}$ ساخته شده‌اند. IPS e.max® press حاوی کریستال‌های کشیده با طول دانه متوسط تقریباً ۳-۶ میکرومتر و قطر ۰/۸-۰/۶ میکرومتر است (۶).

به طور کلی، ترمیم CAD IPS e.max® شامل سه مرحله ساخت است: ریخته گری صنعتی بلوک‌ها، فرزکاری به کمک رایانه و پالایش حرارتی نهایی که به عنوان کریستالیزاسیون شناخته می‌شود (۱۴).

دیسیلیکات‌شیشه- سرامیک‌های متاسیلیکات لیتیوم پس از ماشینکاری برای تبدیل به دیسیلیکات لیتیوم تحت عملیات حرارتی قرار می‌گیرند (۱۵). این عملیات حرارتی منجر به تغییرات ریز ساختاری قابل توجهی می‌شود که سختی آن‌ها را افزایش می‌دهد و آن‌ها را تقریباً غیر قابل ماشینکاری می‌کند (۱۶). بنابراین برای ساخت تاج دندان به روش فرزکاری به کمک رایانه، ابتدا بلوک متاسیلیکات لیتیوم، که سختی بالایی ندارد و قابل ماشینکاری است (متشکل از حدود ۶۰ درصد فاز شیشه‌ای و ۴۰ درصد بلورهای متاسیلیکات لیتیوم)، در اختیار دندانپزشک قرار می‌گیرد، دندانپزشک بعد از عملیات میلینگ (ماشینکاری فرز) به فرم نهایی دندان، آن‌ها را طی سیکل عملیات حرارتی خاصی در کوره به ساختار تمام سرامیکی دیسیلیکات لیتیوم (که سختی بالایی دارد و قابل ماشینکاری نیست) تبدیل می‌کند.

تاکنون تحقیقات گسترده‌ای در خصوص لیتیوم سیلیکات‌ها انجام شده است. به عنوان مثال، Serbena و همکاران (۱۷) تأثیر حجم جوانه زنی (Nucleation) را بر خواص مکانیکی لیتیوم دیسیلیکات شیشه و سرامیک

ترمیم‌های دندان فلز سرامیکی بیش از سی سال است که در دندانپزشکی مورد استفاده قرار می‌گیرد (۳-۱). ترمیم‌های تمام سرامیکی با تکرار رنگ طبیعی دندان و شفافیت، زیبایی فوق‌العاده‌ای را ارائه می‌دهند، در حالی که زیست سازگاری عالی را نیز از خود نشان می‌دهند (۴).

بین دهه‌های ۱۹۵۰ و ۱۹۶۰، فناوری طراحی به کمک رایانه/ساخت به کمک رایانه (CAD/CAM) عمدتاً در صنایع خودروسازی و هوافضا مورد استفاده قرار گرفت. Duret پیشگامی بود که کاربرد این فناوری را در سال ۱۹۷۱ ارائه کرد و بعداً در سال ۱۹۸۳ به اولین بازسازی دندان با استفاده از این فناوری دست یافت (۵).

پروتزهای دندان ثابت (FDP) را می‌توان بر اساس کاربردهای بالینی به سه نوع اصلی دسته بندی کرد: ۱- تمام فلز، ۲- فلز-سرامیک و ۳- تمام سرامیک (۶). بر اساس فازهای ریز ساختاری، ترمیم‌های تمام سرامیکی را می‌توان به ۱- عمدتاً مبتنی بر شیشه، ۲- سیستم‌های کریستالی شیشه‌ای، ۳- سیستم‌های مبتنی بر کریستالی با پرکننده‌های شیشه و ۴- پلی کریستالی دسته بندی کرد (۷).

بر اساس تکنیک‌های ساخت، ترمیم‌های تمام سرامیکی را می‌توان به ۱- تراکم پودر- مایع، ۲- ریخته گری لغزشی، ۳- پرس حرارتی و ۴- ماشینکاری با کمک رایانه (CAD-CAM)، دسته بندی کرد (۸).

نخستین بار شیشه سرامیک دندانپزشکی توسط Grossman (۶) در سال ۱۹۷۲ ساخته شد و در سال ۱۹۸۴ با نام تجاری Dicor عرضه شد که یک شیشه سرامیک فلورمیکا با مقاومت خمشی ۱۵۰ مگاپاسکال بود. این شامل بیش از ۵۵ درصد حجم پلاک‌های فلورمیکا تتراسیلیک بلوک مانند کوچک به اندازه ۱ تا ۲ میکرومتر بود. این شیشه سرامیک میکای تتراسیلیک از سیستم شیشه $\text{K}_2\text{O-MgF}_2\text{-MgO-SiO}_2$ سرچشمه می‌گیرد. در ابتدا، دیکور به عنوان یک شمش شیشه-سرامیک ریخته گری برای ساخت آزمایشگاهی با استفاده از تکنیک موم گم شده در دسترس بود، که بعداً به شکل بلوک قابل ماشین کاری تبدیل شد.

یکی از مواد که به طور گسترده مورد استفاده قرار می‌گیرد، ماده شیشه-سرامیک دیسیلیکات لیتیوم (LD) است (۹،۱۰) که در ابتدا توسط آیوکلار ویودنت (Ivoclar Vivadent) در سال ۱۹۹۸ با عنوان IPS Empress® ۲ به حوزه دندانپزشکی معرفی شد (۱۱).

پارامترهای مختلفی از جمله ریز ساختار بستگی دارد. ریز ساختار نقش مهمی در تعیین استحکام خمشی، چقرمگی خمشی، مدول الاستیک و خواص نوری آن‌ها دارد. عوامل مختلفی مانند ترکیب شیمیایی، ماده جوانه زا، مواد افزودنی و فرآیندهای عملیات حرارتی، ریز ساختار را کنترل می‌کنند (۱۶-۱۲).

هدف اصلی این مطالعه تجربی، بررسی اثر دمای پرس داغ بر ریز ساختار شیشه سرامیک‌های لیتیوم دیسیلیکات تولید شده به روش متالورژی پودر بررسی شده است.

روش بررسی

این مطالعه تجربی به صورت آزمایشگاهی در دانشگاه آزاد اسلامی واحد خمینی شهر در سال ۱۴۰۴ انجام شده است. موادی که در این پژوهش استفاده شده‌اند عبارتند از پتاسیم نیترات، تری اتیل فسفات، لیتیوم نیترات و تترا اتیل اورتو سیلیکات از شرکت مرک آلمان، در جدول ۱ تمامی مواد استفاده شده ارائه شده است.

ابتدا فریت لیتیوم دیسیلیکات به روش سل ژل سنتز شده و سپس در دماهای مختلف پرس داغ شده و خواص نمونه‌ها با هم مقایسه شدند. نمونه‌های تولید شده از نظر ریز ساختاری با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی و تحلیل پراش اشعه ایکس مورد بررسی قرار گرفته‌اند. نتایج به دست آمده از آزمایش‌ها به صورت نمودار و جدول ارائه شده و تحلیل شده‌اند.

برای انجام این آزمایش از قالب استوانه‌ای شکل فولادی استفاده شد که قابلیت پرس در دمای‌های بالا را داشته باشد و همچنین قالب دارای دو سنبه از دو طرف است که یکی از آن‌ها کوتاه‌تر و دیگری بلندتر

بررسی کردند. تبلور با استفاده از یک عملیات حرارتی دو مرحله‌ای ابتدا برای جوانه زنی در دمای ۴۵۵ درجه سانتی گراد و مرحله دوم برای رشد کریستال در ۵۶۰ درجه سانتی گراد انجام گرفت. مدت زمان جوانه زنی برای به دست آوردن کسرهای مختلف حجم کریستال‌ها متغیر بود، در حالی که مدت زمان رشد ثابت و ۵۵ دقیقه در نظر گرفته شد تا کریستال‌ها با قطر یکسان به دست آید. پس از عملیات حرارتی، مقاومت خمشی نمونه‌های کاملاً کریستالی شده در مقایسه با نمونه‌های شیشه‌ای خالص ۱۵۰ درصد افزایش پیدا کرده بودند. Wen و همکاران (۱۸) تأثیر ۴-۱ درصد مول پنتاکسید فسفر ($G1P-G4P(P_2O_5)$) در ساختار و خواص مکانیکی سرامیک‌های شیشه‌ای لیتیوم دیسیلیکات را مطالعه کرد. آن‌ها برای تهیه نمونه‌های خود از تکنیک فشار داغ استفاده کردند. در این مطالعه، محتوای پنتاکسید فسفر (P_2O_5) نه تنها بر مورفولوژی بلورها و در نتیجه خواص مکانیکی لیتیوم دیسیلیکات سرامیک شیشه‌ای بلکه ترکیبات فاز را نیز تحت تأثیر قرار داده است. افزایش مقدار پنتاکسید فسفر (P_2O_5) از ۱ به ۴٪ مول با کاهش مقاومت خمشی (از ۲۴۹ مگاپاسکال به ۱۸۵ مگاپاسکال) و مقدار لیتیوم دیسیلیکات همراه بود. مقدار فاز Li_3PO_4 از نمونه‌های $G1P$ به $G4P$ افزایش یافته در حالی که فاز لیتیوم متاسیلیکات در $G3P$ وجود نداشت و $G4P$ و کریستوبالیت (SiO_2) به جای آن رخ داده بود. Khodaei و همکاران (۱۹) تأثیر نسبت SiO_2 به Li_2O را بر خواص مکانیکی و بیولوژیکی شیشه سرامیک متاسیلیکات با روش پرس داغ را بررسی کردند، و نتایج تحقیق نشان داد که نسبت SiO_2 به Li_2O تأثیر مهمی بر خواص مکانیکی و بیولوژیکی بلوک‌ها حاصل دارد. به گونه‌ای که نسبت ۲/۲ مقدار بهینه معرفی شد. خصوصیات فیزیکی و مکانیکی بلوک‌های لیتیوم سیلیکات به

جدول ۱- مواد مورد استفاده در پژوهش حاضر برای بررسی تأثیر دمای پرس داغ بر خواص بلوک لیتیوم دیسیلیکات

نام	کمپانی	فرمول شیمیایی	جرم مولی
اسید نیتریک	CAS Num 7697-37-2	HNO_3	$63/012/g/mol^{-1}$
تترا اتیل اوتوسیلیکات	Merck 800658	$Si(OC_2H_5)_4$	$208.33 g/mol^{-1}$
نیترات لیتیوم	Merck 112230	$LiNO_3$	$68.946 g/mol$
تری اتیل فسفات	Merck 841121	$(C_2H_5)_3PO_4$	$182.15 g/mol$
نیترات پتاسیوم	Merck 105363	KNO_3	$101.103 g/mol$

(HNO₃) نیز بر اساس رابطه (A) برابر با ۱۶/۹۲۶ گرم محاسبه شد. نیترات لیتیوم (LiNO₃) با استفاده از رابطه (A) برابر با ۳۷/۹۲۲ گرم، تری‌اتیل فسفات (TEP) معادل ۷/۲۸ گرم و نیترات پتاسیم (KNO₃) معادل ۴/۰۴۴ گرم محاسبه گردید.

در مرحله نخست، ۲۰۰ سی‌سی آب با ۱۶/۹۲ گرم اسید نیتریک مخلوط شد. سپس ۱۳۵/۴ گرم تترایاتیل ارتوسیلیکات به محلول اضافه گردید و مخلوط حاصل به مدت ۱۵ تا ۳۰ دقیقه با استفاده از همزن مغناطیسی با سرعت ۲۰۰ دور در دقیقه هم زده شد. در ادامه، ۳۷/۹۲ گرم نیترات لیتیوم به محلول افزوده شد و مجدداً به مدت ۱۵ دقیقه همزده شد. پس از آن، ۷/۲۸ گرم تری‌اتیل فسفات به محلول اضافه گردید و به مدت ۱۵ دقیقه همزده شد. در مرحله بعد، ۴/۰۴ گرم نیترات پتاسیم به محلول اضافه شد و مجدداً برای ۱۵ دقیقه دیگر همزده شد. پس از انجام این مراحل، محلول به مدت ۱۲ ساعت در دمای اتاق استراحت داده شد. سپس فریت حاصل به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۷۰ درجه سانتی گراد درون آون قرار گرفت تا پودر خشک حاصل شود. در نهایت، پودر به مدت ۳ ساعت در دمای ۶۵۰ درجه سانتی گراد در کوره حرارت داده شد تا به پودر لیتیوم سیلیکات تبدیل گردد. پودر به دست آمده با استفاده از هاون دستی آسیاب شد تا برای آزمایش‌های بعدی آماده گردد. این مراحل به دقت اجرا شده تا فرآیند تولید پودر لیتیوم سیلیکات بهینه سازی شده و نمونه‌ها برای بررسی‌های بعدی آماده شوند.

پودر آسیاب شده فریت قبل از پرس در شکل ۲ نشان داده شده است. همانطور که قابل مشاهده است پودر تولید شده دارای دانه‌های یک دست و سفید رنگ می‌باشد و فاقد هرگونه ناخالصی قابل مشاهده با چشم می‌باشد.



شکل ۲- فریت آسیاب شده

می‌باشد و دلیل این اختلاف اندازه این است که سنبه کوتاه‌تر برای راحت‌تر خارج شدن قطعه از قالب در زیر قالب و سنبه بلندتر برای اعمال فشار از بالا تعبیه شده است (شکل ۱).



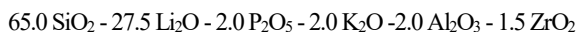
شکل ۱- نمایی از قالب جهت تولید نمونه‌ها

- تهیه پودر لیتیوم سیلیکات به روش سل-ژل

در این قسمت روش تهیه پودر لیتیوم سیلیکات ذکر شده است، همچنین مبنای محاسبات از مقاله Khodaei و همکاران (۲۰) می‌باشد. محاسبه مقدار مواد مورد نیاز بر اساس رابطه (A) زیر انجام می‌گیرد:

$$ms = Ms \times Ns \quad (A) \text{ رابطه}$$

که در این رابطه، ms جرم ماده بر حسب گرم، Ns مقدار ماده بر حسب مول و Ms جرم مولی ماده بر حسب گرم بر مول است. ترکیب شیشه مورد استفاده در این پژوهش شامل نسبت‌های مولی زیر می‌باشد:



یا به عبارتی مقادیر مولی به شرح زیر می‌باشد.

۶۵ درصد SiO_2 ، ۲۷/۵ درصد Li_2O ، ۲/۰ درصد P_2O_5 ، ۲/۰ درصد K_2O ، ۲/۰ درصد Al_2O_3 و ۱/۵ درصد ZrO_2

مقادیر مواد مورد نیاز به صورت زیر محاسبه شدند: مقدار آب برابر با ۲۰۰ سی‌سی در نظر گرفته شد. تترایاتیل ارتوسیلیکات (TEOS) بر اساس رابطه (A) برابر با ۱۳۵/۴۱ گرم محاسبه گردید. مقدار اسید نیتریک

– فرایند پرس داغ نمونه‌های تولید شده

به منظور بررسی تأثیر دمای پرس داغ بر خواص، ۶ نمونه (در دو گروه و هر گروه سه نمونه) در دو دمای متفاوت ۷۵۰ و ۹۰۰ درجه سانتی گراد و در فشار ثابت ۲۰۰ کیلو پاسکال پرس داغ شدند. فرایند پرس داغ برای هر نمونه به مدت ۶۰ دقیقه انجام شد تا پایداری و همگنی در ساختار نمونه‌ها تضمین گردد. طبق داده‌های آنالیز حرارتی DSC، پیک‌های اندوترمیک در دماهای ۶۴۶/۶ درجه سانتی گراد و ۷۵۳/۵ درجه سانتی گراد مشاهده شد که به ترتیب با تشکیل فاز لیتیوم متاسیلیکات (Li_2SiO_3) و لیتیوم دی‌سیلیکات ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) مرتبط هستند و دماهای پرس داغ بر اساس نتایج آنالیز حرارتی انتخاب شده‌اند. در فرایند پرس، پودرهای لیتیوم سیلیکات تهیه شده درون قالب پرس ریخته شد و مجموعه قالب تحت فشار ثابت قرار گرفت. سپس، با استفاده از یک کنترل‌کننده دما و المنت‌های حرارتی، دمای کوره که در اطراف قالب قرار داشت به تدریج تا دمای مورد نظر افزایش یافت. برای حفظ پایداری حرارتی کوره، از آجرهای نسوز با تحمل دمایی تا ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد استفاده شد و جهت پایش دقیق دمای نمونه‌ها، یک ترموکوپل نوع K درون کوره قرار داده شد. فرایند پرس داغ به مدت ۶۰ دقیقه در این دما و فشار ثابت ۲۰۰ کیلو پاسکال ادامه یافت. پس از اتمام عملیات حرارتی، مجموعه قالب درون کوره نگهداری شد تا به تدریج و به صورت کنترل‌شده به دمای محیط برسد. پارامترهای فرایند، بر اساس مطالعات مشابه در زمینه ساخت سرامیک‌های لیتیوم دی‌سیلیکات انتخاب شده‌اند.

– مشخصه یابی نمونه‌های تولید شده

۱- آزمون آنالیز و تعیین مشخصات کریستال‌ها

بررسی و تعیین مشخصات فازی و بلوری نمونه‌ها با کمک دستگاه پراش اشعه ایکس (XRD, ASENWARE AW-XDM 300) انجام گرفت. منبع پرتوی ایکس دارای آند مس و طول موج پرتوی تولیدی ۱/۵۴ آنگستروم بوده و اسکن در محدوده زاویه ۲θ بین ۱۰ تا ۷۰ درجه انجام شده است.

۲- آزمون بررسی ریز ساختار نمونه‌ها

بررسی ریز ساختار نمونه‌ها به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM, TESCAN MIRA3, Czech Republic) انجام گرفت. ابتدا

نمونه‌ها به روش کندوپاش (اسپاترینگ) پوشش طلا داده شدند و سپس توسط آشکارساز الکترون برگشتی (SE) مورد مشاهده قرار گرفتند و اندازه ذرات و یا حفرات توسط پردازش تصاویر به دست آمده از SEM توسط نرم افزار ImageJ به دست آمد.

۳- آزمون آنالیز حرارتی نمونه

بررسی رفتار حرارتی نمونه‌ها به کمک دستگاه‌های حرارتی گرانشی (TG) و کالریمتری تفاضلی روبشی (DSC) انجام گرفت. نمونه‌ها تا دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد و با نرخ ۱۰ درجه بر دقیقه در بوتله آلومینایی گرما داده شدند و تغییرات وزن آن‌ها و همچنین پیک‌های گرمایر و گرمازا با افزایش دما بررسی شدند.

تحلیل آماری

تمام داده‌های عددی به صورت میانگین $\pm$ انحراف معیار (S.D) گزارش شدند. تجزیه و تحلیل آماری نتایج به دست آمده با استفاده از واریانس یک‌طرفه (ANOVA) با نرم افزار Prism (V.9) انجام شد. معنی داری آماری با $p < 0.05$ نشان داده شده است که در تمام داده‌ها با مقدار $p < 0.05$ از نظر آماری معنی‌دار در نظر گرفته شد.

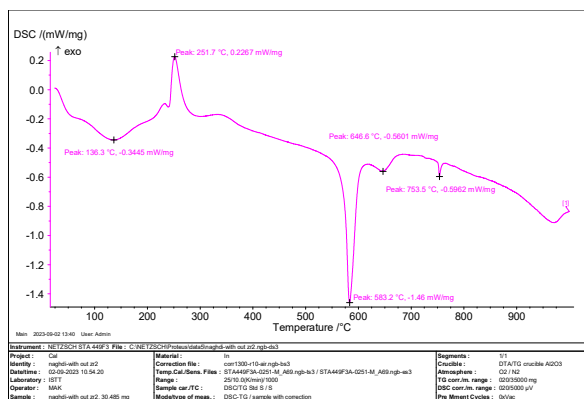
بحث و نتیجه گیری

– بررسی آنالیزهای حرارتی نمونه ساخته شده

۱- نتایج آزمون حرارتی نمونه قبل از پرس داغ

الف) تحلیل نمودار DSC (کالریمتری تفاضلی روبشی)

نمودار ۱ کالریمتری تفاضلی روبشی نمونه را بین دمای ۲۰ تا ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد را نشان می‌دهد.

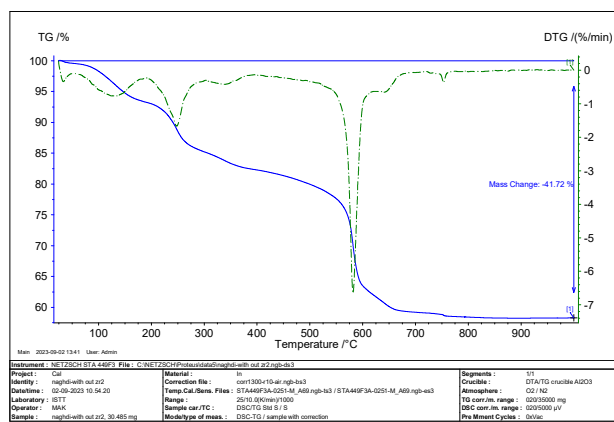


نمودار ۱- نمودار آزمون حرارتی کالریمتری تفاضلی روبشی

این پیک نشان‌دهنده یک واکنش اکسوترمیک است که مربوط به نقطه ذوب ماده (TM) می‌باشد. همانطور که Huang و همکاران (۲۱) نیز همین حدود اعداد را گزارش کردند.

تحلیل نمودار TGA (آنالیز حرارتی گرانشی)

نمودار TGA تغییرات وزن نمونه را در طول افزایش دما نشان می‌دهد. این اطلاعات به بررسی پایداری حرارتی و تجزیه اجزای مختلف نمونه کمک می‌کند. اگر رویدادهای حرارتی در آنالیز TGA نزدیک به یکدیگر باشند، تشخیص آن‌ها مشکل خواهد بود. برای حل این مشکل از مشتق نمودار TGA که با نماد TDG نشان می‌دهند، استفاده می‌شود. نمودار ۲ نتایج آزمون حرارتی TGA و TDG را نشان می‌دهد.



نمودار ۲- نمودار آزمون حرارتی گرانشی

۱- کاهش ۴۱/۷۲ درصد در وزن نمونه
کاهش عمده وزن در محدوده دمایی ۵۰۰ تا ۷۰۰ درجه سانتی گراد اتفاق افتاده است، در حدود ۲۴ درصد وزنی، که نشان‌دهنده تجزیه مواد فرار یا اجزای آلی و غیرآلی موجود در نمونه است. این کاهش وزن با تغییرات فازی و تجزیه اجزای ترکیبی ماده مرتبط است. احتمالاً با تجزیه اجزای مرتبط با تشکیل فازهای لیتیوم سیلیکات هم زمان است.

۲- تغییرات وزنی در دماهای پایین‌تر (۱۰۰ تا ۵۰۰ درجه سانتی گراد) کاهش وزن حدود ۱۶ درصد وزنی در این محدوده دما می‌تواند به حذف رطوبت، آب تبلور یا گازهای فرار سبک مربوط باشد. این مرحله شامل آزاد سازی اجزای فرار و واکنش‌های حرارتی جزئی است.

نمودار DSC نشان دهنده تغییرات حرارتی نمونه لیتیوم سیلیکات است. با توجه به جهت فلش "exo" به سمت بالا، پیک‌های رو به بالا نشان دهنده فرآیندهای اگزوترمیک (آزاد سازی گرما) و پیک‌های رو به پایین نشان دهنده فرآیندهای اندوترمیک (جذب گرما) هستند. هر پیک بیانگر یک تغییر یا واکنش فازی در نمونه است.

۱- پیک ۱۳۶/۳ درجه سانتی گراد: (-0.3445 mW/mg)

این پیک نشان‌دهنده یک تغییر اندوترمیک است، به معنای جذب گرما توسط نمونه. این تغییر می‌تواند به حذف رطوبت، جذب آب یا گازهای فرار اولیه مرتبط باشد که در این دما از ساختار ماده آزاد می‌شوند.

۲- پیک ۲۵۱/۷ درجه سانتی گراد: (0.2267 mW/mg)

این پیک نشان‌دهنده یک واکنش اگزوترمیک است که احتمالاً به یک واکنش شیمیایی یا تغییر ساختاری مرتبط است که با آزاد سازی گرما همراه است. این پیک می‌تواند نشان‌دهنده تغییرات اولیه در ساختار بلوری ماده و تجزیه قسمتی از مواد اولیه باشد.

۳- پیک ۵۸۳/۲ درجه سانتی گراد: (-1.46 mW/mg)

این پیک اندوترمیک به احتمال زیاد نشان دهنده یک تغییر فازی یا تجزیه شیمیایی است که در آن نمونه مقدار زیادی گرما جذب می‌کند. این دما ممکن است به شروع تشکیل یک فاز واسط مرتبط باشد که به گرما نیاز دارد.

۴- پیک ۶۴۶/۶ درجه سانتی گراد: (-0.5601 mW/mg)

این پیک اندوترمیک نشان‌دهنده تشکیل بلور لیتیوم متاسیلیکات (Li_2SiO_3) است. در این دما، فرآیند کریستالیزاسیون Li_2SiO_3 اتفاق می‌افتد که نیاز به جذب گرما دارد. تشکیل این فاز معمولاً در محدوده دمایی ۶۰۰ تا ۷۰۰ درجه سانتی گراد رخ می‌دهد. همانطور که Huang و همکاران (۲۱) نیز همین حدود اعداد را گزارش کردند.

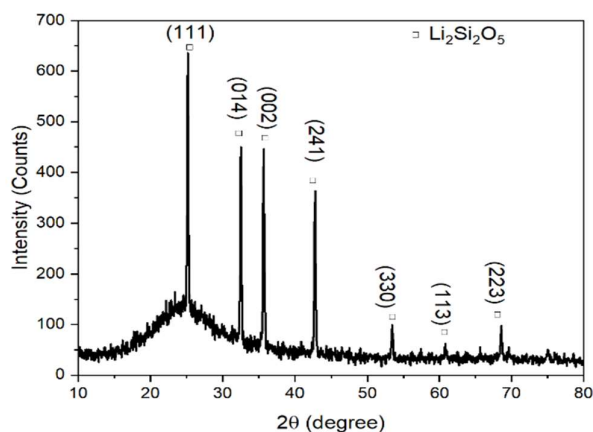
۵- پیک ۷۵۳/۵ درجه سانتی گراد: (-0.5962 mW/mg)

این پیک اندوترمیک نشان‌دهنده تشکیل لیتیوم دیسیلیکات ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) است. این فرآیند معمولاً در دماهای بالاتر از تشکیل متاسیلیکات رخ می‌دهد و به گرمای بیشتری نیاز دارد. تغییرات فازی در این دما منجر به تشکیل $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ می‌شود که ساختار بلوری پایدارتر و متفاوتی نسبت به Li_2SiO_3 دارد. همانطور که Huang و همکاران (۲۱) نیز همین حدود اعداد را گزارش کردند.

۶- پیک ۹۸۰ درجه سانتی گراد: (-0.840 mW/mg)

- بررسی و تعیین مشخصات کریستالی نمونه‌های ساخته شده

۱- بررسی و تعیین مشخصات کریستال پودر قبل از پرس داغ الگوی پراش پرتو ایکس مربوط به نمونه قبل از پرس در نمودار ۴ نشان داده شده است. مطابق نمودار ۴ و جدول ۲ و با انطباق پیک‌های قابل مشاهده در این الگوی پراش بر روی الگوهای پراش مرجع توسط نرم افزار Xpert، فاز شناسایی شده، لیتیم دیسیلیکات با فرمول شیمیایی $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ (۲۲). بر این اساس، این فاز دارای ساختار کریستالی اورترومبیک و گروه فضایی $\text{Ccc}2$ است. اندیس‌های میلر مربوط به هر پیک در این الگوی پراش بر روی همان پیک نام گذاری شده است.



نمودار ۴- الگوی پراش پرتو ایکس مربوط به نمونه قبل از پرس داغ

در نمودار ۴ همان گونه که در تصویر مشاهده می‌شود، فازهای موجود در این نمونه لیتیم دیسیلیکات و فاز شیشه ای است. برای تحلیل این گراف می‌توان گفت:

- پیک‌های تپه ای شکل در محدوده ۲۰ تا ۳۰ درجه 2θ نشان دهنده وجود فاز غیربلوری یا آمورف یا همان شیشه ای است.
- پیک‌های پراش XRD می‌توانند تأیید کننده تغییرات فازی باشند که در داده‌های DSC و TGA مشاهده گردید.
- همچنین در این نمودار مشاهده می‌شود در زوایای ۲۵، ۳۳، ۳۶، ۴۳، ۵۴، ۶۹ پیک‌های شارپ، بلند و تیزی مشاهده می‌شود که این پیک‌ها مربوط به فاز لیتیم دیسیلیکات با کد مرجع (Ref. Code) ۳۰۲۸-۲۰۰-۹۶ می‌باشد. در نتیجه مشاهده می‌شود که این نمونه از دو فاز شیشه‌ای و فاز کریستالی لیتیم دیسیلیکات تشکیل شده است.

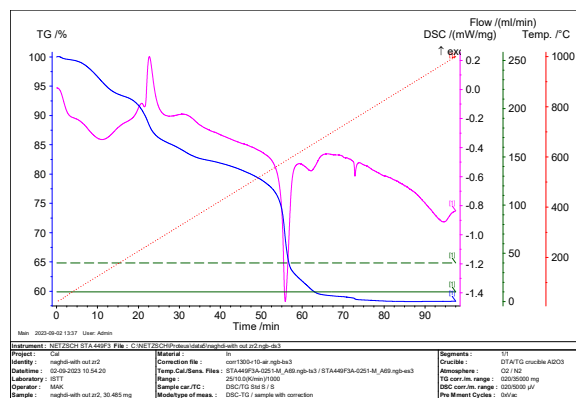
۳- کاهش وزن در دماهای ۶۰۰ تا ۸۰۰ درجه سانتی گراد

این کاهش وزن حدوداً ۶ درصد وزنی با تجزیه حرارتی و تشکیل فازهای جدید، از جمله لیتیم متاسیلیکات و لیتیم دیسیلیکات، مرتبط است. فرآیندهای حرارتی و شیمیایی در این محدوده دما منجر به تغییرات ساختاری و تخریب ترکیبات ناپایدار می‌شوند. DSC: نمودار نشان دهنده چندین فرآیند حرارتی از جمله تشکیل فازهای لیتیم متاسیلیکات (Li_2SiO_3) در حدود ۶۴۶/۶ درجه سانتی گراد و تشکیل لیتیم دیسیلیکات ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) در حدود ۷۵۳/۵ درجه سانتی گراد است. این پیک‌های اندوترمیک نشان دهنده جذب گرما در طی فرآیندهای تغییر فاز هستند.

TGA: کاهش وزن عمده در محدوده دمایی ۵۰۰ تا ۷۰۰ درجه سانتی گراد با تجزیه حرارتی و تشکیل فازهای جدید مرتبط است. این تغییرات وزنی با تجزیه و تبدیل فازهای مختلف ماده همزمان است. بر اساس داده‌های DSC، TGA و الگوی XRD، می‌توان نتیجه گرفت که نمونه لیتیم سیلیکات در دماهای مختلف دچار تغییرات فازی مهمی شده است. در دمای حدود ۶۴۶/۶ درجه سانتی گراد، لیتیم متاسیلیکات (Li_2SiO_3) تشکیل شده و در دمای ۷۵۳/۵ درجه سانتی گراد، این فاز به لیتیم دیسیلیکات ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) تبدیل شده است.

این تغییرات با کاهش وزن در داده‌های TGA و پیک‌های الگوی XRD نیز همخوانی دارد و تأیید می‌کند که نمونه از لحاظ ساختاری دچار تغییرات فازی بلوری شده است.

در نمودار ۳، نمودار دو آنالیز حرارتی DSC و TGA هم زمان قابل مشاهده می‌باشد.



نمودار ۳- نمودار آزمون حرارتی TGA و DSC

جدول ۲- تحلیل الگوی پراش پرتو ایکس نمونه پودر قبل از پرس داغ

Scale Factor	Score	فرمول شیمیایی	ساختار کریستالی	کد مرجع
۰/۰۵۱	۲	Si8 O20 Li8	Lithium Disilicate	۹۶-۲۰۰-۳۰۲۸

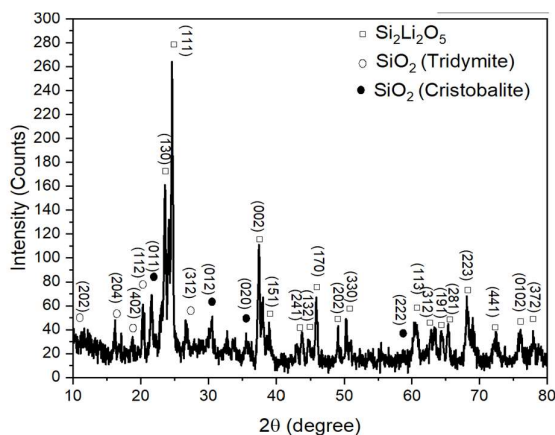
جدول ۳- تحلیل الگوی پراش پرتو ایکس مربوط به نمونه پرس داغ شده در دمای ۷۵۰ درجه سانتی گراد

Scale Factor	Score	فرمول شیمیایی	ساختار کریستالی	کد مرجع
۰/۹۳۴	۶۱	Li ₂ Si ₂ O ₅	Lithium Silicate	۰۱-۰۷۲-۰۱۰۲
۰/۴۲۸	۴۹	Si O ₂	Cristobalite low	۰۱-۰۷۶-۰۹۴۰
۰/۲۶۹	۵۴	Li ₂ Si O ₃	Lithium Silicate	۰۱-۰۷۰-۰۳۳۰
۰/۲۱۱	۲۴	Si O ₂	Tridymite	۰۱-۰۸۳-۱۳۳۹

گروه فضایی Ccc2 (۲۳)، فاز کریستالی لیتیوم سیلیکات با فرمول شیمیایی Li₂SiO₃ با کد مرجع 01-070-0330 با ساختار کریستالی اورترومبیک و گروه فضایی Cmc21 (۸)، فاز کریستالی تریدیمیت با فرمول شیمیایی SiO₂ با کد مرجع JCPDS No. 01-083-1339 با ساختار کریستالی مونوکلینیک و گروه فضایی C1c1 (۲۳) و فاز کریستالی کریستوبالیت با فرمول شیمیایی SiO₂ با کد مرجع JCPDS No. 01-076-0940 با ساختار کریستالی تتراگونال و گروه فضایی P 41 21 2 (۲۴). اندیس‌های میلر مربوط به هر پیک در این الگوی پراش بر روی همان پیک نام گذاری شده است.

۳- بررسی و تعیین مشخصات کریستالی نمونه پرس داغ شده در دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد

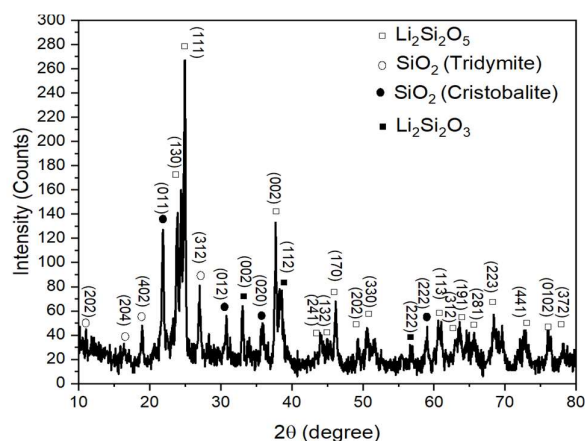
الگوی پراش پرتو ایکس مربوط به نمونه بعد از پرس داغ در دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد در نمودار ۶ نشان داده شده است.



نمودار ۶- الگوی پراش پرتو ایکس مربوط به نمونه پرس داغ شده در دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد

۲- بررسی و تعیین مشخصات کریستالی نمونه پرس داغ شده در دمای ۷۵۰ درجه سانتی گراد

الگوی پراش پرتو ایکس مربوط به نمونه بعد از پرس در دمای ۷۵۰ درجه سانتی گراد در نمودار ۵ نشان داده شده است، در نمودار ارائه شده مشاهده می‌شود که فازهای موجود در این نمونه لیتیوم سیلیکات، کمی کریستوبالیت، و تریدیمیت است.

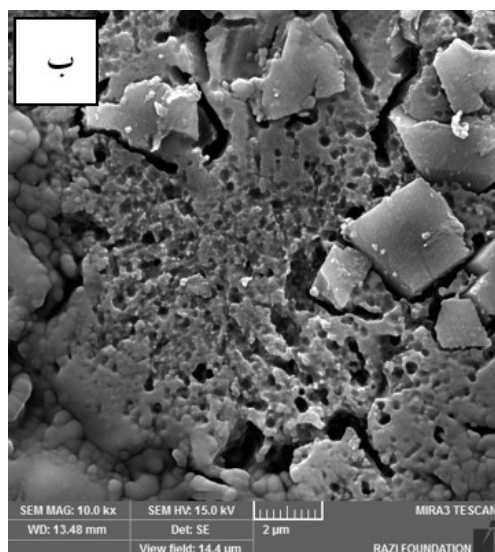
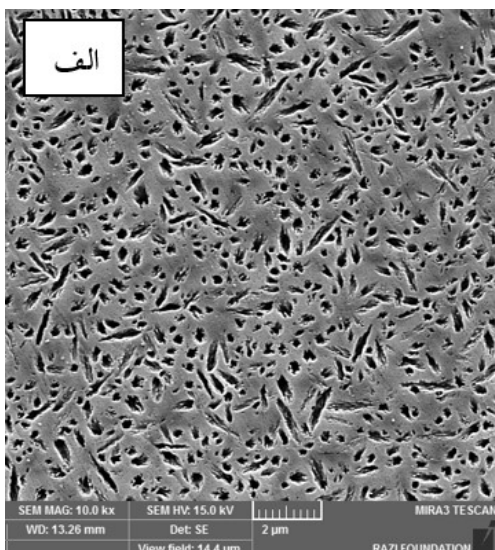


نمودار ۵- الگوی پراش پرتو ایکس مربوط به نمونه پرس داغ شده در دمای ۷۵۰ درجه سانتی گراد

مطابق نمودار ۵ و جدول ۳ و با انطباق پیک‌های قابل مشاهده در این الگوی پراش بر روی الگوهای پراش مرجع توسط افزار مذکور، مشخص شد که این نمونه دارای چهار فاز کریستالی مختلف است که عبارتند از: فاز کریستالی لیتیوم دیسیلیکات با فرمول شیمیایی Li₂Si₂O₅ با کد مرجع 01-072-0102 با ساختار کریستالی اورترومبیک و

جدول ۴- تحلیل الگوی پراش پرتو ایکس مربوط به نمونه پرس داغ شده در دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد

کد مرجع	ساختار کریستالی	فرمول شیمیایی	Score	Scale Factor
۰۱-۰۷۲-۰۱۰۲	Lithium Silicate	$\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$	۶۸	۰/۸۹۱
۰۱-۰۷۶-۰۹۳۳	Cristobalite high	SiO_2	۴۸	۰/۱۸۲
۰۱-۰۸۳-۱۳۳۹	Tridymite	SiO_2	۳۴	۰/۲۸۷



شکل ۳- میکروگرافهای SEM حاصل از آزمون با بزرگنمایی ۱۰۰۰۰ برابر.
(الف): نمونه اول بعد از پرس در دمای ۷۵۰ درجه سانتی گراد،
(ب): نمونه بعد از پرس در دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد

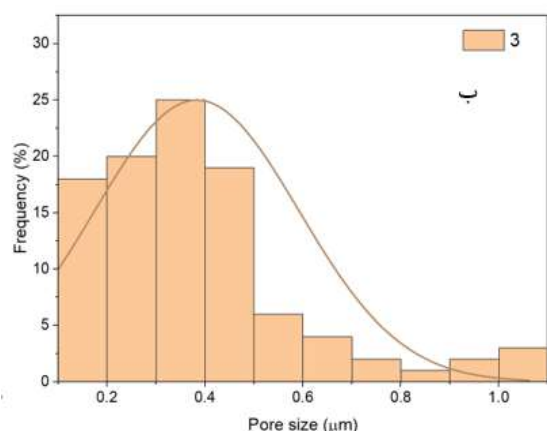
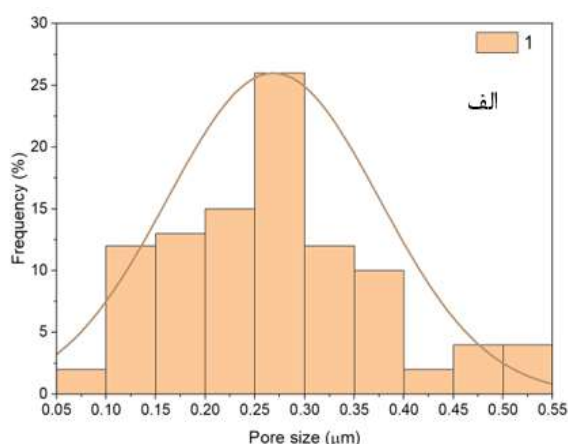
مطابق نمودار ۶ و جدول ۴ و با انطباق پیک‌های قابل مشاهده در این الگوی پراش بر روی الگوهای پراش مرجع توسط افزار مذکور، مشخص شد که این نمونه دارای سه فاز کریستالی مختلف است که عبارتند از: فاز کریستالی لیتیم دیسیلیکات با فرمول شیمیایی $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ با کد مرجع JCPDS No. 01-072-01020 با ساختار کریستالی اورترومبیک و گروه فضایی Ccc2 (۲۲)، فاز کریستالی تریدمیت با فرمول شیمیایی SiO_2 با کد مرجع JCPDS No. 01-083-1339 با ساختار کریستالی مونوکلینیک و گروه فضایی C_1c_1 (۲۳) و فاز کریستالی کریستوبالیت با فرمول شیمیایی SiO_2 با کد مرجع JCPDS No. 01-076-0933 با ساختار کریستالی تتراگونال و گروه فضایی $P 4_1 2_1 2$ (۲۴). اندیس‌های میلر مربوط به هر پیک در این الگو پراش بر روی همان پیک نام گذاری شده است.

- بررسی ریز ساختار نمونه‌ها

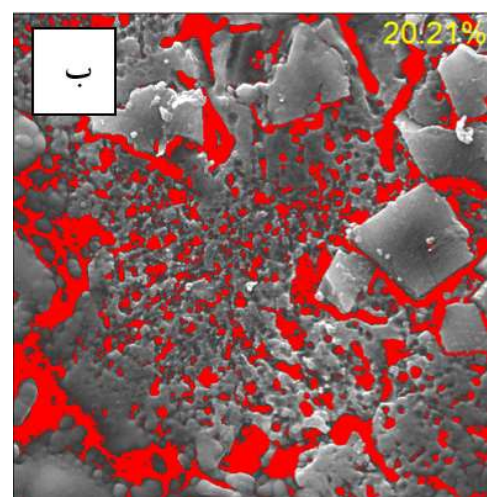
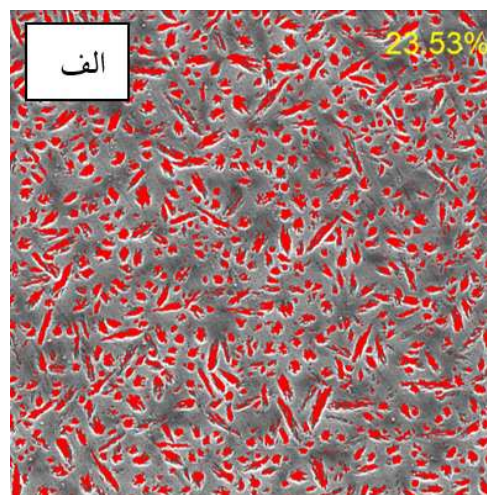
این آزمون جهت بررسی و آنالیز مورفولوژی ساختارها و شناسایی ترکیبات شیمیایی است.

جهت بررسی میکروساختار نمونه‌های مورد بررسی از میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM استفاده شده و میکروگراف‌های مربوط به این نمونه‌ها در شکل ۳ نشان داده شده است. همچنین در شکل ۴ تصاویر پردازش شده توسط نرم افزار پردازش تصویر Image J نیز نشان داده شده است که در آن حفرات به صورت نقاط قرمز نشان داده شده و درصد این مناطق نسبت به کل سطح اندازه گیری شده است.

مطابق شکل ۳، در میکروگراف مربوط به نمونه پرس شده در دمای ۷۵۰ درجه سانتی گراد، حفراتی با مورفولوژی کروی و کشیده (سوزنی شکل) قابل مشاهده می‌باشد که درصد این حفرات نسبت به کل سطح ماده حدود ۲۳/۵۳٪ اندازه گیری شده است.



نمودار ۷- هیستوگرام توزیع اندازه حفرات. (الف): نمونه بعد از پرس در دمای ۷۵۰ درجه سانتی گراد، (ب): نمونه بعد از پرس در دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد



شکل ۴- میکروگرافهای SEM حاصل از پردازش تصویر توسط نرم افزار (الف): نمونه اول بعد از پرس در دمای ۷۵۰ درجه سانتی گراد، (ب): نمونه بعد از پرس در دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد

در این هیستوگرامها محور افقی اندازه حفرات قابل مشاهده در میکروگراف SEM و محور عمودی تعداد حفراتی است که در آن محدوده اندازه توسط نرم افزار اندازه گیری شده است.

مطابق هیستوگرام نشان داده شده در نمودار ۷ (الف)، در نمونه پرس شده در دمای ۷۵۰ از بین ۱۰۰ حفره اندازه گیری شده ۸۸ درصد حفرات دارای ابعادی بین ۰/۱ تا ۰/۴ میکرومتر بوده‌اند و تنها ۱۲ درصد از حفرات ابعادی خارج از این محدوده داشته‌اند. همچنین مشخص است که بیشترین تعداد حفرات در محدوده ۰/۲۵ تا ۰/۳ میکرومتر بوده‌اند. همچنین مطابق هیستوگرام نشان داده شده در نمودار ۷ (ب)، در نمونه پرس شده در دمای ۹۰۰ از بین ۱۰۰ حفره اندازه گیری شده ۹۱ درصد حفرات دارای ابعادی بین ۰/۱ تا ۰/۶ میکرومتر بوده‌اند و تنها

در نمونه پرس شده در دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد حفرات مجدداً با افزایش اندازه همراه بوده و مورفولوژی کروی شکل داشته‌اند. همچنین در این نمونه اطراف برخی از ذرات نیز تخلیه شده و به صورت حفرات مرزدهانه‌ای قابل مشاهده هستند. درصد حجمی حفرات در این نمونه نیز مجدداً افزایش یافته و به ۲۰/۲۱٪ رسیده است. جهت بررسی توزیع اندازه حفرات در نمونه‌های مورد بررسی، ۱۰۰ حفره از تصاویر SEM توسط نرم افزار پردازش تصویر Image J اندازه گیری شده و هیستوگرام توزیع اندازه آن‌ها در نمودار ۷ نشان داده شده است.

جدول ۵- نتایج آماری حاصل از هیستوگرام‌های نشان داده شده در نمونه‌های مورد بررسی

نمونه	تعداد کل اندازه گیری	میانگین (میکرو متر)	انحراف معیار (میکرو متر)	کوچکترین حفره اندازه گیری شده (میکرو متر)	حفره اندازه گیری شده با اندازه متوسط (میکرو متر)	بزرگترین حفره اندازه گیری شده (میکرو متر)
پرس شده در دمای ۹۰۰C	۱۰۰	۰/۲۶۸	۰/۱۰۷	۰/۰۷۱	۰/۲۶۴	۰/۵۳۹
پرس شده در دمای ۷۵۰C	۱۰۰	۰/۳۸۳	۰/۲۰۹	۰/۱۲۶	۰/۳۳۵	۱/۰۴

برای اولین بار مورد بررسی قرار گرفت. نتایج آنالیز فازبندی با XRD نشان می‌دهد که نمونه‌های پرس داغ شده از لحاظ فازی مناسب و مطلوب و دقیقاً مشابه با نتیجه حاصل شده توسط سایر محققین (۹،۱۹) است. اما حفراتی در زمینه وجود دارد که مطلوب نیستند. هرچند که مقدار حفرات در روش‌های ریخته‌گری بسیار کمتر گزارش شده است (۱۲)، اما این تحقیق نشان داد با افزایش دمای پرس داغ، می‌توان حجم حفرات را کاهش داد.

پژوهش حاضر به بررسی تجربی ریز ساختار و خواص مکانیکی بلوک‌های لیتیوم سیلیکات که با روش پرس داغ در دماهای مختلف تولید شده‌اند، پرداخته است. هدف اصلی این تحقیق، بهبود خواص ریز ساختاری این ماده با کنترل دقیق دمای عملیات پرس داغ بوده است. بر اساس داده‌های به‌دست آمده از آنالیزهای حرارتی، پراش پرتو ایکس و میکروسکوپ الکترونی روبشی، تغییرات فازی مختلفی در نمونه‌ها مشاهده شد که تأثیر مستقیم بر خواص نهایی آن‌ها دارد. در داده‌های DSC، پیک‌های اندوترمیک در دماهای ۶۴۶/۶ درجه سانتی گراد و ۷۵۳/۵ درجه سانتی گراد مشاهده شد که به ترتیب با تشکیل فاز لیتیوم متاسیلیکات (Li_2SiO_3) و لیتیوم دی‌سیلیکات ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) مرتبط هستند. در الگوی پراش پرتو ایکس مشاهده شد، پودر اولیه سنتز شده از فاز لیتیوم متاسیلیکات در زمینه شیشه‌ای تشکیل شده و پرس داغ سبب تبدیل آن‌ها به فاز لیتیوم دی‌سیلیکات شده است که فازی سخت و غیر قابل ماشین‌کاری می‌باشد و این ویژگی، مناسب ساخت بلوک‌های قابل ماشین‌کاری برای کاربردهای دندانپزشکی است.

References:

- 1- Kelly JR, Benetti P. Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. Aust Dent J. 2011;56:Suppl 1:84-96.
- 2- McLean JW. Evolution of dental ceramics in the twentieth century. J Prosthet Dent. 2001;85:61-6.
- 3- Conrad HJ, Seong W-J, Pesun JJ. Current ceramic materials

۹ درصد از حفرات ابعادی خارج از این محدوده داشته‌اند. همچنین مشخص است که بیشترین تعداد حفرات در محدوده ۰/۳ تا ۰/۴ میکرومتر بوده‌اند. داده‌های آماری مربوط به این اندازه‌گیری‌ها در جدول ۵ گزارش شده است.

مطابق جدول ۵، بیشترین مقدار حفرات متعلق به نمونه پرس شده در دمای ۷۵۰ (۰/۲۰۹ $\pm$ ۰/۳۸۳ میکرومتر) و پس از آن نمونه پرس شده در دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد (۰/۱۰۷ $\pm$ ۰/۲۶۸ میکرومتر) بوده است. همچنین مشخص است که پهن‌ترین توزیع اندازه حفرات (با بیشترین فاصله کمترین و بیشترین اندازه حفرات نسبت به مقدار میانگین) متعلق به نمونه پرس شده در دمای ۷۵۰ درجه سانتی گراد بوده است. اندازه کوچک‌ترین و بزرگترین حفرات اندازه‌گیری شده نیز در جدول ۵ برای هر نمونه گزارش شده است.

با افزایش دمای پرس، قابلیت تحرک اتمی مواد افزایش می‌یابد، لذا احتمال به هم پیوستن حفرات در دمای بالا و درشت‌تر شدن آن‌ها بیشتر است. هرچند که با افزایش دمای پرس، مقدار حجمی حفرات کاهش می‌یابد اما امکان درشت‌تر شدن آن‌ها بیشتر است. از طرفی در دماهای بالاتر امکان رشد دانه‌های لیتیوم دی‌سیلیکات بیشتر بوده و لذا این دانه‌ها نیز بزرگتر خواهند شد.

بررسی نتایج نشان می‌دهد که با روش پرس داغ نیز می‌توان بلوک‌های لیتیوم دی‌سیلیکات برای ساخت ترمیم‌های دندانپزشکی ساخت. هرچند سایر محققین از روش ذوب و ریخته‌گری استفاده کرده‌اند که به دمای بالاتر و تجهیزات پیچیده‌تر نیاز دارد، اما روش پرس داغ نیز

- and systems with clinical recommendations: A systematic review. J Prosthet Dent. 2007;98(5):389-404.
- 4- Angela. Selection Guidelines for All-Ceramic Restorations. London Dent Institute 2023.
 - 5- Duret F, Blouin JL, Duret B. CAD-CAM in dentistry. J Am Dent Assoc. 1988;117(6):715-20.

- 6- Saint-Jean SJ. Chapter 12 - Dental Glasses and Glass-ceramics. In: Shen JZ, Kosmač T, editors. *Adv Ceramics Dent*. 2014;1:255-77.
- 7- Griggs JA. Recent Advances in Materials for All-Ceramic Restorations. *Dent Clin North Am*. 2007;51(3):713-27.
- 8- Denry I, Kelly JR. Emerging Ceramic-based Materials for Dentistry. *J Dent Res* 2014;93:1235-42.
- 9- Kelly JR. Dental Ceramics: What is this stuff anyway? *J Am Dent Assoc*. 2008;139:S4-7.
- 10- Alqahtani N. Optical properties Of CAD-CAM lithium disilicate glass-ceramic in different firing temperatures and thicknesses. *Scholar WorksIndianapolis*. 2016.
- 11- Lien W, Roberts HW, Platt JA, Vandewalle KS, Hill TJ, Chu T-MG. Microstructural evolution and physical behavior of a lithium disilicate glass-ceramic. *Dent Mater*. 2015;31:928-40.
- 12- Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. *Dental Materials*. 2004;20(5):441-8.
- 13- Stookey SD. Catalyzed Crystallization of Glass in Theory and Practice. *Ind Eng Chem*. 1959;51(7):805-8.
- 14- Ivoclar Vivadent. Scientific Documentaion IPS e.max CAD, Liechtenstein 2011 n.d.
- 15- Hynková MddK. Effect of subtractive machining of lithium disilicate glass dental ceramic on strength and the possible improving mechanisms 2023.
- 16- Nejatidanesh F, Savabi G, Amjadi M, Abbasi M, Savabi O. Five year clinical outcomes and survival of chairside CAD/CAM ceramic laminate veneers - a retrospective study. *J Prosthodont Res*. 2018;62(4):462-7.
- 17- Serbena FC, Mathias I, Foerster CE, Zanotto ED. Crystallization toughening of a model glass-ceramic. *Acta Mater*. 2015;86:216-28.
- 18- Wen G, Zheng X, Song L. Effects of P_2O_5 and sintering temperature on microstructure and mechanical properties of lithium disilicate glass-ceramics. *Acta Mater*. 2007;55(10):3583-91.
- 19- Khodaei M, Nejatidanesh F, Tayebi L, Savabi O. The effect of SiO_2 / LiO_2 ratio on the mechanical and biological properties of lithium metasilicate glass ceramic. *Mater Technology*. 2022;37(14):1-8.
- 20- Khodaei M, Nejatidanesh F, Savabi O, Tayebi L. Lithium metasilicate glass-ceramic fabrication using spark plasma sintering. *Dent Res J (Isfahan)*. 2023;20:40.
- 21- Huang S, Cao P, Li Y, Huang Z, Gao W. Nucleation and Crystallization Kinetics of a Multicomponent Lithium Disilicate Glass by in Situ and Real-Time Synchrotron X-ray Diffraction. *Crystal Growth & Design*. 2013;13(9):4031-8.
- 22- Zhang H, Sun B, Chen W. Tailoring $Li_2Si_2O_5$ rod-like particles and their simultaneously strengthening and toughening effects on lithium disilicate glass-ceramics. *J Non-Crystalline Solids*. 2022;594:121794.
- 23- Dadsetan S, Siad H, Lachemi M, Sahmaran M. Evaluation of the tridymite formation as a technique for enhancing geopolymer binders based on glass waste. *J Cleaner Production*. 2021;278:123983.
- 24- Zainuri M, Hapsari YD, Silvia L. The influence of SiO_2 phase (quartz, amorphous, cristobalite) to hydrophobicity in glass medium. *Jakarta, Indonesia*. 2023;1:020015.